



**HAL**  
open science

# Optimisation des parametres de scintillation des cristaux de tungstate de plomb pour leur application dans la calorimetrie electromagnetique de haute precision

Gleb Drobychev

► **To cite this version:**

Gleb Drobychev. Optimisation des parametres de scintillation des cristaux de tungstate de plomb pour leur application dans la calorimetrie electromagnetique de haute precision. Physique des Hautes Energies - Expérience [hep-ex]. Université de Savoie, 2000. Français. NNT : . tel-00001325

**HAL Id: tel-00001325**

**<https://theses.hal.science/tel-00001325>**

Submitted on 26 Apr 2002

**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.

**UNIVERSITE de SAVOIE**

**Laboratoire d'Annecy le Vieux de physique des particules**

*N° attribué par la bibliothèque*

/ \_ / \_ / \_ / \_ / \_ / \_ / \_ / \_ / \_ / \_ /

**THÈSE**

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR de L'UNIVERSITE DE SAVOIE**

***Discipline:*** Physique expérimentale

présentée et soutenue publiquement

par

**Gleb DROBYCHEV**

le 12 avril 2000

**Titre :**

**Optimisation des paramètres de scintillation des cristaux de tungstate de plomb pour leur application dans la calorimétrie électromagnétique de haute précision.**

***Directeurs de thèse :***

Dr. J.-P. Peigneux

Dr. M.V. Korzhik

**JURY**

Pr. V.G. Baryshevsky, président

Dr. M.V. Korzhik,

Dr. J.-P. Peigneux,

Dr. A.S. Kurilin, rapporteur

Dr. E.A. Rudak, rapporteur

Pr. J.M. Moreau,

Dr. R. Chipaux

## AVANT-PROPOS

Ce travail fait partie d'un programme de recherche et développement entrepris en 1993 par le Laboratoire d'Annecy de Physique des Particules (LAPP, France), l'Institut des Problèmes Nucléaires de Minsk (INP, Biélorussie) et le département de recherche de l'Usine techno-chimique de Bogoroditsk (BTCP, Russie) dans le cadre des nouveaux développements nécessaires pour la calorimétrie électromagnétique auprès des accélérateurs alors en prévision. Il a trouvé son aboutissement, notamment dans sa phase industrielle, avec l'adoption à l'automne 1994 du tungstate de plomb (PWO) par la collaboration CMS pour son calorimètre électromagnétique, et s'est poursuivi depuis dans ce cadre.

Ce programme de recherche et développement n'aurait pas eu lieu sans son soutien initial par le programme INTAS 93-33 et le présent travail pour la partie qui s'est déroulée à l'Université de Savoie sans le soutien, dans sa phase initiale, de l'Ambassade de France à Minsk et sans le soutien par la suite du Programme International de Coopération Scientifique 307 de l'IN2P3.

La thèse comprend quatre chapitres et une conclusion, elle est assortie d'une bibliographie de 126 références. L'essentiel des résultats est illustré et résumé en 68 dessins et 20 tableaux.

Dans l'introduction on fixe le cadre dans lequel ce travail s'est déroulé en rappelant brièvement la situation présente et les directions et perspectives des études expérimentales dans la physique de haute énergie actuelle d'une part et d'autre part, l'essentiel des informations judicieuses pour ce travail sur l'expérience CMS et sur le calorimètre électromagnétique à cristaux en particulier.

Le chapitre 1 est consacré à l'étude des propriétés scintillantes et spectrométriques des cristaux de tungstate du plomb. On met notamment en évidence l'influence de structure et de leurs défauts dans les propriétés des cristaux de PWO et les moyens d'y porter remède.

Dans le chapitre 2 on étudie les problèmes d'optimisation de la collection de la lumière de scintillation dans un cristal de tungstate du plomb, qui sont essentielles en regard de la quantité de lumière produite comparativement à d'autres cristaux plus classiques.

En particulier, on fait l'analyse de l'influence des types divers d'emballage réfléchissant des cristaux et de l'utilisation de guide de lumière de structures diverses pour la collection de lumière.

Au chapitre 3 on examine les problèmes reliés à la certification de la qualité des cristaux de tungstate de plomb lors de leur production en série et en particulière la certification des paramètres de la scintillation et l'évaluation de leur tenue aux irradiations.

Il est alors proposé un schéma à plusieurs niveaux pour le contrôle des paramètres des cristaux de PWO pendant leur production en série. Ce schéma, qui a été retenu, prévoit l'exécution de vérifications complexes à tous les niveaux du cycle technologique depuis la réception par l'usine de matières premières en provenance d'un fabricant extérieur jusqu'à l'installation définitive du cristal dans le calorimètre électromagnétique. Pour chaque étape du contrôle des équipements et des méthodes de contrôle sont proposés ou ont été construits.

L'analyse des distributions expérimentales selon la tenue aux radiations des cristaux produits avant et après l'optimisation de la technologie, a permis d'estimer les probabilités d'installation dans le calorimètre de cristaux non conformes et la probabilité de rejet de bons cristaux en appliquant les méthodes de contrôle proposées.

## **REMERCIEMENTS**

L'auteur exprime la reconnaissance sincère et la gratitude profonde aux directeurs de thèse : Dr. J.-P. Peigneux et Dr. M.V. Korjik, ainsi que aux personnels de l' INP, du LAPP, du CERN et du BTCP et personnellement à M. A.N. Annenkov, Dr. E. Auffray-Hillemans, Pr. V.G. Barychevsky; M. A.E. Borisevich, Dr. R. Chipaux, Dr. M.D. Dezhurko, Dr. M. Yvert, M. O.V. Kondratiev, M. V.L. Kostylev, Dr. P. Lecoq, M. V.D. Ligoun, Dr. A.S. Lobko, Dr. J.-P. Mendiburu, Dr. O.V. Missevich, Pr. J. M. Moreau, M. V.I. Moroz, Dr. E.I. Podolny, Dr. A.V. Singovsky, Dr. A.A. Fyodorov, Dr. M. Schneegans et M. R.F. Zouevski pour leur aide amicale et leur soutien.

L'auteur veut exprimer ses remerciements très profondes à l'Ambassade de France à Minsk, et personnellement à M. F. Laurent, attaché culturel, ainsi qu'à l'administration de l'INTAS et du PICS pour leur soutien pendant ces années.

L'auteur exprime sa reconnaissance spéciale à la direction et aux employés de BTCP pour les échantillons des cristaux accordés.

Il remercie la direction du LAPP, l'Université de Biélorussie et l'Université de Savoie pour leur accueil durant ce travail.

## **TABLE DES MATIERES**

<b>AVANT-PROPOS</b>	<b>2</b>
<b>REMERCIEMENTS</b>	<b>3</b>
<b>CHAPITRE 1</b>	
<b>INTRODUCTION : LE PROJET CMS AU CERN</b>	<b>7</b>
<b>1.1 Le besoin de nouvelles approches dans la physique expérimentale des particules de hautes énergies</b>	<b>7</b>
<b>1.2 Le calorimètre électromagnétique de CMS</b>	<b>9</b>
<b>1.3 Propriétés générales des cristaux de tungstate de plomb</b>	<b>10</b>
<b>CHAPITRE 2</b>	
<b>PROPRIÉTÉS SCINTILLANTES ET SPECTROMÉTRIQUES DU MONOCRISTAL DE TUNGSTATE DE PLOMB</b>	<b>13</b>
<b>2.1 Des échantillons des monocristaux et des méthodes de mesure</b>	<b>13</b>
2.1.1 Des échantillons des monocristaux	13
2.1.2 Des équipements et techniques utilisés	14
<b>2.2 Les études spectroscopiques du cristal de tungstate de plomb</b>	<b>19</b>
<b>2.3 Suppression du dommage de transmission optique des cristaux de tungstate de plomb</b>	<b>30</b>
<b>2.4 La cinétique de scintillation, les composantes lentes et la postluminescence dans la scintillation du monocristal de tungstate de plomb</b>	<b>41</b>
<b>2.5 L'influence des paramètres de la cinétique de scintillation du cristal de PWO sur leur application pour les détecteurs rapides de radiations ionisante</b>	<b>48</b>
<b>CHAPITRE 3</b>	
<b>ÉTUDE DE L'OPTIMISATION DE LA COLLECTION DE LA LUMIÈRE DE SCINTILLATION DANS LES MONOCRISTAUX DE TUNGSTATE DE PLOMB</b>	<b>53</b>
<b>3.1 Particularités de la collection de lumière dans des cristaux avec une petite intensité de scintillation</b>	<b>53</b>
<b>3.2 Les méthodes et moyens utilisés pendant les études</b>	<b>54</b>
3.2.1 Les méthodes expérimentales	54
3.2.2 Simulation des processus de transport des photons dans le système cristal-photodétecteur par une méthode de Monte-Carlo	59
<b>3.3 Influence de la quantité de lumière détectée, de la non-uniformité de la quantité de lumière détectée et de la tenue des cristaux de PWO aux radiations sur les résolutions énergétiques du calorimètre électromagnétique</b>	<b>62</b>

<b>3.4 Influence sur la collection de lumière des scintillations de l'utilisation de matières réfléchissantes différentes comme emballage du cristal</b>	<b>68</b>
3.4.1 Emballages réflecteurs utilisés pendant les études	68
3.4.2 Résultats des études expérimentales	69
3.4.3 Résultats des simulations du système cristal-PM	74
3.4.4 Résultats des simulations du transport de lumière dans le système cristal-APD	81
<b>3.5 Influence des types différents d'emballages des cristaux sur la non-uniformité de quantité de lumière émise par les cristaux de PWO</b>	<b>85</b>
3.5.1 Résultats expérimentaux	85
3.5.2 Résultats des simulations du transport des photons dans les systèmes cristal-PM	87
<b>3.6 Optimisation de la collection de lumière de scintillation dans la zone de contact du cristal avec le photodétecteur</b>	<b>88</b>
3.6.1 Évaluation par simulation de Monte-Carlo de la méthode de la concentration du flux fluorescent	88
3.6.2 Évaluation par simulation de Monte-Carlo de l'effet d'utilisation du système « 4 APD dans un package »	95
3.6.3 Évaluation par simulation de Monte-Carlo de processus dans un contact optique entre le cristal et l'APD	97
<b><i>CHAPITRE 4 LA CERTIFICATION DES PARAMÈTRES DE SCINTILLATION DE CRISTAUX DE PWO PENDANT LEUR PRODUCTION EN SÉRIE</i></b>	<b>99</b>
<b>4.1 Particularités de certification des cristaux de tungstate de plomb pour le projet de CMS pendant leur production en série</b>	<b>99</b>
4.1.1 Spécification sur les paramètres scintillants des cristaux de PWO du projet de CMS	100
4.1.2 Méthodes et moyens pour les mesures de certification des paramètres des éléments scintillant de PWO	103
4.1.3 Méthodes et moyens pour les mesures de contrôle des paramètres scintillants des éléments de PWO	105
4.1.4 Algorithme de selection des cristaux scintillants pour leur utilisation dans le calorimètre électromagnétique dans les conditions de la production en série	108
<b>4.2 ACCOS - le système automatique de contrôle de la qualité des cristaux pendant leur certification</b>	<b>110</b>

<b>4.3 L'analyse des paramètres des éléments scintillants de PWO obtenus dans les conditions de production en série</b>	<b>116</b>
4.3.1 L'étude de la reproduction des résultats de mesures obtenus avec l'aide du système ACCOS	116
4.3.2 Les résultats préliminaires des mesures de certification des cristaux de PWO avec l'aide du système ACCOS au CERN	120
4.3.3 Les mesures de contrôle de la tenue aux radiations des cristaux de PWO pendant la préparation de la production en série et au cours de la production et l'évaluation d'efficacité de méthodes d'analyses rapides de contrôle de la tenue des cristaux de PWO aux radiations	125
<b><i>CONCLUSION</i></b>	<b><i>13</i></b>
<b><i>BIBLIOGRAPHIE</i></b>	<b><i>142</i></b>

# CHAPITRE 1

## INTRODUCTION : LE PROJET CMS AU CERN

### 1.1 Le besoin de nouvelles approches dans la physique expérimentale des particules de hautes énergies

Actuellement la physique des hautes énergies est concentrée principalement dans deux directions : la prolongation des expériences pour la confirmation du modèle dit « Modèle Standard » (MS) [1], et la préparation des expériences dans la région d'énergie du TeV. On suppose que pour la description de processus dans cette région d'énergie d'autres modèles comprenant le modèle standard comme cas spécial seront développés [2,3].

Le modèle standard inclut des concepts tels que des particules de matière, des forces et le mécanisme de Higgs [4,5]. Le mécanisme de P. Higgs a été proposé pour expliquer le mécanisme de génération de la masse des particules fondamentales, leptons, quarks et les bosons de jauge au moyen d'interaction avec un champ scalaire qui est distribué dans l'espace - temps. Ce mécanisme est relié à l'existence de particules scalaires physiques appelées les bosons de Higgs. Les bosons de Higgs ont été proposés théoriquement. Le paramètre principale inconnu des bosons de Higgs est leur masse. Selon des évaluations théoriques, la masse des bosons de Higgs peut être de plus de 85 GeV, toutefois il y a une probabilité qu'elle soit plus grande avec une limite supérieure d'environ 420 GeV. Pendant les expériences effectuées à l'accélérateur LEP1 (CERN), les bosons de Higgs n'ont pas été détectés, ceci permet de fixer une limite inférieure de la masse des bosons de Higgs à 65,2 GeV. Les expériences sur l'accélérateur LEP2 (CERN) permettons d'étudier l'intervalle d'énergie jusqu'à un niveau de 100 GeV.

Ainsi, dans la physique des hautes énergie actuelle il existe un besoin essentiel de moyens techniques adaptés pour effectuer des recherches dans la région d'énergie de plusieurs TeV. Pour remplir ce besoin le nouveau collisionneur LHC est actuellement en cours de construction au CERN. Les expériences sur le base de ce collisionneur devront commencer en 2006. Il fonctionnera jusqu'à une énergie de 14 TeV avec une luminosité de faisceau de  $10^{34} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Le collisionneur LHC permettra de faire des expériences sur la recherche des bosons de Higgs avec une masse dans un intervalle jusqu'à 700 GeV [6-9].

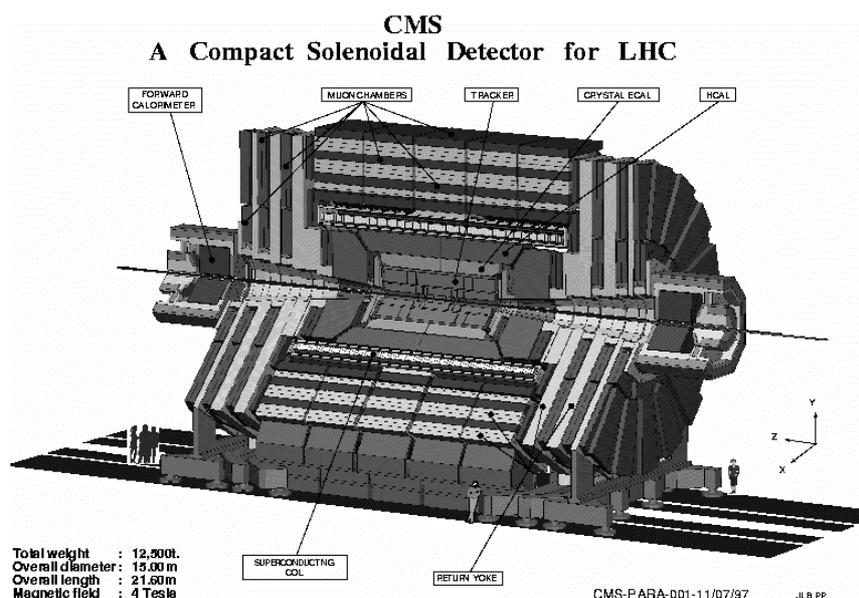
Plusieurs grandes expériences sont projetées au collisionneur LHC. En particulier, les expériences de CMS et d'Atlas sont principalement destinées à la détection du boson de Higgs, de la matière supersymétrique, aussi bien que quelques autres phénomènes physiques

nouveaux [10]. L'expérience LHC-B est particulièrement consacrée à la recherche de la violation de CP. L'expérience ALICE devrait jouer le rôle important dans la recherche du plasma de quark-gluon à hautes températures pour la chromodynamique quantique.

Un des grands projets qui est en préparation au CERN est le projet Solénoïde Compact à Muon (Compact Muon Solenoid, ou CMS) à LHC. [2,11,12]. Le développement de l'expérience CMS a commencé en 1990. L'idée principale de la collaboration est de créer le meilleur calorimètre électromagnétique (ECAL), compatible avec un système de détection de muons performant.

De 1990 à 1994 les aspects scientifiques, techniques et d'organisation du projet ont été développés peu à peu. Actuellement, le projet inclut plus de 1600 physiciens de 137 instituts repartis sur 31 pays.

La description détaillée de la conception du détecteur peut être trouvée dans [13]. Ici nous proposons seulement une revue très brève extraite de ce document. La vue générale et la section longitudinale du détecteur de CMS sont présentées dans la Figure 1.1 (a,b). Les parties principales du détecteur sont : un système magnétique et des chambres à muons, un détecteur de traces, les systèmes de calorimètres comprenant le calorimètre électromagnétique à cristaux de haute résolution avec deux calorimètres bouchon (endcaps), le calorimètre à hadron, et le calorimètre avant. En raison du grand rayon du solénoïde magnétique et de la construction compacte des calorimètres électromagnétique et hadronique, tous les systèmes calorimétriques sont à l'intérieur du solénoïde et permettent d'obtenir une haute résolution du détecteur.



**Figure 1.1 (a) : La vue générale du détecteur de CMS (d'après [13]).**

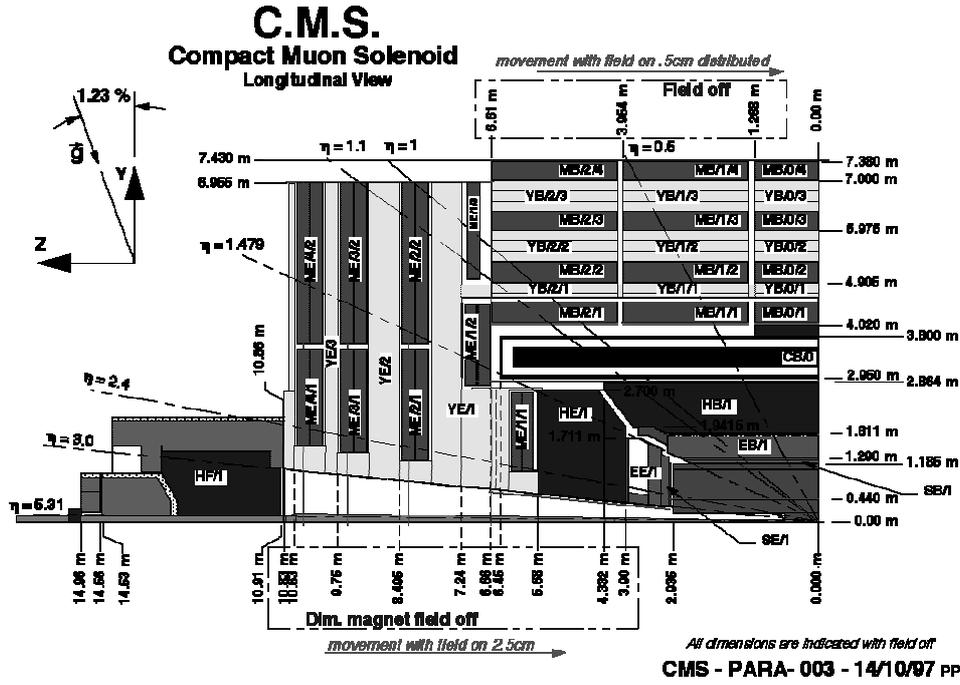


Figure 1.1 (b) : La section longitudinale du détecteur de CMS (d'après [13]).

## 1.2 Le calorimètre électromagnétique de CMS

La décision de concevoir un calorimètre électromagnétique de haute résolution basé sur des cristaux de PWO a été acceptée par la collaboration de CMS à la fin 1994. Selon [2] le calorimètre électromagnétique se composera de cristaux scintillants de PWO, avec des photodiodes à avalanche (APD) comme photodétecteurs. Le volume total de cristaux dans la partie centrale du calorimètre est  $8,14 \text{ m}^3$ , le volume des bouchons est  $1,52 \text{ m}^3$ . La quantité totale de cristaux est d'environ 83000, ce qui est plusieurs fois plus grand que dans toutes les expériences précédentes.

Les prescriptions principales requises pour le calorimètre électromagnétique (ECAL) découlent de la nécessité d'analyser le processus de désintégration des bosons de Higgs dans la zone de masse intermédiaire. Dans ce cas le paramètre critique est la résolution en masse du mode de désintégration en deux photons [14]. La résolution en masse dépend de la résolution des énergies  $E_1$ ,  $E_2$  et de la séparation angulaire  $\theta$  des deux photons par la relation :

$$\frac{\sigma_M}{M} = \frac{1}{2} \left[ \frac{\sigma_{E_1}}{E_1} \oplus \frac{\sigma_{E_2}}{E_2} \oplus \frac{\sigma_\theta}{\tan(\theta/2)} \right] \quad (1.1)$$

Où  $\oplus$  dénote une sommation quadratique,  $E$  est en GeV et  $\theta$  est en radians. La résolution d'énergie est habituellement paramétrée comme :

$$\frac{\sigma_E}{E} = \left[ \frac{a}{\sqrt{E}} \oplus c \oplus \frac{\sigma_N}{E} \right] \quad (1.2)$$

Où  $a$  est le terme stochastique,  $c$ , le terme constant et  $\sigma_N$ , l'équivalent en énergie du bruit. Le terme de bruit a deux sources, le bruit de l'électronique et l'énergie d'empilement. Afin de réaliser une bonne résolution en énergie tous les termes de la contribution doivent être maintenus petits.

Brièvement, les paramètres dont il est nécessaire de tenir compte pendant la construction du calorimètre électromagnétique sont les suivants :

- les résolutions énergétique et angulaire optimales ;
- le rejet des mesons  $\pi^0$  ;
- la tenue aux doses d'exposition aux radiations des neutrons et du fond de gamma qui existent à l'intérieur et autour du calorimètre ;
- l'acceptance géométrique reliée à la limite de l'intervalle de rapidité  $|\eta|$  (voir Fig. 1b), et la limite de précision des mesures d'énergie ;
- la résolution de masse aux niveaux bas et haut de la luminosité.

Ces paramètres sont considérés en détails dans [2,13].

### 1.3 Propriétés générales des cristaux de tungstate de plomb

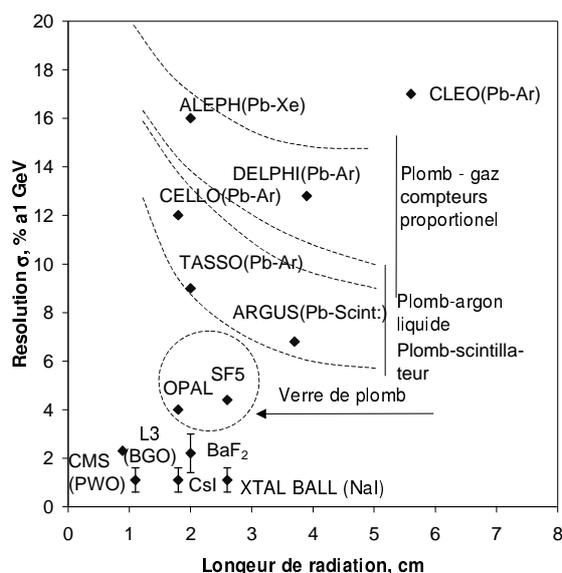
Un matériau scintillant idéal pour les application dans beaucoup de branches de la science et de l'industrie doit posséder une haute quantité de lumière émise et une densité élevée, une cinétique de scintillation rapide, et un prix relativement bas. Ainsi les chercheurs et les compagnies de production de scintillateurs concentrent leurs efforts au développement de quelque chose qui aura un marché stable pendant longtemps au moins dans cette branche particulière d'activité. Le cristal de tungstate de plomb ( $\text{PbWO}_4$ , PWO) est un bon exemple où les besoins de la recherche expérimentale dans la physique de haute énergie ont lancé un défi pour le développement et l'organisation de la production en série d'un matériau nouveau. Ce scintillateur sera le scintillateur le plus utilisé dans la physique expérimentale des hautes énergies dans les dix ans à venir.

Le cristal de tungstate de plomb est connu depuis longtemps [15,16]. Mais c'est seulement récemment que des progrès ont été faits dans le développement de la technologie pour la production de grands cristaux avec des paramètres de scintillation acceptables pour la physique des hautes énergies [17-20]. Les résultats de recherche des cristaux du PWO pendant les premières étapes ont montrés que, en comparaison avec d'autres scintillateurs et émetteurs lumineux utilisés pour les calorimètres électromagnétiques, le cristal de PWO a la

densité la plus grande, une longueur de radiation courte et un petit rayon de Molière, ce qui permet de faire un calorimètre électromagnétique compact. Toutefois, à ce moment, les désavantages de ce cristal étaient : une quantité de lumière émise basse (4 phe/MeV) à cause de la haute absorption optique intrinsèque dans la région des longueurs d'ondes de scintillation, une tenue aux radiations peu élevée, mais néanmoins supérieure au BGO, et la présence de composantes lentes dans la scintillation. Cependant, en prenant en compte les perspectives d'amélioration significative de ces paramètres et parce que des capacités de production significative capables de démarrer une production des éléments scintillants après une modernisation relativement insignifiante existaient déjà, la collaboration CMS a pris la décision de construire le calorimètre électromagnétique sur la base de cristaux de tungstate du plomb.

Après les dernières études il a été possible de développer des cristaux avec des propriétés physiques et chimiques acceptables comme on peut voir dans le Tableau 1.1. comparées à celles de quelques autres scintillateurs lourds et cristaux de tungstate du plomb avant leur optimisation [13,19,21-26]. Le problème lié à la faible quantité de lumière émise par les cristaux a été surmonté par l'utilisation de photodiodes à avalanche avec une surface sensible assez grande.

La Figure 1.2 présente la corrélation entre la résolution en énergie à 1 GeV mesurée expérimentalement et la longueur de radiation du milieu détecteur pour des calorimètres différents [13,19,27].



**Figure 1.2 La corrélation entre la résolution en énergie à 1 GeV mesurée expérimentalement et la longueur de radiation du milieu détecteur pour différents calorimètres (d'après [19,27]).**

**Tableau 1.1. Propriétés physiques et chimiques des cristaux de PWO dans une comparaison avec quelques scintillateurs lourds et émetteurs lumineux connus**

<b>Cristal</b>	<b>NaI(Tl)</b>	<b>CsI</b>	<b>BGO</b>	<b>CeF<sub>3</sub></b>	<b>YAP:Ce</b>	<b>BaF<sub>2</sub></b>	<b>PWO 1995</b>	<b>PWO 1999</b>	
Densité, g/cm <sup>3</sup>	3,67	4,51	7,13	6,16	5,55	4,89	8,28	8,28	
Indice de réfraction	1,85	1,80	2,15	1,62	1,91	1,49	2,16 / 2,30	2,16 / 2,30	
Longueur de radiation, cm	2,59	1,85	1,12	1,68	2,2	2,05	0,89	0,89	
Longueur d'interaction, cm	41,4	37,0	21,8	26,2	38	29,9	22,4	22,4	
Rayon de Moliere, cm	4,80	3,50	2,25	2,63	3,7	3,4	2,19	2,19	
Maximum d'émission, nm	410	315	480	300/ 340	347	210/ 310	440-520	440	
Quantité relative de lumière émise, %	100	20	18	8	40	20/4	~0,1-0,2	1,3	
Durée d'émission, ns	$\tau_1$	230	16	60	8/25	28	0,9	4(62%)	4(95%)
	$\tau_2$			300			630	23(13%)	15(5%)
	$\tau_3$							230(25%)	100(<1%)
Référence	[21, 22]	[19, 21, 22]	[19, 21, 22]	[19, 22]	[23, 24, 25, 26]	[19, 21, 22]	[13, 19]		

On peut voir qu'après l'optimisation effectuée des paramètres du détecteur le calorimètre de CMS aura une très bonne résolution énergétique. Le BGO seulement fournit une résolution comparable mais le BGO n'a pas une tenue aux radiations satisfaisante.

Les paramètres scintillants et optiques des cristaux de PWO, ainsi que les aspects technologiques, influençant ces paramètres, seront discutés dans les chapitres appropriés de ce travail.

## CHAPITRE 2

# PROPRIÉTÉS SCINTILLANTES ET SPECTROMÉTRIQUES DU MONOCRISTAL DE TUNGSTATE DE PLOMB

### 2.1 Des échantillons des monocristaux et des méthodes de mesure

#### 2.1.1 Des échantillons des monocristaux

Les impératifs principaux pour la production des cristaux de tungstate de plomb sont : d'un côté de retenir des paramètres des cristaux dans les limites de spécification de CMS [13,28], et en même temps de minimiser de prix des cristaux. Dans le cas de la méthode de Czochralski qui est utilisée pour la production des cristaux de tungstate de plomb ces deux impératifs s'excluent mutuellement. Il existe des équipements comme « Cristal 3M » qui permettent de tirer des cristaux avec des masses jusqu'à 2 kg dont les creusets peuvent contenir une masse de fonte de 5 à 7 kg. Pour augmenter l'efficacité de conversion des matières premières (ECMP) il est nécessaire d'augmenter la quantité des recristallisations pour un creuset avec addition de matière première à la fonte. Cette approche permet d'obtenir un niveau de ECMP jusqu'à 50%, mais avec l'augmentation du nombre des cristallisations le processus de production de défauts devient plus intense. L'augmentation de la quantité des défauts comme les défauts de structure ainsi que les défauts de dopage provoque la chute des paramètres des cristaux et en particulier l'apparition de composantes lentes et diminue la tenue aux irradiations. En même temps, jusqu'à la 7<sup>ème</sup> – 8<sup>ème</sup> cristallisation on peut obtenir des cristaux avec des paramètres satisfaisant aux spécifications de CMS si on utilise des matières premières spécifiées, en gardant la proportion stœchiométrique de la fonte pendant les cristallisations. Il faut noter que pendant des études nous avons sélectionné pour l'analyse des cristaux avec des paramètres satisfaisant aux spécifications ainsi que des échantillons avec des paramètres plus mauvais, modifiés par des dopages différents ou par déviation des proportions stœchiométriques de la composition de la fonte.

Tous les cristaux analysés ont été produits à partir de matière première qui contient des oxydes de tungstène et de plomb avec une pureté d'au moins 99,999% dans des creusets de platine sous une atmosphère dont la composition est proche de l'air, en utilisant la technique de Czochralski. Davantage de détails sur la croissance des cristaux sont donnés dans [29]. Des cristaux dopés avec différents dopants comme Mo, La, Lu, Y, Nb ou obtenus à partir d'oxydes épurés, ont été produits dans des creusets séparés en utilisant une cristallisation pas à pas.

La majorité des cristaux ont été dopés avec du lanthane, de l'yttrium ou du niobium au niveau de 100 ppm et obtenues dans des conditions semblables. Les parties hautes des lingots près du germe ont été utilisées pour la recherche spectroscopique détaillée et certains d'entre eux ont été testés avec l'analyse GDMS (Glow discharge mass spectroscopy) pour voir la correspondance entre le type de matière première et la contamination d'impuretés dans les cristaux [30].

Pour les recherches de détail, les échantillons étudiés dans ce travail ont été préparés à partir des parties hautes des lingots. Le reste des lingots a été employé pour préparer les éléments scintillants utilisés dans les essais en faisceau au CERN, dans le cadre de la R&D de CMS PWO et pour le développement des méthodes d'amélioration de collection de lumière et de certification de cristaux.

Pour étudier le mécanisme de dommages par les radiations dans les cristaux de tungstate de plomb, plus de 1000 échantillons de cristaux dopés et nondopés, développés avec des matières premières spécifiées, ont été étudiés.

### *2.1.2 Des équipements et techniques utilisés*

La technique de mesure est décrite en détail ailleurs [29]. Pour les mesures des spectres de luminescence un spectromètre SDL-2 (LOMO) est utilisé. Un spectrophotomètre CARY 1E (Varian) a été utilisé pour les mesures en laboratoire des spectres de transmission. Une modification spéciale a été ajoutée afin de permettre des mesures de transmission longitudinale des cristaux de PWO avec des longueurs jusqu'à 230 mm. Pour les études des spectres de transmission optique longitudinale et transversale, nous avons utilisé également des spectromètres qui ont été réalisés à l'Institut des Problèmes Nucléaires en vue de leur application au système automatique de contrôle de qualité des cristaux ACCOS (Automatic Crystal Control System – voir Chapitre 4).

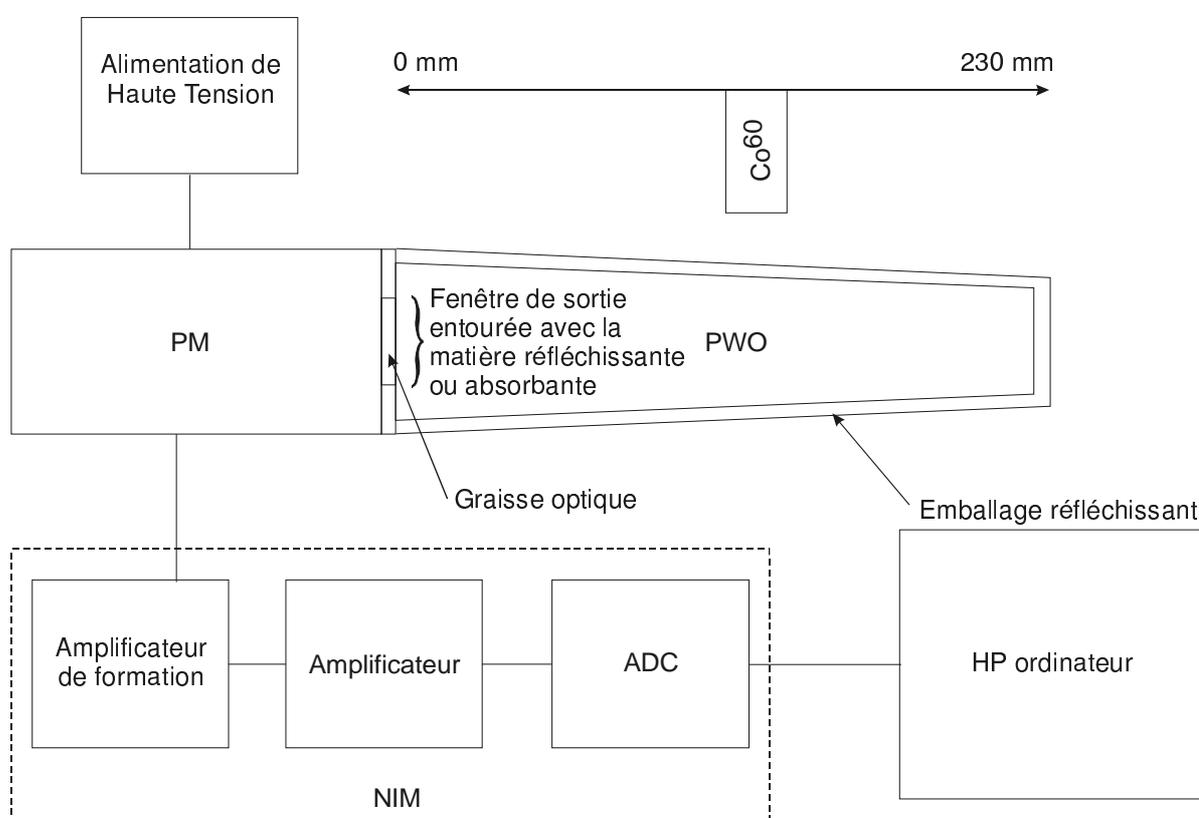
Pour identifier les centres d'électron et de trou, des données de spectroscopie optiques, de luminescence thermo-stimulé (TSL), de courant thermo-stimulé (TSC) et les données de spectroscopie EPR décrites dans [31-35] ont été également prises en considération.

Les mesures des spectres de luminescence thermo-stimulés dans la région de la température de 80 à 300 K ont été étudiées. Les cristaux ont été activés à la température de l'azote liquide avec une lampe d'hydrogène équipée d'une fenêtre de saphir. Le taux d'augmentation de la température pendant l'enregistrement de l'intégrale de spectres de TSL était 0,5 K/s.

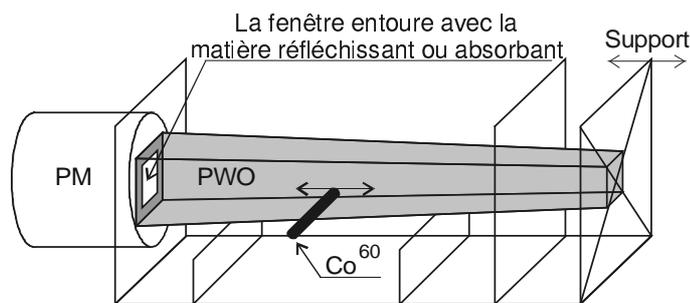
Pour l'analyse détaillée de la composition de matière première en micro-éléments la méthode de GDMS (glow discharge mass spectroscopy) a été utilisée.

L'étude de structure des cristaux scintillants été faite avec la méthode d'analyse de diffraction de rayons X et de diffraction de neutrons.

Le système d'acquisition des données expérimentales pour les études de quantité de lumière émise et de non-uniformité de quantité de lumière émise par la méthode d'analyse d'amplitudes se compose d'un PM XP2262, de modules d'électronique au standard NIM, reliés à un ordinateur qui forme le spectre d'amplitudes. (voir la Figure 2.1 a) Ce système a un support de cristal spécial qui permet le positionnement précis du cristal de PWO (voir la Figure 2.1 b). Pour les mesures, une source de  $\gamma$  du  $^{60}\text{Co}$  a été utilisée ( $E_\gamma = 1,2 \text{ MeV}$ ). Les spectres enregistrés ont été traités à l'aide du logiciel PAW++ [36].



**Figure 2.1 (a) : Le schéma de système expérimental.**



**Figure 2.1 (b) : Le schéma d'installation du cristal dans le système expérimental.**

Deux méthodes d'analyse des données ont été utilisées. La première a mis en œuvre la détermination de la position du maximum du pic d'absorption photoélectrique du spectre d'amplitudes, déterminant, par définition, la quantité de lumière émise du cristal [37]. La seconde méthode a utilisé l'intégration des spectres enregistrés [38]. Ces méthodes sont discutées en détail dans le Chapitre 3.

Le système d'acquisition des données expérimentales, pour les études de quantité de lumière émise, de non-uniformité de quantité de lumière émise et de la cinétique des scintillations des cristaux de tungstate de plomb par la méthode des coïncidences retardées (la méthode des démarrages - arrêts), a été mise au point à l'Institut des Problèmes Nucléaires (Minsk) en collaboration avec le Laboratoire d'Annecy de Physique des Particules (Annecy-le-Vieux), comme composant du système automatique de contrôle de qualité des cristaux ACCOS (Automatic Crystal Control System). Ce système est proposé pour le contrôle rapide et les études de quantité de lumière émise, de la non-uniformité de quantité de lumière émise et de la cinétique des scintillations aussi bien que de la transmission optique des cristaux de tungstate de plomb.

La méthode de mesure de dommage des cristaux de tungstate de plomb sous radiations est décrite dans les références [39,40]. La méthode est basée sur un modèle d'évolution des dommages des cristaux de tungstate de plomb sous les radiations que nous avons développé. Dans le cadre de ce modèle, les radiations ionisantes ne causent pas de dommages aux centres de luminescence principaux [41]. En conséquence, les pertes de quantité de lumière émise enregistrées sont causées seulement par les dommages de transmission optique. Une autre caractéristique de ce modèle est que l'absorption du PWO induite par les radiations dépend de l'intensité de l'irradiation [42]. Cela provient du fait que les dommages visibles des radiations est le résultat d'un bilan stabilisé entre des processus de création et de destruction de centres de couleur qui fonctionnent avec des rapidités comparables. Les processus de dommages par radiations sont discutés en détails dans le paragraphe 2.3.

À cause de la petite quantité de lumière émise par les long cristaux de tungstate de plomb (~10 phe/MeV) il est impossible d'effectuer des mesures de quantité de lumière émise de l'ordre de 1 à 5% de celle émise par un scintillateur de NaI(Tl) avec une précision meilleure que 10%, en utilisant une source d'irradiation standard d'énergie  $E_\gamma \leq 1,25$  MeV. Alors, il semble raisonnable d'effectuer des mesures de tenue des cristaux aux irradiations au moyen d'un contrôle permanent du changement de transmission optique aux longueurs d'ondes des bandes d'absorption induites par l'irradiation, pendant et immédiatement après l'irradiation. Dans ce cas il n'est pas nécessaire d'organiser des mesures de routine en utilisant un faisceau d'accélérateur. Il est seulement nécessaire d'établir une corrélation entre la chute de la quantité de lumière émise des cristaux pendant leur irradiation par des particules de haute énergie et la quantité d'absorption stimulée dans des régions spectrales spécifiées. Une telle corrélation a été établie pendant ces études. Cela signifie que l'on peut obtenir des résultats corrects en mesurant des cristaux par l'irradiation avec une source radioactive de gamma comme, par exemple, le  $^{60}\text{Co}$  ou le  $^{137}\text{Cs}$ , ce qui simplifie les études de tenue aux irradiations. Dans ce cas pour faire une irradiation tout le long du cristal, c.-a.-d. pour simuler l'irradiation du cristal par une gerbe électromagnétique des particules de haute énergie, le cristal doit être installé perpendiculaire au faisceau d'irradiation de gamma modulé éventuellement par un filtre en plomb de forme appropriée [43].

Pour les études de spectres d'absorption stimulée des cristaux de PWO nous avons mis au point un système d'équipement qui permet de mesurer l'évolution des spectres de transmission dans la région de 300 - 800 nm en fonction de la puissance de dose ou de la dose absorbée pour une puissance déterminée d'irradiation.

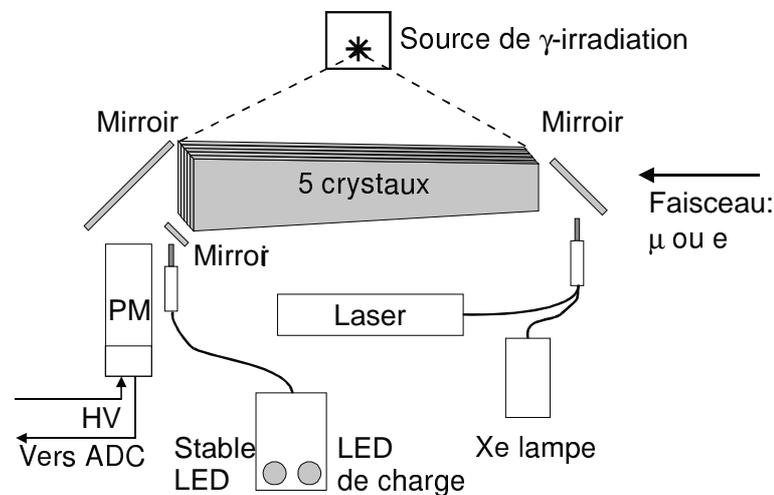
Parce que des conditions d'irradiation, au moins pour la composante de gamma, doivent être proches des conditions de charge d'irradiation dans le calorimètre électromagnétique de CMS, alors les mesures ont été effectuées à une puissance d'irradiation variant entre 15 et 100 rad/heure, ce qui correspond aux conditions expérimentales attendue à LHC. Ceci demande de mettre en œuvre un système adapté au travail continu en fonctionnement durable (pendant quelques jours), en mode automatique.

Nous avons construit deux dispositifs de ce type qui ont été installés, l'un à Saclay (France) pour équiper le système d'irradiation COCASE (Cobalt Casemate) avec une source de  $^{60}\text{Co}$  d'activité de 14 Ci [40,44] et l'autre au CERN (Suisse) basé sur le système d'irradiation GIF (General Irradiation Facilities) avec une source de  $^{137}\text{Cs}$  d'activité de 20 Ci [45,46]. Ces systèmes permettent de faire des mesures de transmissions optiques pendant l'irradiation et fournissent des données sur la dynamique de dommage en fonction des doses absorbées ou de la puissance de dose. Les sources permettent le réglage géométrique de

puissance dans la région de 3 à 50 rad/heure pour des blocs de 5 longs cristaux. La vue générale du système GIF est montrée dans la Figure 2.2.

Pour les mesures de changement des spectres de transmission pendant l'irradiation on a utilisé une source de lumière avec des longueur d'onde variables obtenues à partir d'une ampoule de xénon Hamamatsu L2360 associée à un monochromateur contrôlé par ordinateur, qui fournit des faisceaux sondes  $\Delta\lambda=10$  nm de largeur avec une vitesse de balayage de longueur d'onde de 100 nm/s. La transmission optique est mesurée à 5 longueurs d'ondes : 375, 420, 500, 600 et 660 nm, la durée de mesure de chaque longueur d'onde est de 30 s.

Le changement de transmission est mesuré par la détection par des photomultiplicateurs Philips XP1921 connectés à un ADC 13 bits avec intégration de charge et un temps d'intégration de 100 ns. Cinq cristaux peuvent être mesurés à la fois. Pour leur protection contre l'irradiation les PM et les fibres d'injection sont placés à 90° par rapport au cristal en face de miroirs aluminisés. Les impulsions fournies par la source de lumière sont injectées dans le cristal par des miroirs métalliques en face des fibres. Cette géométrie permet l'utilisation de la même installation pour étudier aussi les dommages en enregistrant la lumière émise sous un faisceau de particules (notamment des électrons et des muons).



**Figure 2.2 Le schéma du système des radiations installé auprès du système GIF au CERN.**

Le système fournit des mesures de transmission optique des cristaux long avec une résolution de 0,2 %. Pendant le développement du système une attention spéciale a été portée à la stabilisation de marche du système sous les conditions d'irradiation. En plus des 5 canaux en test avec des cristaux installés, le système comprend 3 canaux de contrôle : 2 canaux de contrôle à base de PM pour le contrôle des lampes et 1 canal de contrôle à base de photodiode pour le contrôle de la LED sont installés à l'intérieur de la zone d'irradiation.

Tous les PM ont des instabilités de gain à long et court termes de quelques pourcent (jusqu'à dix), qui dépend aussi du courant d'anode [22]. Dans l'installation de GIF, les cristaux sont irradiés avec des intensités de dose de 15 rad/h le long de leur grande dimension. Dans ce cas à l'intérieur du cristal la lumière apparaît, correspondant à un courant de quelques microampères, donc beaucoup plus que les 0,1  $\mu\text{A}$  recommandés par le producteur de PM pour une opération stable. Le travail dans ce régime provoque des grandes instabilités des PM à long et à court termes. Pour le PM1921 nous avons utilisé une procédure spéciale de préparation, qui inclut 12 heures d'illumination de la photocathode par des impulsions de diode bleue (LED) avec une fréquence de répétition élevée mais de faibles amplitudes qui fournissent un courant de 5  $\mu\text{A}$ . Cette procédure diminue les instabilités de gain habituelles de 5-10 % jusqu'à 1-2 %. Le gain du PM est également « contrôlé » par un signal d'illumination de la photocathode par une source de lumière produite par une LED stabilisée au niveau de 0,1 % [47]. Les variations de gain provoqués par les instabilités de l'alimentation de haute tension et de la température sont corrigées par la normalisation aux réponses d'un ou deux canaux de contrôle vides, c'est à dire, la même installation mais sans cristaux. La précision totale atteinte par le système est meilleure que 1%.

Le cycle de mesure est divisé en trois étapes. Dans la première étape la température et le gain des PM se stabilisent pendant 12 heures. Ensuite les cristaux sont irradiés pendant 48-72 heures avec un débit de dose typique de 15 rad/h, après quoi la relaxation des spectres de transmission est enregistré pendant 12 heures. Avant la mesure, les cristaux passent par la procédure standard de recuit thermique qui inclut un chauffage lent pendant 3 heures jusqu'à une température de 200°C, le recuit à 200°C pendant 6 heures et un refroidissement jusqu'à la température ambiante pendant 10 heures.

## **2.2 Les études spectroscopiques du cristal de tungstate de plomb**

La compréhension de la structure du cristal et de ses non-homogénéités locales est très importante pour développer un modèle des centres d'émission à l'origine des scintillations dans le cristal de tungstate de plomb.

D'abord, par analogie avec d'autres cristaux de la famille des tungstates, comme la  $\text{CaWO}_4$ , on a supposé que le tungstate de plomb a une structure de scheelite. Cependant, des études détaillées ont montré l'existence d'autres types de structure dans lesquelles le tungstate de plomb peut cristalliser.

Dans la nature le  $\text{PbWO}_4$  existe sous les formes de stolzite tétragonal (une structure de type scheelite) et de raspite monoclinique [48,49]. À la température ambiante la phase

scheelite est stable. Mais il a été trouvé que les cristaux synthétiques de tungstate de plomb ont des particularités de structure. Ces particularités se forment à cause des reconstructions des réseaux cristallins dans les conditions de manque de plomb pour des cristaux obtenus pour une cristallisation orientée. Le cristal synthétique de tungstate de plomb est un cristal biréfringent uniaxe.

Pour les études de structure, des cristaux de deux types ont été produit. Les cristaux de premier type ont été tirés à partir d'une fonte avec une composition stœchiométrique du PbO + WO<sub>3</sub>. Les cristaux du deuxième type ont été tirés à partir d'une fonte avec un déficit en PbO.

Les recherches effectuées en utilisant la méthode d'analyse de poudre de cristal par les diffractions de rayons X [50] a montré que le cristal produit à partir de matières premières avec une composition stœchiométrique est caractérisé par les paramètres de réseau suivants:  $a=b=5,465(2)$  Å,  $c=12,020(2)$  Å, et le groupe spatial I4<sub>1</sub>/a. Les positions atomiques sont énumérés dans le Tableau 2.1, et les distances inter-atomiques dans le Tableau 2.2.

**Tableau 2.1 : Les paramètres de structure de PbWO<sub>4</sub>, groupe spatial I4<sub>1</sub>/a**

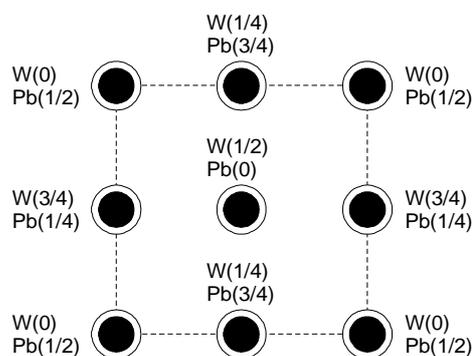
Atome	Site	x	y	z	Occupation
W	4a	0	1/4	1/8	1,0
Pb	4b	0	1/4	5/8	1,0
O	16f	0,2388	0,1141	0,0429	1,0

**Tableau 2.2 : Les distances interatomiques (Å) dans PbWO<sub>4</sub>**

W	-4O	1,795(8)
Pb	-4O	2,580(8)
	-4O	2,637(8)

Ainsi, le cristal de PbWO<sub>4</sub> avec la structure normale de scheelite se caractérise par un réseau carré de colonnes identiques d'atomes de Pb et de W parallèles à l'axe z, chaque colonne est constitué par un empilement régulier d'atomes de Pb et de W. La Figure 2.3 (a) montre la projection de la structure PbWO<sub>4</sub> le long de l'axe c.

Les atomes de W ont situés aux centres des tétraèdres réguliers isolés, les atomes de Pb à l'intérieur d'un polyèdre qui peut être décrit comme carré, décentré par un atome sur un côté et un triangle de l'autre côté.



**Figure 2.3. (a) : La projection de la structure de PWO le long de l'axe c. Les petits cercles pleins indiquent des atomes de W, les grands cercles - les atomes de Pb . Les nombres entre parenthèses sont les paramètres de z. Les atomes d'oxygène sont omis (d'après [50]).**

Les recherches effectuées en utilisant la méthode d'analyse des poudres de cristal par la diffraction X [50] a permis de proposer que les cristaux obtenus à partir de fonte avec un déficit en plomb sont caractérisés par le groupe spatial  $P4/nnc$  et les paramètres de réseau suivants :  $a = b = 7,719(2) \text{ \AA}$ ,  $c = 12,018(2) \text{ \AA}$ . Cette structure correspond à la formule chimique  $Pb_7W_8O_{(32-x)}$ , où  $x=3,2(8)$ . Mais, dans ce modèle, les lacunes des atomes de plomb, ne sont pas positionnées de façon chaotique mais forment des structures régulières et causent la formation de colonnes qui sont composées par des atomes de Pb seulement et des atomes de W dans la même colonne. Cependant, l'égalité des sections de diffusion des radiations X sur les atomes de plomb et de tungstène ne permet pas une différenciation fiable de ces éléments. C'est pourquoi, les études ont été effectuées en utilisant la méthode d'analyse des poudres de cristal par diffraction de neutrons [51]. Les résultats de ces études ont permis de proposer une nouveau modèle, dans lequel les cristaux obtenus à partir d'une fonte avec un déficit en plomb sont caractérisés par le groupe spatial  $P\bar{4}$  et les paramètres de réseau suivants :  $a = b = 7,7208(1) \text{ \AA}$ ,  $c = 12,0417(2) \text{ \AA}$ . Cette structure correspond à la formule chimique  $Pb_{7,5}W_8O_{32}$ .

Les positions atomiques sont énumérées dans le Tableau 2.3, les distances interatomiques dans le Tableau 2.4.

**Tableau 2.3 : Les paramètres de structure de  $\text{Pb}_{7,5}\text{W}_8\text{O}_{32}$ , groupe spatial  $\text{P}\bar{4}$**

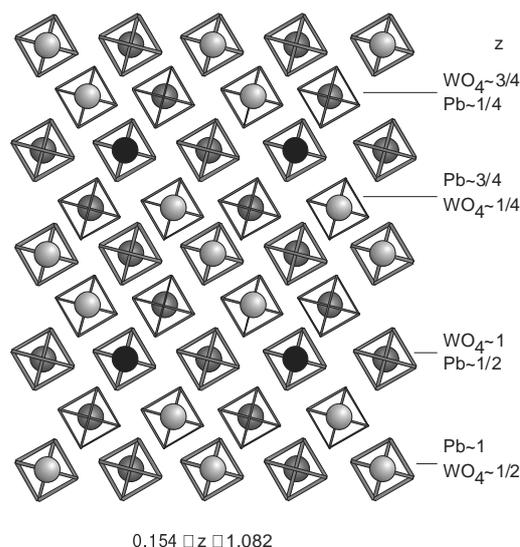
Atome	Site	x	y	z	Occupation
Pb(1)	4h	0,260	0,251	0,752	1,0
Pb(2)	2g	0	1/2	0,497	1,0
Pb(3)	1c	1/2	1/2	0	0,5
Pb(4)	1a	0	0	0	1,0
W(1)	4h	0,259	0,252	0,250	1,0
W(2)	2g	0	1/2	0,001	1,0
W(3)	1d	1/2	1/2	1/2	1,0
W(4)	1b	0	0	1/2	1,0
O(1)	4h	0,034(3)	0,183(3)	0,571(2)	1,0
O(2)	4h	0,049(3)	0,670(3)	0,082(2)	1,0
O(3)	4h	0,061(4)	0,300(3)	0,332(2)	1,0
O(4)	4h	0,203(3)	0,056(3)	0,161(2)	1,0
O(5)	4h	0,291(3)	0,452(3)	0,154(2)	1,0
O(6)	4h	0,331(3)	0,555(3)	0,419(2)	1,0
O(7)	4h	0,452(3)	0,197(3)	0,332(2)	1,0
O(8)	4h	0,542(3)	0,183(3)	0,069(2)	1,0

**Tableau 2.4 : Les distances interatomiques (Å) dans  $\text{Pb}_{7,5}\text{W}_8\text{O}_{32}$**

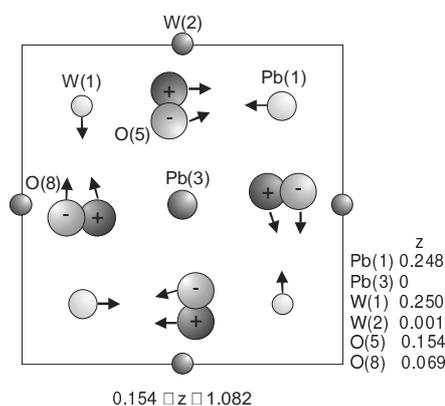
Pb(1)	-O(5)	2,51	Pb(2)	-2 O(3)	2,56	W(1)	-O(7)	1,84
	-O(7)	2,55		-2 O(7)	2,58		-O(3)	1,86
	-O(6)	2,58		-2 O(1)	2,62		-O(4)	1,90
	-O(2)	2,59		-2 O(6)	2,75		-O(5)	1,94
	-O(3)	2,63	Pb(3)	-4 O(5)	2,48	W(2)	-2 O(8)	1,68
	-O(4)	2,68		-4 O(8)	2,60		-2 O(2)	1,68
	-O(8)	2,75	Pb(4)	-4 O(4)	2,53	W(3)	-4 O(6)	1,68
	-O(1)	2,84		-4 O(2)	2,76	W(4)	-4 O(1)	1,67

Ainsi, le tungstate de plomb peut cristalliser également avec la phase scheelite et avec une superstructure de type voisine de la scheelite. La structure de base est déterminée comme

une structure de  $\text{PbWO}_4$  qui contient une maille carrée régulière de couches d'atomes de tungstène et de plomb ordonnées le long de  $[0\ 0\ 1]$ . Les atomes de tungstène sont entourés par quatre atomes d'oxygène qui forment un tétraèdre. Chaque deuxième couche est déplacée de manière que les atomes du métal est positionné au centre du carré de la couche précédente. Parce que les atomes de Pb et de  $\text{WO}_4$  des tétraèdres alternent le long de  $[0\ 0\ 1]$ , dans cette direction l'unité de translation correspond à quatre couches. Dans la superstructure trouvée, les lacunes dans la position des plombs de chaque quatrième couche provoquent l'augmentation de l'unité de translation dans le plan  $(0\ 0\ 1)$ , et le paramètre  $c$  ne change pas. La Figure 2.3 (b) présente les positions des atomes de Pb et les tétraèdres  $\text{WO}_4$  pour une projection le long de l'axe  $[0\ 0\ 1]$ . Les ronds noirs marquent les lacunes trouvées. Les atomes de plomb dans le  $\text{PbWO}_4$  sont coordonnés par huit atomes d'oxygène pratiquement équidistants ( $4 \times 2,58$ ,  $4 \times 2,64$ ), qui forment deux tétraèdres concentriques, l'un d'eux est positionné dans le plan le long de l'axe  $[0\ 0\ 1]$ , et le deuxième est tourné de  $90^\circ$  relativement au premier et positionnée le long de  $[0\ 0\ 1]$ . Il est évident que les lacunes dans  $\text{Pb}_{7,5}\text{W}_8\text{O}_{32}$ , Pb(3), sont positionnées à des distances plus courtes des atomes voisins que les autres atomes de plomb. La différence la plus significative entre les quatre plus courtes et les quatre plus longues distances est aussi observée pour cette position de plomb aussi bien que pour Pb(4). Les voisins de Pb(3) sont présentés dans la Figure 2.4. Les flèches et signatures « plus » et « moins » montrent la direction de déplacement des positions des atomes qui entourent la position de vacance, relativement à la position dans le cristal stœchiométrique du  $\text{PbWO}_4$ .



**Figure 2.3 (b) : Les positions des atomes de Pb et tétraèdres  $\text{WO}_4$  dans la projection le long de l'axe  $[0\ 0\ 1]$ . Les ronds noirs marquent les lacunes trouvées (d'après [51]).**



**Figure 2.4 : Les voisins de Pb(3). Les flèches et signatures « plus » et « moins » montrent la direction de déplacement des positions des atomes qui entourent la position de lacune, relativement à la position dans le cristal stœchiométrique du  $\text{PbWO}_4$  (d'après [51]).**

Les atomes d'oxygène sont déplacés plutôt le long de l'axe  $[0\ 0\ 1]$ . Les composantes dans le plan  $(0\ 0\ 1)$  permettent d'établir la distance acceptable entre les mêmes atomes d'oxygène et l'atome de tungstène en position W(1). Ces distances augmentent de 1,79 Å en  $\text{PbWO}_4$  jusqu'à 1,84-1,94 Å. Dans le même cas, les distances dans les autres tétraèdres de  $\text{WO}_4$  se réduisent jusqu'à 1,68 Å. La cohésion dans les tétraèdres  $\text{WO}_4$  est telle que l'on ne s'attend pas à la présence de lacune à la position d'oxygène. Une idée plus probable est que l'absence de cations  $\sim 1/16 \text{Pb}^{2+}$  est compensée par l'état d'oxydation plus élevé des autres cations du plomb.

On peut dire que dans le cas d'un déficit systématique en plomb dans le cristal la superstructure des lacunes de cation apparaît. Cette structure en raison du déficit de charge est compensée par le déplacement des atomes. Nous avons vu que les cristaux de tungstate de plomb sont des solutions solides de deux phases et que les structures principales de ces solutions sont des complexes d'oxygènes  $\text{WO}_4^{2-}$  et des oxydes divalents de plomb ou leur lacunes dans la sphère de coordination octaédrique.

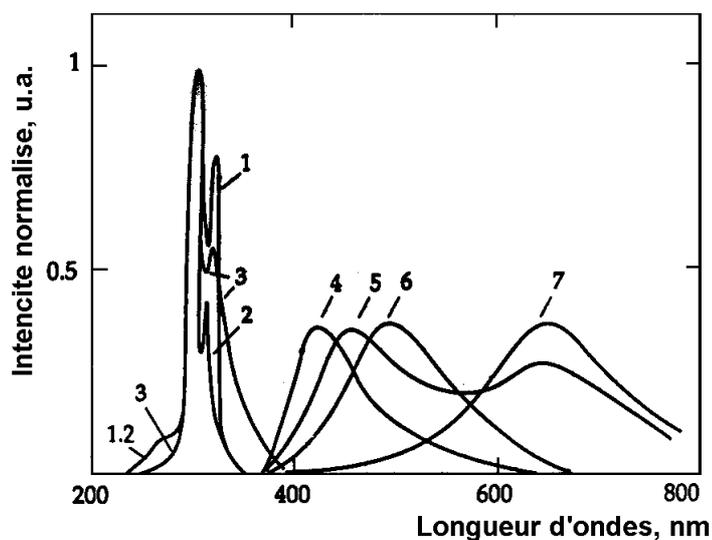
Malgré des recherches sur les propriétés spectroscopiques du cristal de tungstate de plomb effectuées auparavant [31-33,52-54], une étude systématique a été effectuée avec des échantillons produits par différents producteurs [29,55-60] au cours des cinq dernières années. Ces études ont mené à une meilleure compréhension de l'origine de la luminescence dans des cristaux de PWO. Suivant les recherches effectuées les cristaux de  $\text{PbWO}_4$  possèdent trois bandes de luminescences : bleu  $\lambda \approx 420$  nm, vert  $\lambda \approx 490$  nm, et rouge  $\lambda \approx 650$  nm, qui sont résolues par des excitations optiques sélectives [29]. Sous excitation par des radiations ionisantes la luminescence des scintillations enregistrée est la superposition de ces bandes,

mais leurs contributions à la luminescence résultante sont très dépendantes de la technologie de production particulière. La luminescence dans les cristaux de PWO apparaît à cause de transitions avec des transferts de charges dans les complexes moléculaires anioniques  $\text{WO}_4^{2-}$  et  $\text{WO}_3$ . Dans le cadre de l'approximation moléculaire orbitale [61-63] les complexes anioniques ont une orbitale moléculaire occupée  $t_1$  plus haute, qui est constituée par les orbitales de l'oxygène  $2p(\pi)$ . L'état bas  $2e$  est composé dans la zone de conductivité principalement par des orbitales vacantes  $d$  des ions du tungstène. Ces deux orbitales forment la bande interdite. Puisque le champ cristallin des complexes de  $\text{WO}_4^{2-}$  a une symétrie ponctuelle  $T_d$ , la configuration finale des termes d'énergie est la suivante :  ${}^3T_1, {}^3T_2$  et  ${}^1T_1, {}^1T_2$  avec l'état fondamental  ${}^1A_1$ . Les deux transitions  ${}^1A_1 \rightarrow {}^1T_1, {}^1T_2$  et  ${}^1A_1 \rightarrow {}^3T_1, {}^3T_2$  sont clairement détectées dans le spectre d'excitation de la luminescence bleue (420 nm) provoquée par la transition radiative des niveaux de triplet  ${}^3T_1, {}^3T_2 \rightarrow {}^1A_1$ . Les spectres des luminescences bleue sont présentés dans la Figure 2.5 (les courbes 4, 6 et 1 par conséquent).

Quand des lacunes d'anion apparaissent dans un complexe anionique  $\text{WO}_4^{2-}$  la symétrie locale du complexe irrégulier nouveau  $\text{WO}_3$  est réduite à  $C_{3v}$ . Une composante supplémentaire du champ cristallin avec une symétrie plus basse décompose les niveaux de triplet dans les composantes (A+E), donnant un certain déplacement des termes excités d'énergie. Cependant l'interaction électron - phonon est fortement changée par la transition du complexe anionique régulier au complexe irrégulier. Elle provoque une augmentation suffisante du déplacement de Stokes de la luminescence dans les groupes irréguliers, donnant le déplacement du maximum de bande de luminescence dans la région du vert. Des transitions semblables sont également détectées par des spectres d'excitation de la luminescence verte (490 nm) à la température ambiante [29]. Les spectres des luminescences vertes sont aussi présentés dans la Figure 2.5 (les courbes 5 et 2 respectivement).

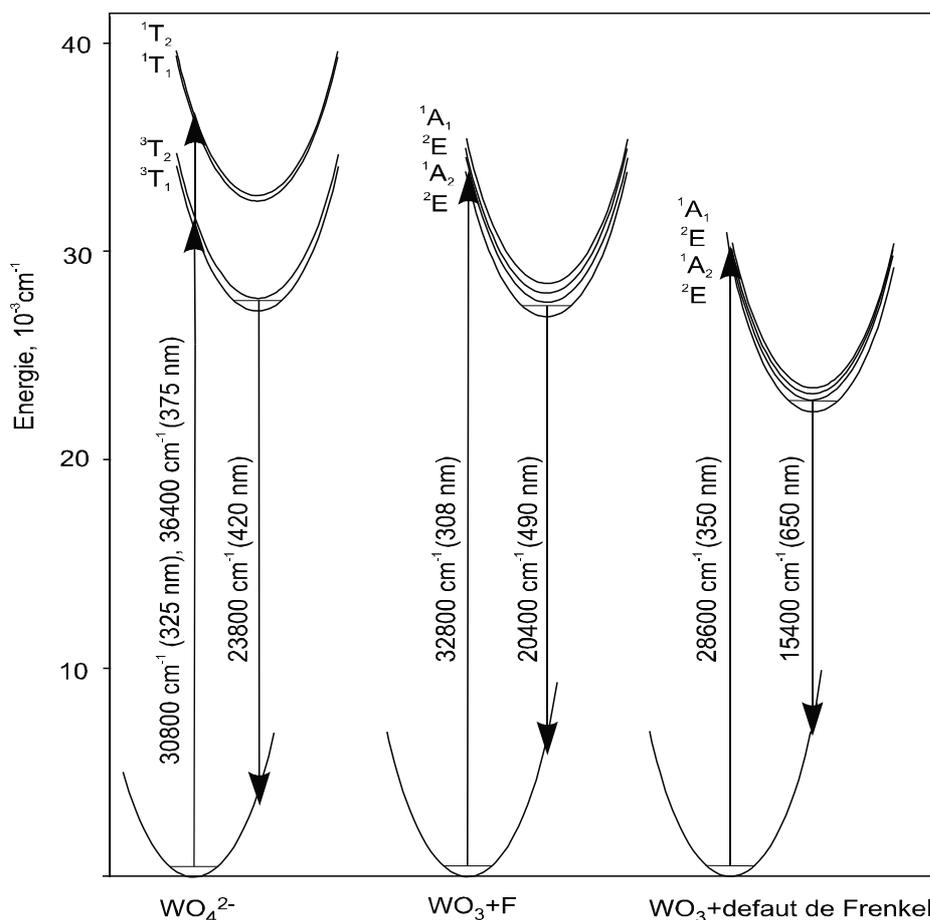
Le troisième type de centre luminescent dans les cristaux de tungstate de plomb est associé à la luminescence rouge (650 nm). Nous avons associé cette luminescence à un centre qui est apparu en raison de l'incorporation de centre de  $\text{Pb}^{3+}$  dans des cristaux de PWO [56,57]. Les ions trivalents de plomb sont stabilisés dans les cristaux de PWO par défauts de Frenkel (l'ion de l'oxygène se déplace vers une position d'inter-site avec la création simultanée de  $V_o$ ) [55]. Un défaut de Frenkel formé abaisse également la symétrie locale d'un tel complexe du tungstène  $\text{WO}_3$  vers un  $C_3$ , ou même inférieur, établissant le déplacement et la décomposition des niveaux d'énergie excités originaux. Un tel complexe anionique de tungstène déformé est responsable de la luminescence rouge dans des cristaux de PWO. Sa

première bande d'excitation est une bande large avec un maximum autour de 350 nm [29]. On peut voir des spectres de luminescence rouge et leur excitation dans la Figure 2.5 (les courbes 7 et 3 respectivement). L'origine de la luminescence associée avec le centre d'électron est en bon accord avec les résultats des autres travaux qui ont trouvé que le premier pic de la photoconductivité à la température ambiante des cristaux de PWO nominale pur à un maximum près de 350 nm [64]. Le schéma des niveaux d'énergie les centres de radiation dans des cristaux de PWO qui été développé sur la base des études spectroscopiques est montré dans Figure 2.6.



**Figure 2.5 : Spectres d'excitation et de luminescence des cristaux du  $\text{PbWO}_4$  à 300 K.**

L'excitation pour les longueurs d'ondes de luminescence : 1 -  $\lambda_L = 420$  nm, 2 -  $\lambda_L = 490$  nm, 3 -  $\lambda_L = 650$  nm. La luminescence pour les longueurs d'ondes d'excitation : 4 -  $\lambda_{exc.} = 275$  nm, 5 -  $\lambda_{exc.} = 308$  nm, 6 -  $\lambda_{exc.} = 325$  nm, 7 -  $\lambda_{exc.} = 350$  nm.



**Figure 2.6 : Diagramme des niveaux d'énergie des transitions optiques dans des cristaux de PWO. La décomposition des premiers états excités dans les groupes  $\text{WO}_3$  est montrée.**

Les données spectroscopiques obtenues et le schéma des niveaux énergétiques montrent, que les centres irréguliers éteignent la luminescence des groupes réguliers. Ainsi, la suppression des défauts indiqués qui sont basés sur les lacunes d'oxygène, est nécessaire pour l'augmentation de la quantité de lumière émise par les cristaux de PWO. Nous avons fait une suppression de ces défauts dans les cristaux au moyen du réglage de la technologie. Nous avons trouvé, que dans les cristaux avec une présence minimale de groupes irréguliers qui ont les luminescences verte et rouge fortement supprimées, la quantité de lumière émise par des échantillons de  $1 \times 1 \times 1 \text{ cm}^3$  augmente au moins d'un facteur 2 et atteignent 30 photoélectrons/MeV (PM XP2262). C'est pourquoi, dans les cristaux produits dans les conditions optimales, la luminescence des groupes réguliers de tungstène domine. Il résulte que le spectre de radioluminescence ou de scintillations est formé par ces centres réguliers.

Les études effectuées ont montré que sauf les particularités de structure le tungstate de plomb fait exception en comparaison des autres cristaux de tungstène, en particulier l'identification des défauts et les analogies avec d'autres cristaux de la famille de tungstène ne

sont pas adéquates. La difficulté générale d'interprétation des processus qui apparaissent dans les cristaux de tungstate de plomb sous irradiation est causé par le fait que sous irradiation il n'y a pas de formation de défauts paramagnétiques induits par les défauts intrinsèques.

On peut affirmer que :

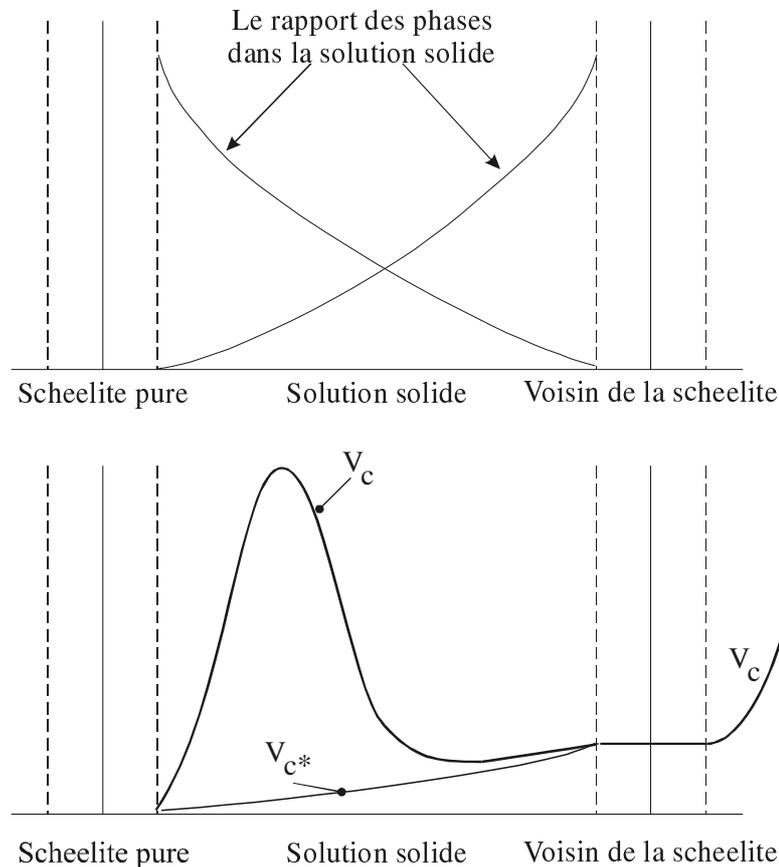
Premièrement, dans le cristal de tungstate de plomb on n'a jamais observé par la méthode de résonance paramagnétique des électrons (EPR), dans une large région de températures, de défaut de trou  $(\text{WO}_4)_2^{3-}$  qui est une caractéristique pour la famille des tungstates  $\text{MWO}_4$  (M = métal) [32, 65].

Deuxièmement, des défauts ponctuels avec des états fondamentaux paramagnétiques ne sont pas détectés dans des cristaux de tungstate de plomb à une température plus haute que celle de l'azote liquide. Ceci indique le plus probablement que des centres comme  $\text{F}^+$  séparés (la lacune d'anion  $\text{V}_\text{o} + e$ ) ou  $\text{O}^-$  ne sont pas stables dans de tels cristaux même à basse température.

Comme il a été noté au-dessus, les cristaux synthétiques du tungstate de plomb sont des solutions solides de phases, et la contribution de chaque phase dépend des conditions de production. Le rapport des phases dans la solution solide ne se stabilise pas à une valeur fixe mais change de cristallisation à cristallisation. Ce phénomène n'affecte pas les propriétés spectroscopiques et luminescentes des cristaux mais affecte le processus de création des défauts qui causent la formation des centres de coloration. Les défauts de structure ponctuels créés dans les cristaux de tungstate de plomb sont la somme des défauts des deux types de structures des cristaux. Le cristal de type de scheelite pure a des lacunes distribuées occasionnellement qui sont provoquées par la fuite légère de Pb ou de O pendant la croissance du cristal ; le cristal de type voisin de la scheelite contient en supplément des lacunes de cation régulières dans une des positions du plomb. La dépendance de concentration des lacunes dans la structure du cristal est montrée schématiquement dans la Figure 2.7.

Cette dépendance montre que pendant la croissance de cristal de PWO de grand taille par la méthode de Czochralski à partir de matière première en proportion stœchiométrique, une fuite de plomb dans la fonte a lieu menant à la création des lacunes de cation  $\text{V}_\text{c}$  distribuées occasionnellement dans les sites du plomb. De telles lacunes sont compensées par lacunes de l'oxygène  $\text{V}_\text{o}$ , qui sont également distribuées au hasard dans la matrice. Avec la transition vers la matrice du cristal de type voisin de la scheelite, la quantité de  $\text{V}_\text{c}$  diminue avec la diminution de la fraction de PWO sous forme de scheelite ( $\text{PbWO}_4$ ) dans la solution solide. Cependant les lacunes de cation  $\text{V}_{\text{c}^*}$  qui sont habituelles à la matrice de cristal voisin de la scheelite apparaissent. Elles sont compensées par des déplacement des atomes d'oxygène dans la matrice. Les lacunes  $\text{V}_\text{c}$ ,  $\text{V}_{\text{c}^*}$  sont les pièges principaux pour des trous dans des

cristaux de PWO pendant l'irradiation. Les centres  $O^-V_{c,c^*}O^-$  sont les seules possibilités pour avoir des centres de trous avec des états fondamentaux singlets et non paramagnétiques. Dans les cristaux d'oxydes, les défauts de di-trou près des lacunes de cation ont été bien étudiés, ils provoquent habituellement des bandes d'absorption larges dans la région du rouge [66,67].



**Figure 2.7 : Défauts dans des cristaux de PWO en fonction de la structure du cristal.**

Les centres de défauts ponctuels les plus étudiés dans le PWO sont des centres d'électrons créés sous l'excitation de radiation dure ou de lumière UV. Ils sont créés sur la base des lacunes d'oxygène  $V_0$  et leur associations et affectent les propriétés de scintillation des cristaux de PWO par influence sur la distribution de la lumière émise entre la scintillation et la postluminescence aussi bien que sur la processus de rétablissement de la transmission du cristal après irradiation. La description détaillée du centre d'électrons parasite principal  $MoO_4^{3-}$  dans le cristal de tungstate de plomb sera donné au paragraphe 2.4. Ici nous notons seulement que les centres d'électrons suivant qui sont métastables à la température ambiante apparaissent dans le tungstate de plomb [65] : Le centre F ou lacune d'oxygène ( $V_0+2e^-$ ) qui a attrapé deux électrons ; la di-lacune d'oxygène  $(V_0V_0)^{2-}$ . Il y a deux possibilités pour la création d'une telle di-vacance. Une de celles-ci est causée par la présence de deux lacunes

d'oxygène dans le même polyèdre et l'autre est créée par des lacunes dans des différents polyèdres voisins. Le dernier type de di-lacune peut être très stable dans les cristaux de tungstate de plomb [68]. La lacune de  $V_o$  créée par un défaut de Frenkel peut également attraper des électrons donnant des centres comme  $(WO_3)^{2-}$ . Un tel centre apparaît à l'irradiation, il est stable à la température ambiante et montre des spectres d'absorption voisin des centres  $WO_3$  positionnés proche du défaut de Frenkel.

Les autres centres d'électrons qui montrent des spectres de thermoluminescence (TSL) dans la région des températures  $T < 200$  K, décroissent à la température ambiante avec des temps caractéristiques  $\tau < 1 \mu s$ .

### **2.3 Suppression du dommage de transmission optique des cristaux de tungstate de plomb**

Au cours des études du changement des propriétés des cristaux de PWO nous avons trouvé, qu'il n'y a pas de transformation structurale des centres principaux émetteurs  $WO_4^{2-}$  sous radiation d'énergie de l'ordre de 1 MeV. Cela permet de conclure que le mécanisme des scintillations dans les cristaux n'est pas endommagé par irradiation [41]. D'autre part, une absorption optique induite apparaît dans le cristal sous radiation due à la présence de défauts de structure ponctuels, par suite de leur recharge. La plus critique est une absorption de ce type dans le domaine spectral des scintillations de 350 à 600 nm, qui provoque une réduction de la collection de lumière du scintillateur. Ainsi, la suppression de dommage sous radiation est réduite à la suppression des défauts ponctuels dans le cristal.

Il est évident que la suppression complète des défauts ponctuels de structure dans les éléments long de PWO (230 mm) juste au moyen du réglage stœchiométrique est très douteuse. Par conséquent des moyens supplémentaires pour compenser ou détruire les défauts ponctuels de structure sont nécessaires. Parmi les moyens possibles comme le recuit, le dopage et la coloration supplémentaire dans des vapeurs de métaux, le dopage été trouvé technologiquement le plus commode pour atteindre le niveau minimal de concentration de défauts à l'origine des dommages dans les cristaux. Le dopage des cristaux de PWO par des impuretés spécifiques comme La, Lu, Y ou Nb améliore suffisamment la tenue des éléments scintillant pour l'irradiation [39,69]. D'ailleurs une suppression impressionnante de l'absorption induite par irradiation a été observée dans les longs éléments scintillants avec un dopage au niveau de quelques dizaines de ppm.

Discutons en détail le processus de compensation. Des ions trivalents des éléments de terres rares dans les cristaux de tungstate de plomb se localisent dans des positions des ions de

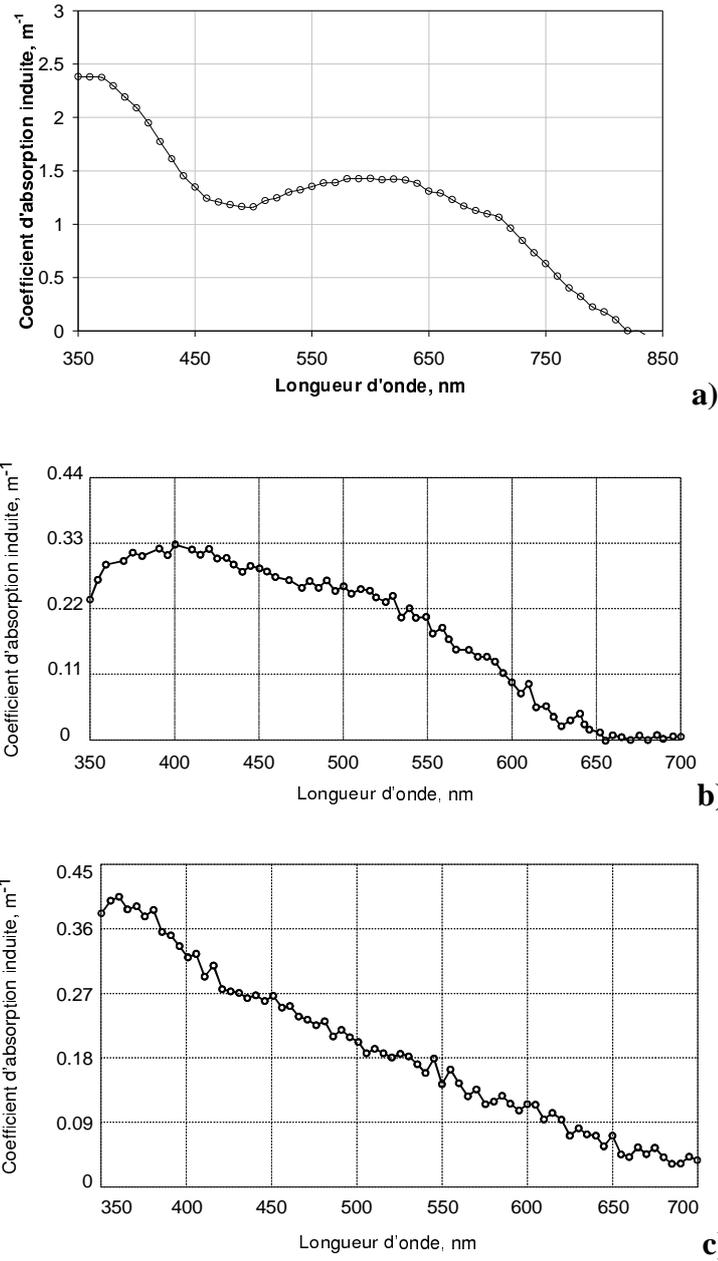
plomb. Le facteur important pour ces ions est leur état de valence stable. Les ions des types de  $\text{La}^{3+}$ ,  $\text{Y}^{3+}$ ,  $\text{Lu}^{3+}$  localisés dans le site de  $\text{Pb}^{2+}$  apportent au cristal une charge positive supplémentaire qui est non-compensée, et ainsi concurrenceront la création des lacunes de  $V_o$  donnant une certaine perte de quantité des lacunes d'anion et respectivement diminueront énormément les concentrations des associations, y compris des di-lacunes. Le dopage avec le  $\text{La}^{3+}$  diminue également le nombre de groupes de tungstène déformés par des défauts de Frenkel dans le cristal, donnant une amélioration de la transmission optique de PWO dans la région de 340-450 nm, comme il a été remarqué par exemple dans [70].

Les ions pentavalents de niobium se localisent dans des tétraèdres d'oxygène dans un état 5+ où ils compensent les fuites des ions de tungstène ou les remplacent. Le dopage avec des ions de  $\text{Nb}^{5+}$  localisés dans les sites de  $\text{W}^{6+}$  apportent au cristal une charge négative supplémentaire non-compensée et n'affectent pas la concentration des lacunes d'anion ou les défauts basés sur eux. L'ion de Nb dans le tungstate de plomb crée un centre de trou peu profond et empêche la stabilisation des défauts de trou qui sont créés sur la base de lacune de cation.

La Figure 2.8 (a-c) présentent les courbes typiques de l'absorption induite par irradiation pour des cristaux non dopés et dopés par le Nb et le La. Les cristaux non dopés montrent un spectre compliqué avec un maximum près de 620 nm qui est clairement détecté. Comme il a été noté [65], des centres d'électrons contribuent à l'aile des grandes longueurs d'onde de cette bande et forment une bande large avec un maximum proche de 700 nm. Le maximum de la bande dans l'intervalle des courtes longueurs d'onde change de cristal à cristal, avec une valeur dans l'intervalle de 350-400 nm. Ce phénomène est causé par la variation de la coupure des courtes longueurs d'onde de la bande d'absorption, de cristal à cristal. Comme il a été noté ci-dessus le dopage avec du Nb fournit une diminution des dommages induits sur un intervalle spectral large, supprimant complètement la bande de 620 nm.

Nous avons trouvé la concentration optimale des activateurs amenant à la suppression presque complète de l'apparition d'absorption induite dans les cristaux. Discutons la dépendance de l'absorption induite dans les cristaux en fonction de la concentration de l'activateur dans la fonte. Pour ces études nous avons utilisés des cristaux long, qui sont produits sans réglage stœchiométrique de fonte pour l'augmentation de la quantité de  $V_{c,c*}$ .

La Figure 2.9 (a,b) montre l'influence du dopage par des ions de Nb sur l'absorption induite par irradiation sur l'exemple des deux bandes caractéristiques avec des maximums de 620 et de 390 nm. Il y a une tendance claire qu'avec l'augmentation de concentration de Nb il apparaît une suppression rapide de l'absorption induite et par conséquent des centres appropriés.



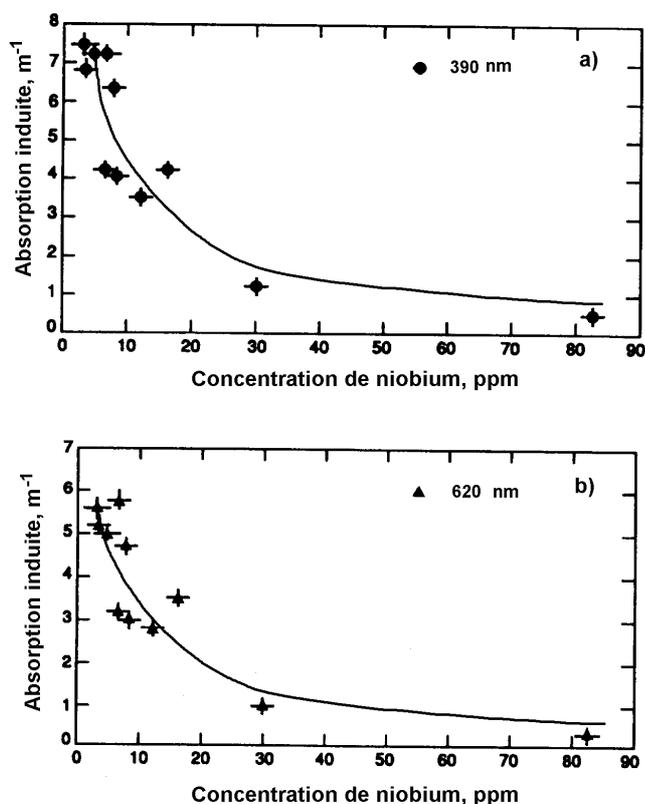
**Figure 2.8 : Spectres d'absorption induite par la radiation d'une source de  $^{60}\text{Co}$ , dans le cristal non dopé (a), dopé par La (b) et dopé par Nb (c) d'un PWO avec de grande taille, pour une dose accumulée de 30 krad,  $T = 300\text{K}$ .**

La concentration de dopants, pour laquelle un effet positif est observé, n'est pas plus que 100 ppm. Dans ce cas la distance moyenne  $R$  vaut plus que  $100 \text{ \AA}$  entre les atomes de dopants évaluée dans l'approximation d'une distribution régulière est :

$$R \approx \sqrt[3]{\frac{3N}{4\pi}} \quad (2.1)$$

Où  $N$  est la concentration. Si on accepte une concentration des défauts dans les cristaux pas trop grande (du même ordre de grandeur que la concentration des centres des activateurs), qui donne un effet de compensation, donc on peut supposer que les dopants font

une compensation spatiale de la déficience de charge apportée par les défauts ponctuels. En d'autres termes, dans des cristaux il n'y a pas de localisation corrélée des centres de dopants proches des défauts ponctuels.



**Figure 2.9 : L'absorption induite dans les cristaux scintillant de PWO normaux à 390 (a) et à 620 nm (b) avec la concentration de Nb dans le cristal (source  $^{60}\text{Co}$ , dose accumulée 30 krad,  $T = 300 \text{ K}$ ).**

Alors, le mécanisme de compensation spatiale de charge qui mène aux suppressions des processus de recharges des défauts de structure ponctuels et optique actifs, suppose la possibilité de compensation de l'influence des défauts avec de petites concentrations de dopant (telles qu'elles sont étudiées). Comme on peut voir sur la Figure 2.9 l'effet de suppression d'un facteur 10 commence avec des concentrations de 80 à 100 ppm. Cette concentration des dopants (La, Nb, Y) a été recommandée aux technologues pour la production des cristaux.

Le dopage au La fournit une diminution encore plus efficace des dommages induits sur un large intervalle spectral, supprimant complètement la bande de 620 nm, bien qu'une nouvelle bande avec un maximum près de 520 nm apparaisse. L'intensité de cette bande varie de cristal à cristal, et parce qu'elle est très petite, on peut détecter cette bande seulement dans le spectre d'absorption induite des cristaux dopés, mais elle est masquée dans des cristaux

non-dopés. Dans les cristaux dopés au La elle apparaît à cause de la suppression sélective suffisante des centres d'électrons.

Ainsi nous concluons que le spectre d'absorption induit par irradiation dans des cristaux de PWO est formé au moins par quatre bandes avec des pics près de 360 nm ou plus bas, de 520, de 620 et de 700 nm. Les positions de deux de ces bandes sont en accord avec les résultats de la décomposition par fonction gaussienne du spectre d'absorption induite [59].

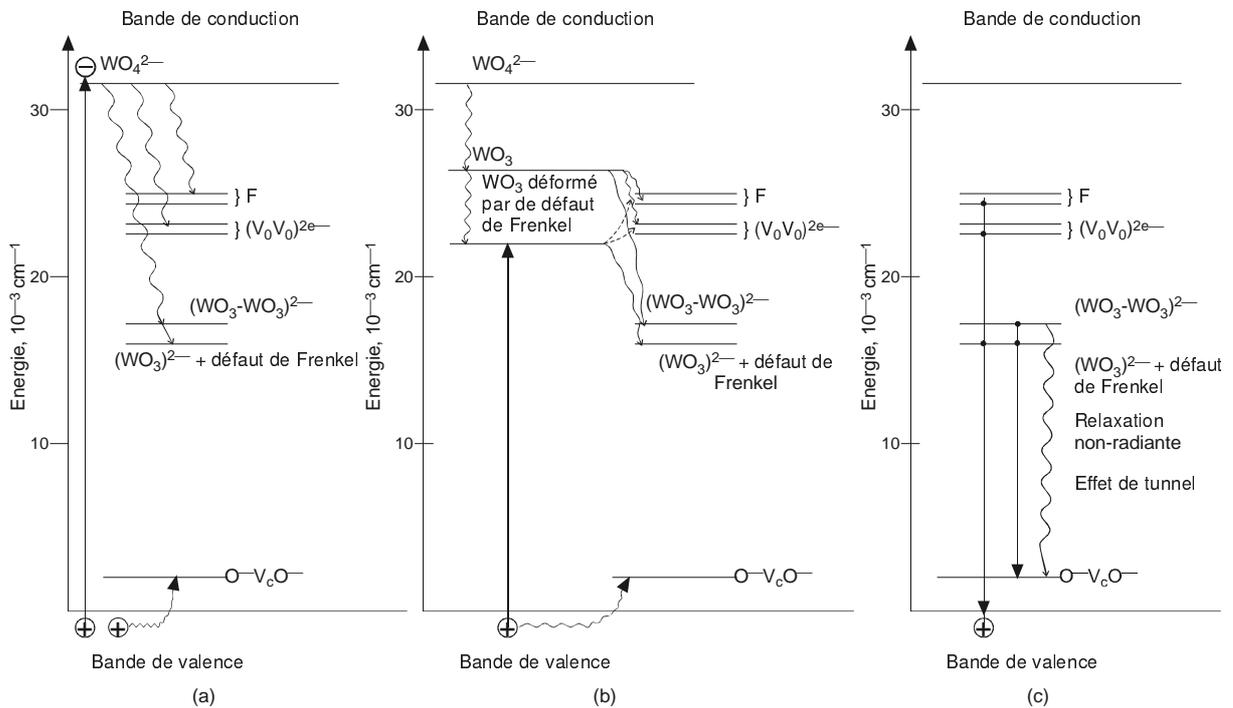
Après la description des défauts nous avons supposé que le centre  $O^-V_cO^-$  est responsable de la bande d'absorption de 620 nm induite par irradiation, et que le centre  $O^-V_{c^*}O^-$  cause la bande de 520 nm. Comme on l'a déjà noté, le PWO est une solution solide des deux phases décrites plus haute et les deux types de lacunes de cation sont présents dans les cristaux. Le dopage par l'ion Nb empêche le piégeage des centres de trou par les deux types de vacances, supprime les deux bandes de 620 et 520 nm et pour ces raisons provoque une lente diminution du spectre d'absorption induite dans les grandes longueurs d'onde. Le dopage par le La n'affecte pas la concentration des  $V_{c,c^*}$  mais favorise la recombinaison rapide des centres de di-trou près des lacunes de cation.

L'origine de la bande d'absorption induite avec une longueur d'onde courte est conforme à la description ci-dessus des défauts dans les cristaux de tungstate de plomb, si nous supposons que son apparition est provoquée par la capture de deux électrons par les lacunes de  $V_o$  dans le groupe de tungstène déformé par un défaut de Frenkel. Un tel centre dans le PWO a une structure de niveaux d'énergie semblable à celles d'autres groupes de tungstate et montre une absorption avec un maximum dans l'intervalle de 300-400 nm. Habituellement on peut détecter cette bande dans le spectre d'absorption induite. Sa forme dépend de la coupure d'absorption du cristal. Une telle explication est en accord avec la corrélation entre l'absorption initiale des cristaux dans la région de 375 nm et l'absorption induite par irradiation [71].

Un modèle d'apparition des centres d'électrons et de trous et de leur relaxation dans des cristaux de tungstate de plomb est schématiquement montré dans la Figure 2.10. L'irradiation ionisante crée des défauts différents basées sur les lacunes de  $V_o$  par la capture de zone de conduction ou par l'interaction avec des groupes régulier (a) ou non-régulier (b) de tungstène. Simultanément des centres de di-trou apparaissent en raison de la capture de trou par des lacunes de cation. Une telle situation métastable est résolue par la relaxation non-radiante rapide et lente et aussi par un effet tunnel lent (c).

La cinétique du processus compliqué d'annihilation des défauts est caractérisé par des temps intrinsèques qui varient dans la région de quelques minutes à quelques heures. Pour des cristaux non dopés deux processus sont normalement observés dans la relaxation de

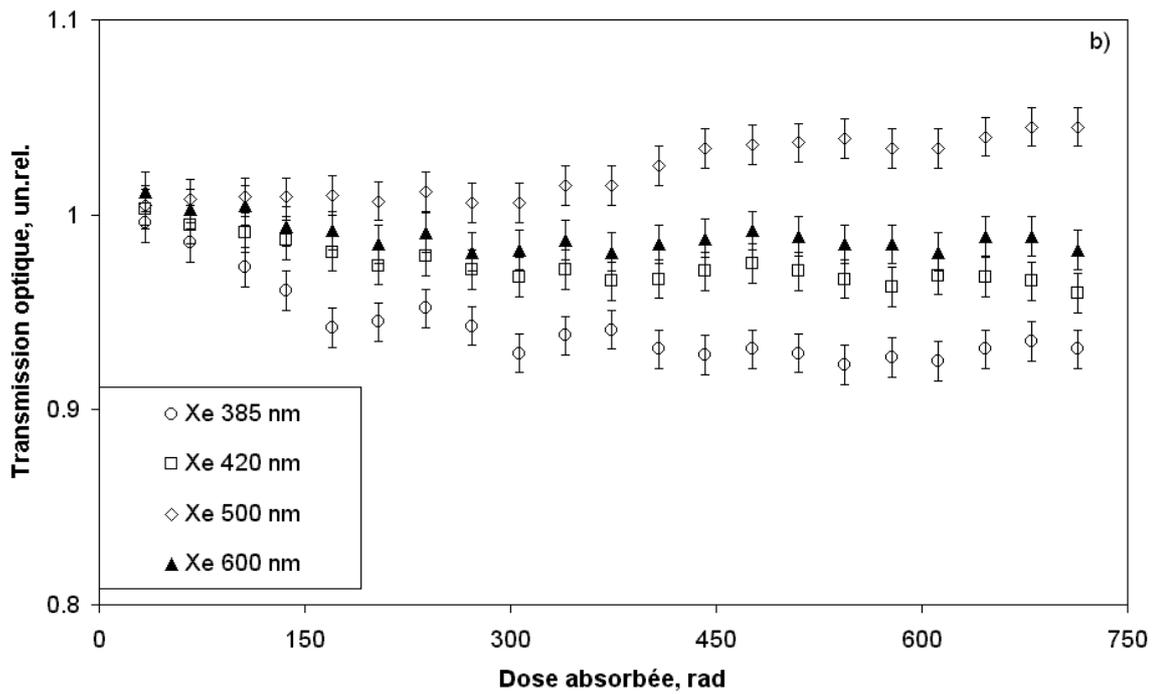
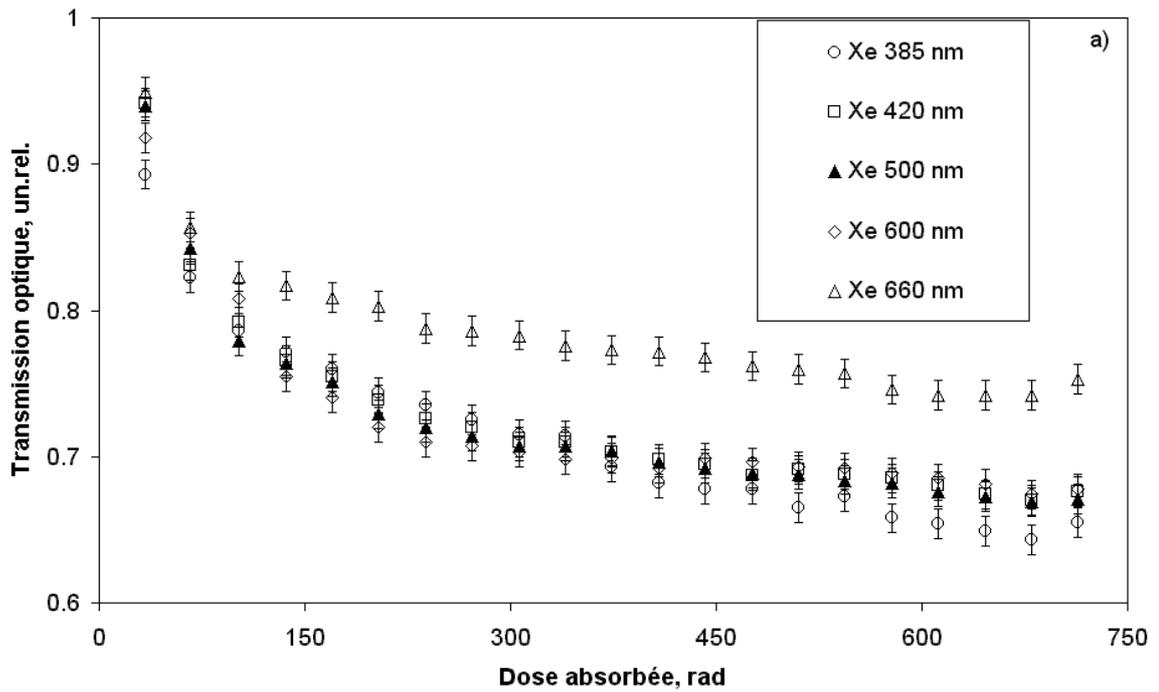
l'absorption induite : un processus rapide ( $\tau \sim 8$  min) et un processus lent ( $\tau \sim 40000$  min) [72].



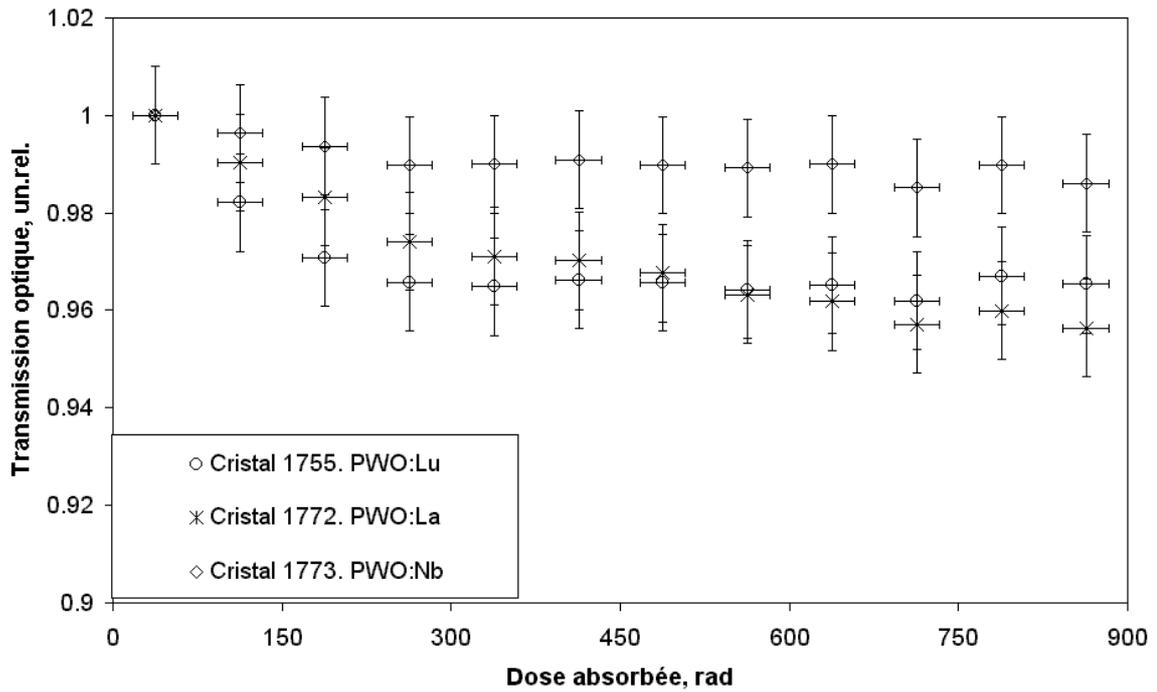
**Figure 2.10 : Schéma des processus de formation et de décomposition des différents défauts dans les cristaux de PWO.**

La Figure 2.11 (a) présente des résultats typiques de mesures de transmission optique obtenus sur le système, décrit dans le paragraphe 2.1.2, avec des cristaux produits dans les premières étapes de mise au point de la technologie de production des cristaux, en fonction de la puissance de dose. Pour comparaison, la Figure 2.11 (b) présente le résultat des études des cristaux produits dans les conditions optimales avec dopage. En comparaison avec les cristaux non-dopés la perte de transmission optique des cristaux produits dans les conditions optimales diminue de 5 à 7 fois pour la même dose absorbée.

La Figure 2.12 présente les résultats de la comparaison des cristaux produits dans les conditions optimales et dopées avec des activateurs différents. On peut voir néanmoins que le dopage par des ions de La et de Nb provoque la même amélioration de tenue aux radiations, bien que les cinétiques des processus de dommage et, par conséquent, des processus de relaxation, soient différentes. Les cristaux dopés avec du Nb montrent des dommages faibles parvenant rapidement à saturation, mais dans les cristaux dopés au La le dommage est lent sans signe de saturation jusqu'à un niveau de dose absorbée de quelques krad.

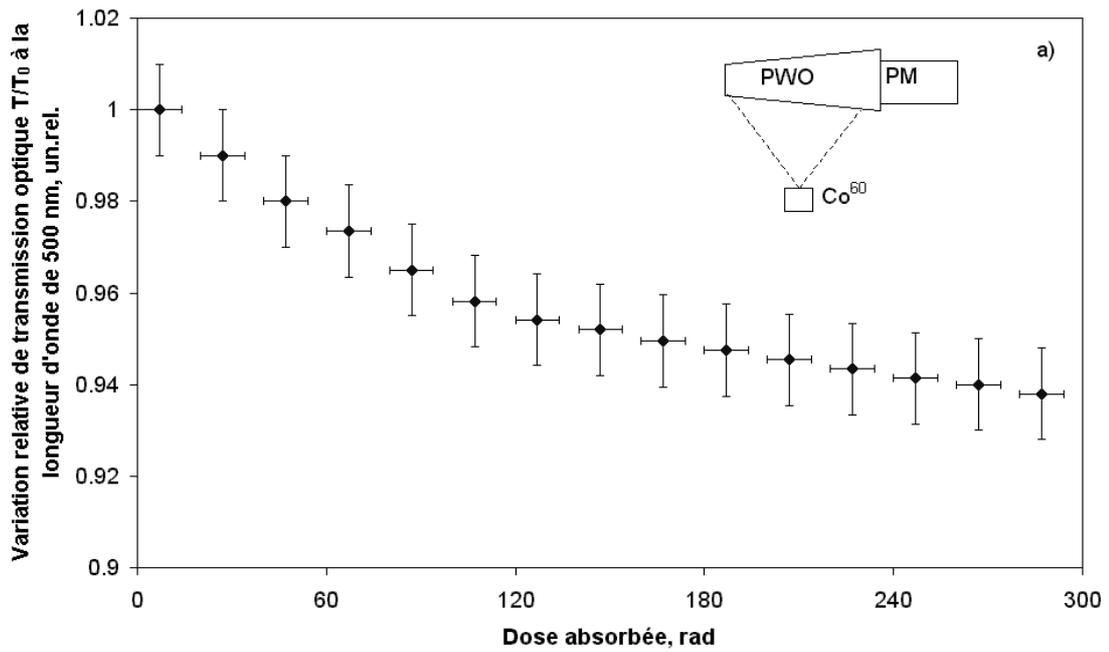


**Figure 2.11 : Variation de la transmission optique sous l'irradiation de gamma d'une source de  $^{60}\text{Co}$  des cristaux de PWO non-dopées (a), des cristaux de PWO produits dans les conditions optimales (b).**

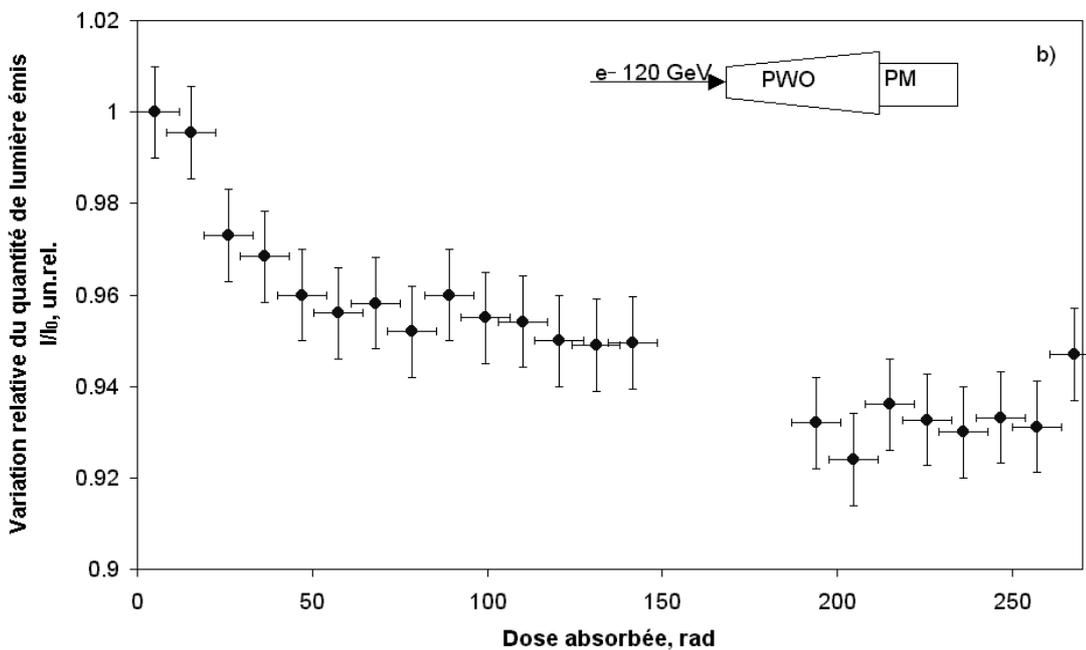


**Figure 2.12 : Comparaison du dommage optique à la longueur d'onde de 500 nm sous l'irradiation de gamma d'une source de  $^{60}\text{Co}$  dans les cristaux de PWO produit dans des conditions optimisées et dopés avec des activateurs différents.**

La Figure 2.13 (a, b) présente des résultats typiques obtenus avec le même cristal pendant son irradiation dans le dispositif COCASE (l'irradiation avec des photons d'énergie de 1.25 MeV perpendiculairement à l'axe du cristal) et dans le faisceau H4 au CERN (l'irradiation avec un faisceau d'électrons d'énergie de 120 GeV suivant une direction le long de l'axe de cristal) pendant les tests préliminaires des prototypes de CMS. On peut voir que la forme de dépendance de la position du pic des signaux d'électrons (qui est proportionnelle à la quantité de lumière émise) est en bonne correspondance avec la forme de la dépendance de transmission optique en fonction de la dose absorbée.



**Figure 2.13 (a) :** La mesure de transmission relative obtenue pour un cristal pendant l'irradiation dans le dispositif COCASE (l'irradiation avec des photons d'énergie de 1.25 MeV perpendiculairement à l'axe du cristal) avec un débit de dose de 15 rad/heure.

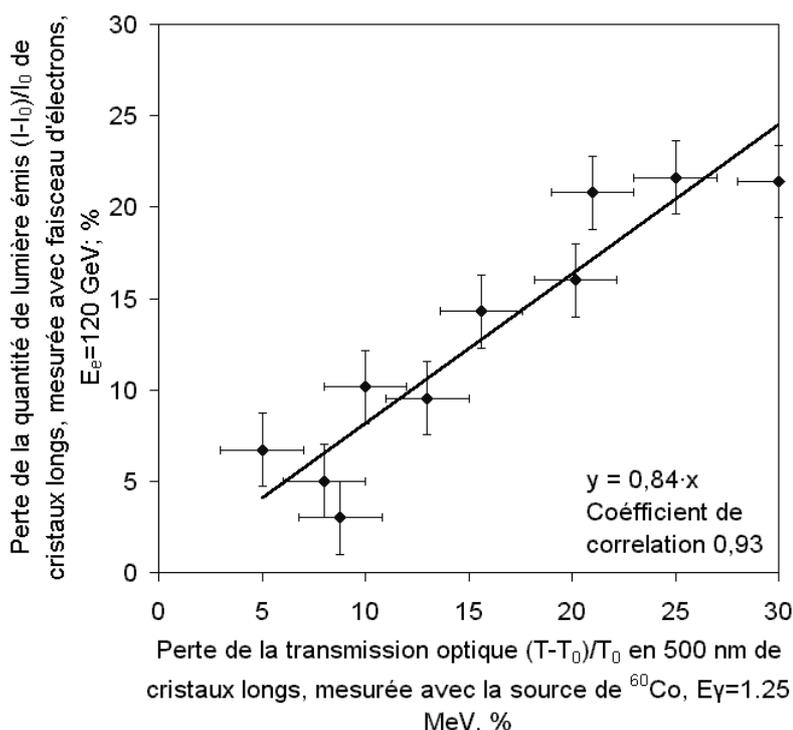


**Figure 2.13 (b) :** La mesure de la quantité de lumière émise relative obtenue pour un cristal pendant l'irradiation dans le système H4 au CERN (l'irradiation avec de faisceau d'électrons d'énergie de 120 GeV dirigé le long de l'axe du cristal) avec un débit de dose de 15 rad/heure.

Une corrélation entre la perte de la quantité de lumière émise détectée pendant l'irradiation avec un faisceau d'électrons d'énergie de 120 GeV et la perte de la transmission sous irradiation des gammas d'énergie de 1,25 MeV observée pour quelques cristaux est présentée sur la Figure 2.14.

En approximant la dépendance entre la dommage de la quantité de lumière émise détectée et la perte de transmission optique par un fonction linéaire on peut confirmer que la perte de transmission optique induite  $\Delta T = (T-T_0)/T_0$  à la longueur d'onde de 500 nm correspond à la perte de la quantité de lumière émise  $\Delta I = \beta \times \Delta T$ , où  $\beta = 0,81 \pm 0,01$ . La corrélation établie a été utilisée pendant l'optimisation des cristaux de PWO pour la tenue aux irradiations au cours du développement de la technologie de production.

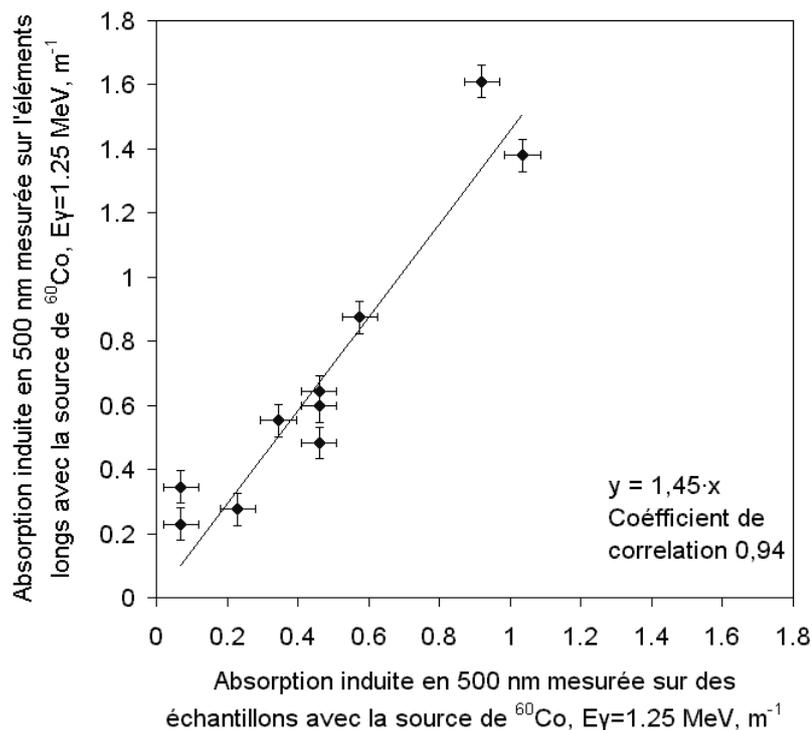
Notons aussi que l'utilisation de matière première purifiée des impuretés spécifiées, l'accord stœchiométrique et le dopage optimal fournissent une bonne uniformité de la tenue à l'irradiation le long du cristal.



**Figure 2.14 : La corrélation entre la dommage de la quantité de lumière émise détectée pendant l'irradiation par un faisceau d'électrons d'énergie de 120 GeV et le dommage de la transmission par des gammas d'énergie de 1,25 MeV observée pour quelques cristaux.**

La Figure 2.15 montre la corrélation entre l'absorption longitudinale induite à 500 nm sous radiation mesurée pour des éléments long (230 mm) et l'absorption induite (tracée le long de l'échelle d'abscisse) mesurée avec des échantillons extraits des parties hautes des cristaux.

Pendant la croissance des cristaux par la méthode de Czochralskii la partie supérieure des cristaux près du germe a une bonne perfection structurale et habituellement les plus basses concentrations de défauts. Dans les cristaux fortement résistants obtenus, la différence entre les dommages de transmission le long de tout le cristal et seulement dans sa partie supérieure est à l'intérieur de 30%. En approximant avec une fonction linéaire on voit que l'absorption induite par mètre mesurée avec des échantillons extraits des parties hautes des cristaux  $\Delta k_{\text{top}}$  correspond à l'absorption induite mesurée pour les éléments long (230 mm) le long de leur axe  $\Delta k_{\text{full}} = \eta \times \Delta k_{\text{top}}$ , où  $\eta = 1,45 \pm 0,01$



**Figure 2.15 : La corrélation entre l'absorption induite longitudinale à 500 nm mesurée pour des éléments de longueur 230 mm (source  $^{60}\text{Co}$ , la dose accumulée 30 krad) et l'absorption induite mesurée avec des échantillons extraits à partir des parties hautes des mêmes cristaux (source  $^{60}\text{Co}$ , la dose accumulée 100 krad),  $T = 300\text{K}$ .**

L'uniformité de dommage de la transmission optique obtenue montre qu'on peut utiliser ces cristaux pour la construction d'un calorimètre électromagnétique de bonne homogénéité.

## 2.4 La cinétique de scintillation, les composantes lentes et la postluminescence dans la scintillation du monocristal de tungstate de plomb

Une grande rapidité est un des avantages principaux des cristaux de tungstate de plomb. Dans certaines applications le scintillateur de PWO a permis d'atteindre une résolution en temps meilleure que 130 picosecondes, qui est suffisante pour beaucoup d'expériences actuelles [73].

Pour les évaluations des performances de l'expérience CMS une cinétique de scintillation moyenne des cristaux de PWO de 10 ns été utilisé. Le temps de formation des préamplificateurs dans le canal d'enregistrement de l'ECAL de CMS a été choisi de 40 ns. Ceci permet d'atteindre un compromis raisonnable entre les conditions de minimisation de l'empilement d'une part et la maximisation de la collection de lumière de scintillation et la réduction d'équivalent énergétique du bruit électronique d'autre part [13].

La particularité du scintillateur de PWO est sa sensibilité aux conditions de croissance. Elle est déterminée par le mécanisme non trivial de scintillation provoqué par la combinaison de centres réguliers et non-réguliers [74]. Les contributions relatives de centres de genres différents à la quantité de lumière émise varie avec les changements de la technologie de croissance et est très sensible à la pureté des matières premières [55,61, 75]. Un autre aspect est la particularité structurale du cristal. Comme nous l'avons déjà noté dans le système PbO-WO<sub>3</sub> en plus de la structure de scheelite pure il y a aussi une composition stable proche de la structure cristalline en structure de scheelite. La concurrence de ces deux phases pendant le processus de croissance du cristal crée différents types de défauts dans le cristal final. Ainsi, il est très important d'étudier la dépendance de la cinétique de scintillation avec les conditions de croissance du cristal pour supprimer les composantes lentes et la postluminescence.

La cinétique de scintillation des cristaux de PWO peut être décrite comme la somme de trois composantes exponentielles [56,72,75] :

$$F(t) = \sum_{i=1}^3 A_i \exp(-t / \tau_i) \quad (2.2)$$

Où  $A_i$  et  $\tau_i$  sont par conséquent l'amplitude et la constante de temps d'émission de la composante numéro  $i$ .

Une composante rapide est caractérisée par une durée d'émission typique  $\tau_1 = 2 - 5$  ns. Elle est causée par la région verte et bleue de la luminescence [75] et rend compte habituellement de la moitié ou plus de la lumière de scintillation.

Les composantes moyennes avec les  $\tau_2 = 10 - 20$  et  $60 - 100$  ns, qui contribuent pour au moins 50% aux scintillations sont principalement reliés aux centres de radiation verte.

Enfin, des composantes lentes avec des  $\tau_3 = 100 - 1000$  ns apparaissent à cause de raisons diverses discutées ci-dessous. Parfois leur contribution peut atteindre jusqu'à quelques dizaines de pour cent.

Une postluminescence avec des composantes dans la région des micro- et milli-secondes existe également dans les scintillations du PWO. Son niveau dépend fortement des particularités technologiques et se caractérise bien par un paramètre  $\alpha$  introduit dans [76] :

$$\alpha = 100\% \times (I_{PS}/I_{Total}) , \quad (2.3)$$

Où  $I_{PS}$  est l'amplitude de signal de composante de postluminescence et  $I_{Total}$  est l'amplitude total de signal du scintillation.

Comme on l'a déjà noté les centres réguliers  $WO_4^{2-}$  émettent dans la région bleue ( $\lambda_{max} = 420$  nm), et les centres à base de  $WO_3$  sont responsables de l'apparence de bandes de luminescence verte. La contribution de la luminescence rouge à la bande de luminescence totale est petite et on peut ne pas la compter [65]. Sous radiations ionisantes les scintillations apparaissent comme une superposition de deux centres d'émission au moins, qui provoquent l'apparition d'une bande de luminescence large avec un maximum dans la région de 420 à 500 nm. En plus des groupes réguliers et non-réguliers, les centres d'impuretés qui ont des transitions radiatives dans les régions du spectre visible peuvent aussi faire une contribution à la scintillation, mais avec leur temps spécifiques de luminescence.

Considérons les sources possibles de composantes lentes et de postluminescence apparaissant dans les scintillations de PWO [75] :

Les bandes de luminescence intrinsèques du PWO sont fortement éteintes par l'interaction multiphonons. Leur brillance augmente de plus qu'un ordre de grandeur et leurs durées d'émission  $\tau$  viennent dans la région des micro-secondes avec la diminution de température [54]. La cinétique de scintillation aussi dépend de la température [56]. D'autre part, les décalages de Stokes des bandes de luminescence détectées dans le PWO sont supérieures à  $1 \times 10^3$   $cm^{-1}$  et montrent une extinction forte des bandes de luminescence à la température ambiante. En raison de l'extinction, la cinétique de luminescence se déplace dans la région des nanosecondes. Néanmoins, on doit tenir compte de la présence de composantes lentes restantes parce que le mécanisme de l'extinction est aléatoire. Cependant, nos mesures de la cinétique des bandes de luminescence verte et bleue par photoexcitation sur une échelle de 1000 ns ont prouvé que l'amplitude relative des composantes avec  $\tau$  dans l'intervalle depuis la centaine de nanosecondes jusqu'aux micro-secondes est plus petite que  $5 \times 10^{-4}$ . Cependant,

même si l'amplitude des composantes lentes est plutôt petite, le nombre de photons émis par elles dans la cinétique de luminescence peut néanmoins atteindre jusqu'à quelques pour-cent de toute la lumière de luminescence. Cette quantité de la contribution de la composante lente est a priori un niveau minimal de la présence de la composante lente dans les scintillations.

Le cristal de tungstate de plomb (PWO,  $\text{PbWO}_4$ ) est un membre de la grande famille des tungstates qui contient un ensemble de scintillateurs lents tels que  $\text{CdWO}_4$  et  $\text{ZnWO}_4$  aussi bien que des crystallophosphores. Ils ont des bandes de luminescence situées dans la région bleu - verte avec des durées d'émission typique de la cinétique de la luminescence dans la région de quelques microsecondes. On connaît également une classe de composés de molybdate qui sont isomorphes aux cristaux de tungstate. Certains d'entre eux comme  $\text{PbMoO}_4$  ont une luminescence verte sous la photoexcitation mais ne scintillent pas [75]. Il est donc évident que les ions bivalents comme les Cd, Zn, Mg, Ca or  $\text{Mo}^{6+}$  qui créent des matrices du type de la scheelite ou de la wolframite peuvent influencer les propriétés de scintillation des cristaux de PWO par leur incorporation isomorphe dans sa matrice. Ils peuvent supprimer des centres de radiation existants ou en créer de nouveaux avec des scintillations lentes, ou ils fournissent de la postluminescence.

Il faut noter particulièrement le rôle des impuretés de molybdène.

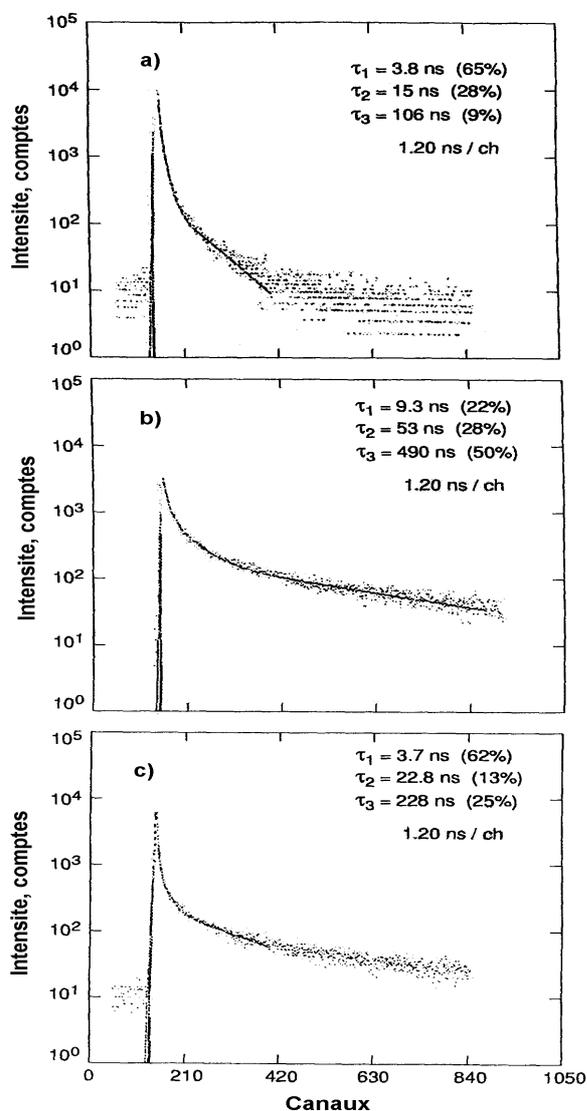
En premier, parce que le molybdène est isovalent au tungstène et forme du monocristal de  $\text{PbMoO}_4$  (PMO) avec une structure identique au  $\text{PbWO}_4$  mais sans propriétés scintillantes satisfaisantes.

En deuxième, l'ion de molybdène est très proche de l'ion de tungstène par les propriétés chimiques, ce qui fait la grande difficulté de séparation dans l'étape de production de matière première.

Enfin, l'impureté de molybdène crée des défauts déterminés qui ont une influence sur la quantité de lumière émise par le scintillateur [32].

La Figure 2.16 (a, b) illustre la cinétique typique de scintillation des cristaux de PWO produit pendant la première cristallisation des matières premières purifiées (a) et dopés avec du Mo (b) (2,5 pour cent en poids dans la fonte). La quantité de lumière émise par le cristal dopé est trois fois moindre que celle des cristaux non-dopées et la cinétique de scintillation affiche une contribution de composante lente et de postluminescence significative. L'échantillon montre une absence ou une suppression de la composante rapide régulière dans la cinétique de scintillation. Une composante lente et une postluminescence sont également clairement identifiées dans la cinétique de scintillation des cristaux qui contiennent une quantité de Mo de 70 ppm, comme on peut le voir dans la Figure 2.16 (c) [75]. Alors, on peut affirmer que même la concentration de traces d'ions de Mo au niveau de quelques dizaines de

ppm engendre une composante lente dans la scintillation des cristaux de PWO. Ainsi, le nettoyage de la matière première du molybdène jusqu'à un niveau de quelques ppm est un impératif important de la technologie de production des cristaux de tungstate de plomb.

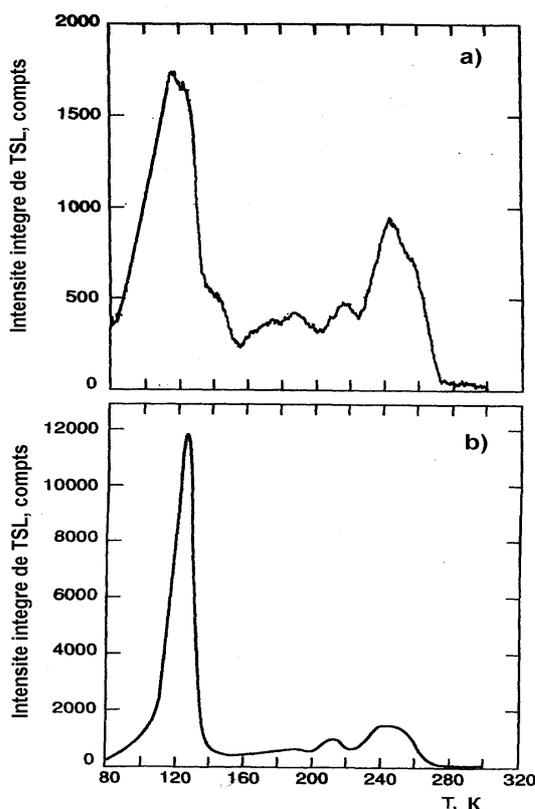


**Figure 2.16 : La cinétique de scintillation des cristaux de PWO fabriqués à partir de matière première épurée (a), de matière première dopée de Mo (2,5% en poids) (b), et contenant du Mo avec une concentration de 90 ppm (c). T=300 K.**

Les études de spectres de luminescence thermo-stimulé (TSL) est une méthode très efficace et informative pour étudier les composantes lentes et la postluminescence dans les scintillations.

On a trouvé que les spectres de TSL dépendent également de la pureté des matières premières et du nombre de cristallisations. On observe une augmentation de l'intensité totale du spectre de TSL avec le numero de la cristallisation due principalement à l'augmentation de l'intensité du pic à la température de 120 K. Cependant, le spectre a pratiquement les mêmes

forme et intensité dans la région de 200 à 280 K. Des données de TSL sont présentées dans Figure 2.17.



**Figure 2.17 : Spectres de TSL intégré du cristal de  $\text{PbWO}_4$  obtenu à la première (a) et à la dernière cristallisation (b).**

Aucune corrélation claire n'a été trouvée entre l'apparition des composantes lentes dans les cristaux de  $\text{PbWO}_4$  et les changements des spectres de TSL dans la région de 80 à 300 K. Pourtant les tendances suivantes ont été mise en évidence.

Les défauts qui produisent des bandes de luminescence thermostimulées dans la région de la température de 80 - 300 K ne sont pas reliés avec des centres provoquant les composantes lentes dans les scintillations. Mais ces défauts sont corrélés avec l'apparition de postluminescence et de phosphorescence qui accompagnent les scintillations.

L'intensité totale des spectres de TSL augmente avec l'augmentation du nombre de recristallisations. Les changements principaux sont reliés à la croissance intense du pic à 120 K.

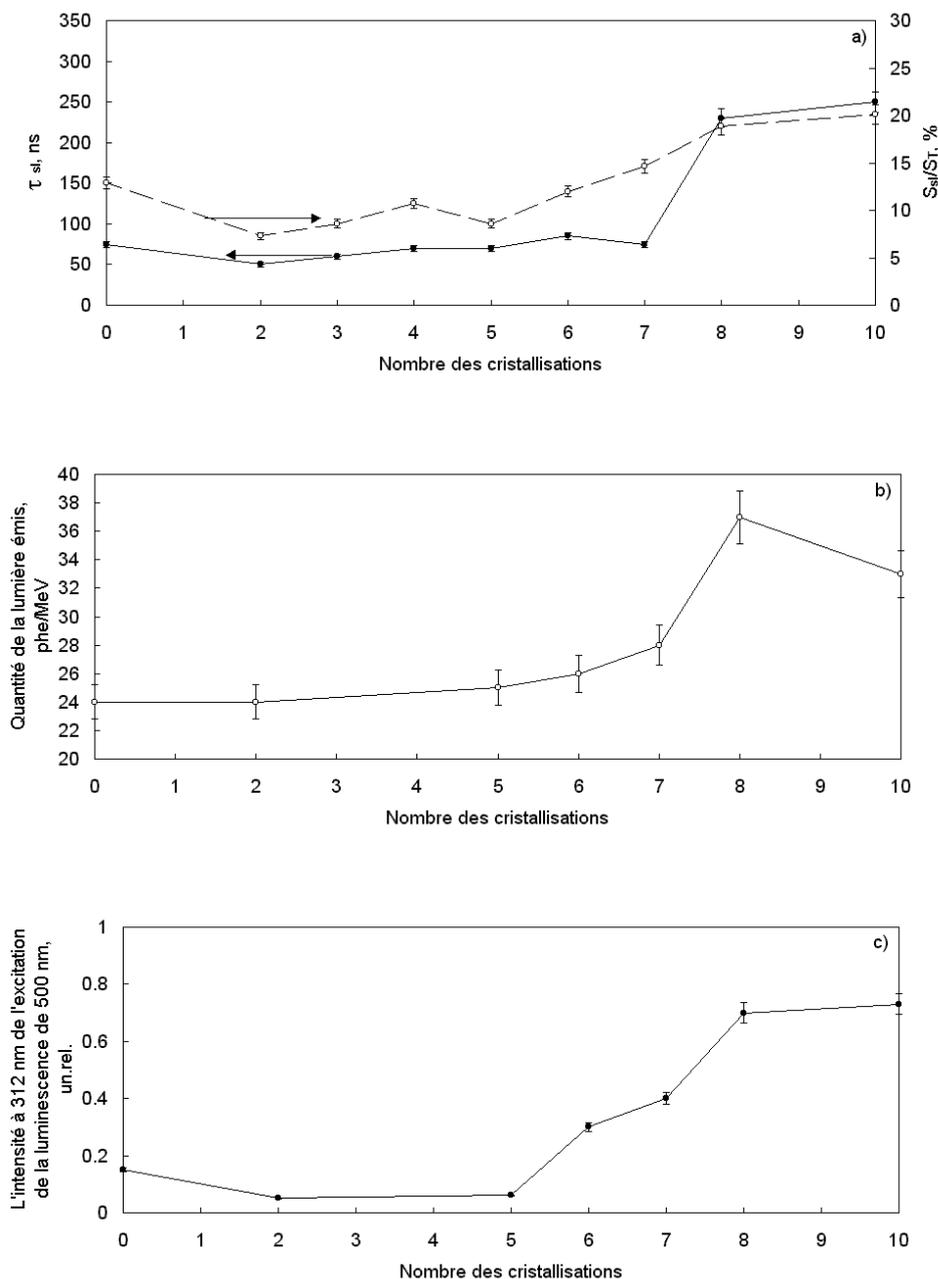
Le dopage supplémentaire avec des ions qui font un changement isomorphe avec les ions de Pb ou de W provoque des changements considérables des spectres de TSL. Les intensités des bandes existantes sont redistribuées mais l'intensité totale reste au même niveau que celle des cristaux non dopés.

Examinons l'influence de l'impureté de Mo sur la cinétique de scintillation et la postluminescence en  $\text{PbWO}_4$ . L'impureté de Mo crée dans les cristaux de  $\text{PbWO}_4$  des centres forts de capture d'électrons  $\text{MoO}_4^{2-} + e \rightarrow \text{MoO}_4^{3-}$ . Les centres d'impuretés  $\text{MoO}_4^{2-}$  en faible concentration dans des cristaux de  $\text{PbWO}_4$  en cas de photoexcitation montrent de la luminescence verte qui se décompose rapidement [61]. Pourtant, après capture d'électron de la bande de conduction du cristal ils forment des centres d'électron qui se décomposent lentement sous irradiation avec la même luminescence verte. À petite concentration ces centres forment un groupe de pics intenses dans le spectre de TSL dans la région de 200 à 300 K [61]. Comme on peut le voir dans la Figure 2.17 ces pics groupés dans la région de 220 à 280 K apparaissent dans les cristaux qui ont une trace de concentration de Mo. Il est à noter que l'intensité de ces pics dans le spectre de TSL des cristaux ne dépend pas beaucoup du numéro de cristallisation. D'ailleurs à petit taux du contenu de Mo dans la fonte, le coefficient de distribution dans le cristal est près de 1, ainsi la concentration de défauts de  $\text{MoO}_4^{3-}$  sera du même ordre dans des cristaux de cristallisations différentes obtenus à partir de la même matière initiale avec le dopant parasite de Mo. Avec l'augmentation de concentration de Mo l'intensité des pics tombe mais un nouveau pic apparaît près de 160 K. D'autre part, le complexe de  $\text{MoO}_4^{2-}$  a une structure énergétique proche de celle de l'oxycomplexe de tungstène, mais il a une énergie plus basse de l'état  $2e$  que le  $\text{WO}_4^{2-}$ . Les deux types de centres d'émission existent dans le  $\text{PbWO}_4$ , mais principalement ceux qui émettent de la luminescence bleue sont éteints par les groupes de  $\text{MoO}_4^{2-}$ .

Ainsi, l'influence de l'impureté de Mo sur la cinétique des scintillations a un caractère double. À petite concentration elle produit de la postluminescence dans la région de la milliseconde. Avec l'augmentation de la concentration de Mo, la postluminescence causée par le Mo change vers les régions de la microseconde, c'est-à-dire vers les régions de composantes lentes, et l'extinction des scintillations devient significative. En raison de l'extinction préférentielle de la luminescence des groupes réguliers, la fraction des composantes rapides dans les cristaux dopé par le Mo est réduite comme on peut l'observer dans la Figure 2.16 (b, c). L'augmentation du contenu de Mo mène à la pleine suppression de la scintillation [75].

Par des études spectroscopiques nous avons trouvé que l'augmentation de l'intensité relative de la bande d'excitation à  $\lambda = 312$  nm dans le spectre d'excitation de la luminescence verte, est corrélée avec l'augmentation de la contribution des composantes lentes dans les scintillations (voir de la Figure 2.18 a-c). Alors on peut conclure que ces types de centres, qui

apparaissent avec la fuite du plomb de la fonte pendant la croissance du cristal, sensibilisent la luminescence verte par l'interaction multipolaire de Coulomb ou par effet tunnel. De toute façon, nous avons enregistré de tels phénomènes dans des cristaux obtenus avec différentes matières premières, ainsi nous avons conclu qu'elle n'est pas provoquée par l'accumulation des différents types d'ions dont nous avons parlé plus haut.



**Figure 2.18 (a-c) : La dépendance (a) de la constante de la composante lente de scintillation  $\tau_{sl}$  (à gauche) et de la contribution  $S_{sl}/S_T$  de la composante lente  $S_{sl}$  à la scintillation  $S_T$  (à droite) ; (b) de la quantité de lumière émise ; (c) de la variation relative de l'intensité de la bande d'excitation de 312 nm pour de la luminescence verte en fonction du nombre des cristallisations.**

## 2.5 L'influence des paramètres de la cinétique de scintillation du cristal de PWO sur leur application pour les détecteurs rapides de radiations ionisante

Une des méthodes pour augmenter la quantité de lumière émise par les scintillateurs de PWO est la diminution de la température dans les unités de détection [13]. La température opérationnelle optimale pour le PWO est dans la région 273 - 283 K. Cependant, la cinétique de scintillation a une influence sur les performances des détecteurs à base de cristaux de PWO parce que la quantité de lumière émise par les composantes avec des durées d'émission différentes dépend de la température.

Considérons ce phénomène en prenant l'exemple de cristaux de tungstate de plomb de types différents que nous avons obtenus à différentes étapes du développement de la technologie de production des cristaux.

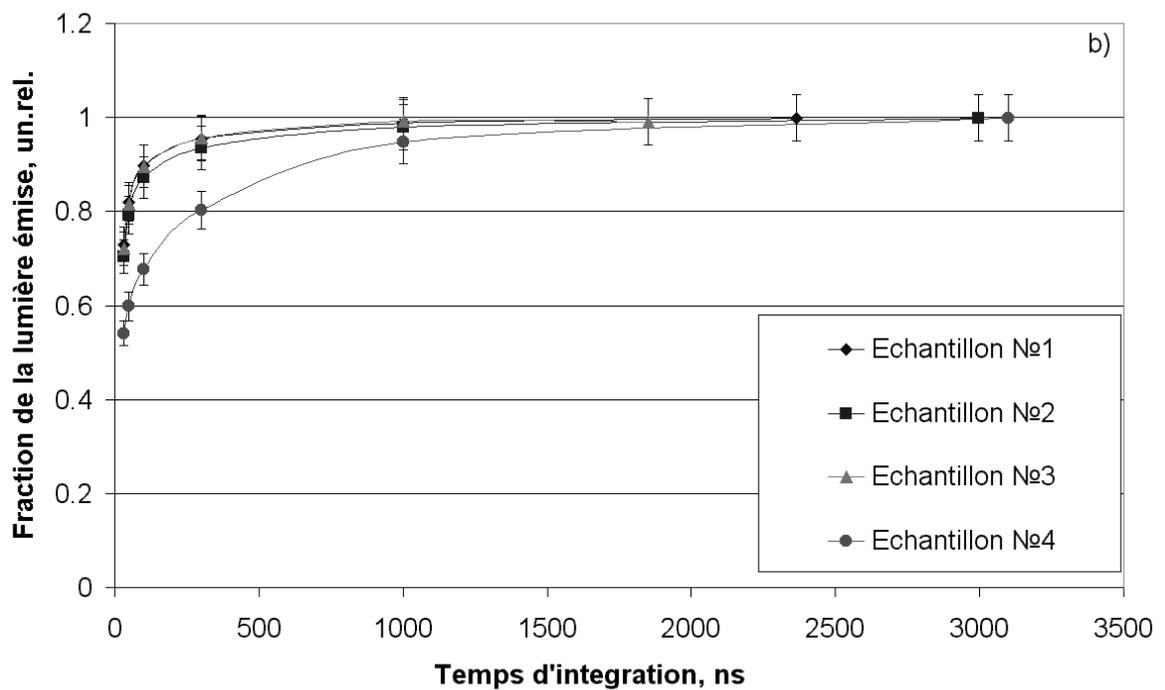
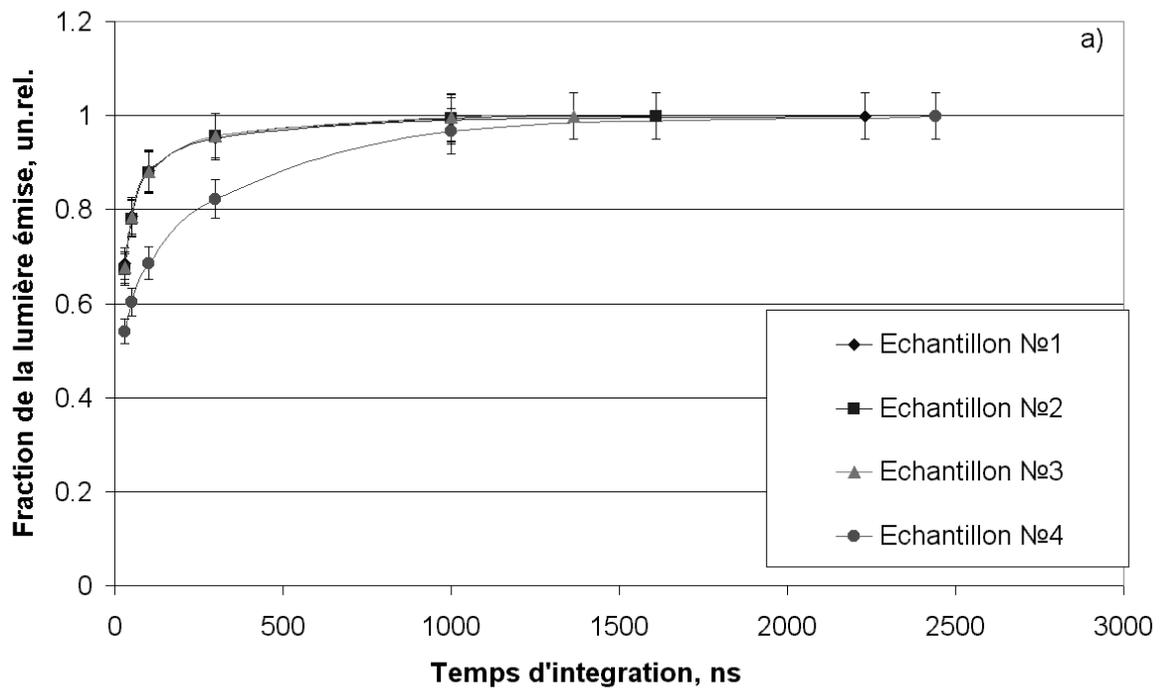
Selon leurs différentes luminescences ils sont divisés en quatre groupes: « rapide aqua-bleu » avec des traces de concentrations de molybdène (1), « rapide bleu » produits dans les conditions optimales avec un dopage (2), « rapide vert » avec une concentration augmentée des centres de  $WO_3$  (3), « vert lent » avec de l'impureté de Mo de plus que 100 ppm (4). Cette distribution couvre tous les types de cristaux étudiés.

Les échantillons suivants avec les paramètres cités dans le Tableau 2.5 ont été choisis pour la recherche sur la dépendance de la température de l'émission de lumière dans des portes de temps déterminées.

**Tableau 2.5 : Paramètres des cristaux étudiés**

Echan- tillon	$\lambda_{\max}$ de radio- luminescence, nm	Quantité de lumière émise à 291 K (PMT XP2262, porte 1000 ns), ph.e./MeV	Durée de l'émission pour 291 K et contribution dans la quantité de lumière émise total, ns (%)
1	450	40,6	6,4(61) 27,5(30) 139(9)
2	430	44,6	5,6(58) 24,8(31) 124(11)
3	500	42,6	5,57(58) 26(32) 141(10)
4	500	38,4	4,3(63) 42(15) 408(22)

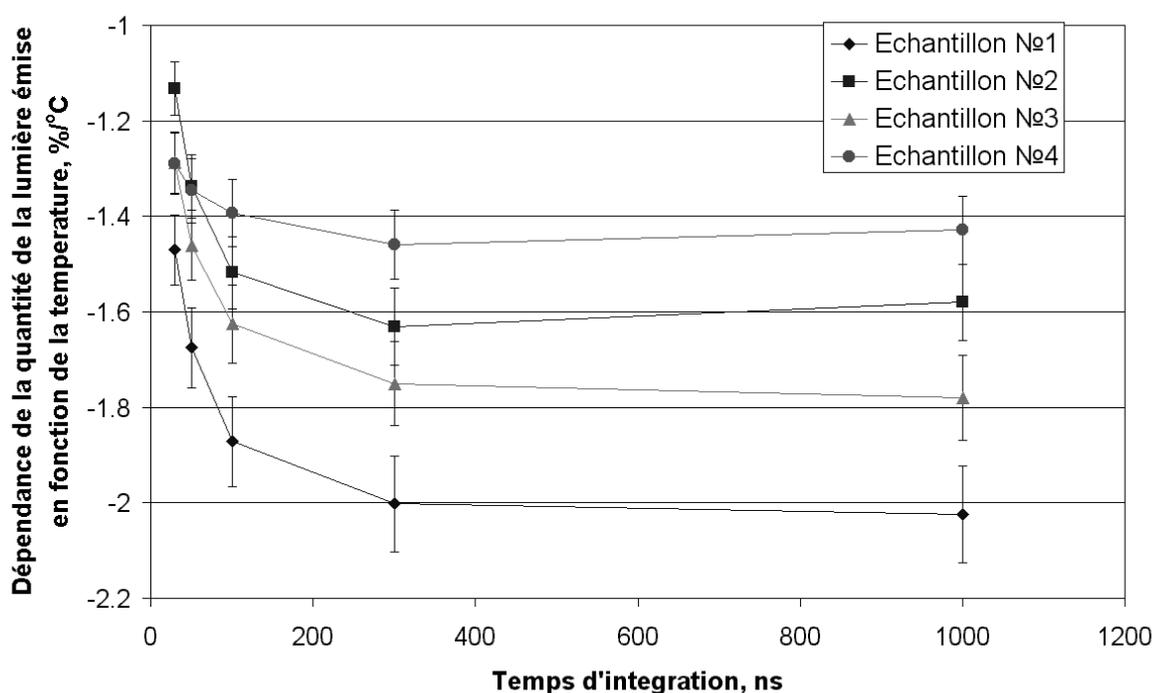
Les résultats de mesures pour des temps d'intégration spécifique (30, 50, 100, 300, 1000 ns), ainsi que les résultats de l'extrapolation au temps où 99,9% de la lumière accumulée est émise pour deux températures différentes sont présentées dans la Figure 2.19 (a,b).



**Figure 2.19 (a, b) : Les résultats des mesures pour les temps de l'intégration de 30, 50, 100, 300, 1000 ns, ainsi que les résultats de l'extrapolation au temps où 99,9% de lumière accumulée est émise. (a)  $T=280\text{ K}$ . (b)  $T=290\text{ K}$ .**

La dépendance de la quantité de lumière émise par les cristaux de PWO de ces types en fonction de la température a été étudiée. On trouve que dans les échantillons 1 - 3, qui sont « rapides », la quantité relative de lumière enregistrée dans les portes courtes (30, 50 et

100 ns) aux quantités enregistrées dans les portes de 1000 ns diminue, en accord avec [56] avec la diminution de la température, mais que la quantité absolue de lumière dans les mêmes portes et la quantité totale de lumière est augmentée. La dépendance de la quantité de lumière émise avec la température est  $-1.8 \pm 0.2 \text{ \%}/\text{C}$  [77]. Pour l'échantillon 4 la quantité relative de lumière n'est pas changée, bien que la quantité absolue de lumière émise soit augmentée. Cet échantillon montre également une plus petite dépendance de la quantité de lumière de la température ce qui est  $-1.5 \pm 0.2 \text{ \%}/\text{C}$ . Les résultats des études sont présentés dans la Figure 2.20.



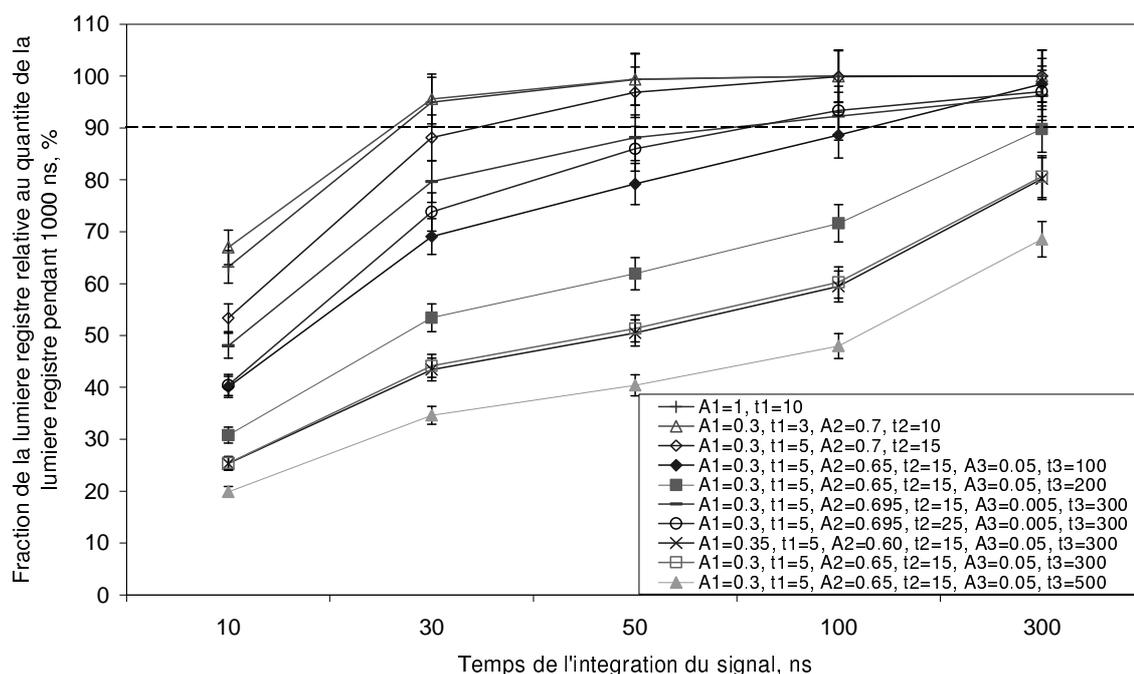
**Figure 2.20 : La dépendance de la quantité de lumière émise de différents types cristaux de PWO en fonction de la température.**

La raison de ces particularités des cristaux avec un contenu de Mo au niveau de 100 ppm provient de l'effet double de la diminution de température sur la luminescence verte : d'une part, et de la quantité totale de lumière émise qui augmente d'autre part, pourtant la probabilité de l'émission de la luminescence verte diminue. Les résultats présentés indiquent que ces cristaux doivent être séparés des cristaux avec scintillations rapides à la certification et à la livraison.

Nous avons aussi étudié l'influence des paramètres des différentes composantes sur la cinétique de scintillations. Pour l'utilisation des cristaux dans le calorimètre électromagnétique le critère suivant de validité pour la cinétique a été établi : le rapport entre

la quantité de lumière émise mesurée dans le temps d'intégration des signaux de 100 et de 1000 ns ( $I_{100}$  et  $I_{1000}$  par conséquent) doit dépasser 90% (voir le paragraphe 4.2.1).

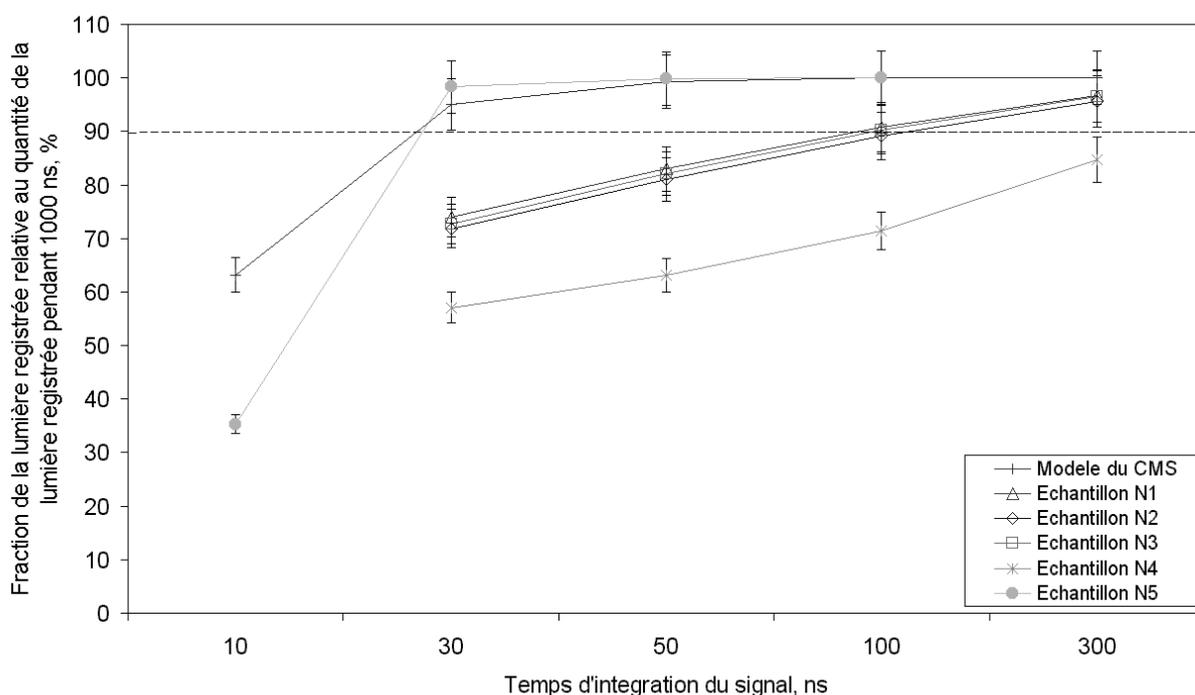
Comme il a été dit dans le paragraphe 2.4 la cinétique de scintillation est caractérisée par trois composantes. Sur la base de ce modèle mathématique nous avons fait des évaluations de l'influence des paramètres des différentes composantes de la cinétique de scintillations en accord avec les demandes de spécification de CMS (voir formule 2.2 au paragraphe 2.4). Les résultats des calculs des différentes valeurs de constantes de temps d'émission  $t_i$  (ns) et amplitudes  $A_i$ , ou  $i = 1, 2, 3$  sont présentés dans la Figure 2.21.



**Figure 2.21 : La dépendance du rapport de la quantité de lumière enregistrée par le photodétecteur pendant des temps d'intégration différents à la quantité de lumière enregistrée par le photodétecteur pendant des temps d'intégration de 1000 ns des paramètres de cinétique des scintillations des cristaux de tungstate de plomb.**

On peut voir que le critère de  $I_{100}/I_{1000} > 90\%$  est en bon accord avec les paramètres  $A_1=1, \tau_1=10$  ns du modèle qui a été utilisé pendant le développement du projet du CMS (voir paragraphe 2.4). On peut voir également dans l'encadre de la Figure 2.21 que la contribution de la 3<sup>ème</sup> composante, la plus lente, a un effet déterminant sur la satisfaction de ce critère. Nous avons utilisé ce fait dans le développement du spectromètre de « démarrage-arrêt » du système ACCOS (Voir chapitre 4 et [78]). On peut aussi conclure des résultats présentés que pour obtenir le niveau demandé de paramètre de cinétique de scintillations il faut fournir une contribution de la composante lente de scintillation (pour  $\tau_3 = 300$  ns) inférieure à 0.5%.

Dans la Figure 2.22 on présente les résultats expérimentaux des études du rapport de la quantité de lumière émise enregistrée par le photodétecteur pendant un temps d'intégration différents à la quantité de lumière émise enregistrée par le photodétecteur pendant un temps d'intégration de 1000 ns, pour des cristaux produits dans des différentes étapes de développement de la technologie de production (les échantillons n°1-4) et des cristaux produits par la technologie de production optimisée pour le double dopage (l'échantillon n°5). Pour comparaison on a présenté également le résultat des calculs du modèle de cinétique des scintillations utilisé au cours du développement du projet CMS (voir paragraphe 2.4).



**Figure 2.22 : Le rapport de la quantité de lumière émise qui est enregistrée par le photodétecteur pendant des temps d'intégration différents, à la quantité de lumière émise enregistrée par le photodétecteur pendant des temps d'intégration de 1000 ns, pour des cristaux produits dans des étapes différentes du développement de la technologie de production (les échantillons n° 1-4) et des cristaux produits avec la technologie de production optimisée (l'échantillons n°5).**

Les résultats que nous avons obtenu jusqu'à là avec les études présentées et les corrections appliquées aux paramètres de cinétique de scintillation des cristaux du tungstène du plomb, ont permis d'atteindre le niveau de qualité requis par l'expérience CMS.

# CHAPITRE 3

## ÉTUDE DE L'OPTIMISATION DE LA COLLECTION DE LA LUMIÈRE DE SCINTILLATION DANS LES MONOCRISTAUX DE TUNGSTATE DE PLOMB

### 3.1 Particularités de la collection de lumière dans des cristaux avec une petite intensité de scintillation

La petite quantité de lumière émise des monocristaux de PWO est peut-être leur seul défaut, bien que la grande quantité de lumière émise n'est pas principalement nécessaire pour une détection des particules avec des énergies de l'ordre du GeV. D'autre part, dans le cadre des études pour l'optimisation des paramètres du cristal, nous avons eu besoin de déterminer, jusqu'à quel niveau il faut améliorer les propriétés de la matière du tungstate de plomb. Puisque la possibilité d'amélioration de la quantité de lumière émise est en principe limitée par le mécanisme de scintillation, les efforts pour l'amélioration de la quantité de lumière émise pour quelques dizaines pour-cent peuvent être irraisonnablement cher, en premier lieu pour des raisons technologiques. Nous avons trouvé, que la quantité de lumière émise par des cristaux longs (230 mm) d'au moins 10 photoélectrons/MeV (PM XP2262) est suffisante pour fabriquer un calorimètre avec les paramètres satisfaisant aux demandes du projet CMS, en tenant compte d'une réduction admissible de la quantité de lumière émise égale à 18% sous l'effet des radiations.

Le problème d'optimisation de la collection de lumière dans les cristaux de PWO est un des plus importants à résoudre pour la construction des systèmes de détection en physique des hautes énergies. C'est pourquoi dans la construction de nouveaux systèmes expérimentaux à base de cristaux scintillants comme le PWO, on doit spécialement étudier l'optimisation de la collection de lumière et la suppression de la non-uniformité de collection de la quantité de lumière émise [79-85]. Ce problème est rendu encore plus difficile dans l'expérience CMS car il faut utiliser des cristaux scintillants biréfringents avec un grand indice de réfraction (2,3), une faible quantité de lumière émise (~10–14 photoélectrons/MeV) des longueurs d'au moins 230 mm avec une section d'environ 20×20 mm<sup>2</sup>. De plus, les photodétecteurs avec une petite surface sensible qui fait moins de 20% (2×25 mm<sup>2</sup>) de la surface de sortie du cristal vont être utilisés pour la détection du signal.

Ces conditions ne sont pas optimales du point de vue de la collection de lumière. Comme le résultat, l'absorption intrinsèque du cristal dans la bande spectrale de scintillation,

le type et la qualité du traitement des faces du cristal et les propriétés du matériau réfléchissant d'emballage du cristal sont des facteurs dominants qui déterminent la condition de la collection de lumière. Tous ces facteurs déterminent la quantité de lumière totale qui est enregistrée par les photodétecteurs aussi bien que l'apparition de non-uniformité de la quantité de lumière détectée suivant la position longitudinale des photons émis dans le cristal.

L'étude pour l'amélioration de la collection de lumière a une importance particulière pour les applications des cristaux de tungstate de plomb dans la région des énergies plus basses que le GeV [86].

Dans ce chapitre nous exposons les résultats des études d'optimisation du système cristal de PWO – photodétecteur que nous avons réalisées.

## **3.2 Les méthodes et moyens utilisés pendant les études**

### *3.2.1 Les méthodes expérimentales*

Au cours des études effectuées nous avons analysé l'influence des différents emballages comme le Tyvek<sup>®</sup>, le Mylar<sup>®</sup>, le Millipore<sup>®</sup>, le Teflon<sup>®</sup> sur la collection de lumière et la non-uniformité de la collection de lumière de scintillation des cristaux de PWO de formes différentes (des formes rectangulaires, des formes de pyramides tronquées, des formes de deux pyramides tronquées). Nous avons étudié aussi la dépendance de la collection de lumière de scintillation en fonction de la surface de contact optique entre le cristal et le photodétecteur pour des dimensions de fenêtres de sortie de 10×10 à 24×24 mm<sup>2</sup>. La collection de lumière s'améliore dans le cas où la partie de la face de sortie du cristal en dehors de la zone active du photodétecteur est recouverte d'un réflecteur diffusant. Les résultats obtenus nous ont permis de conclure que l'utilisation des réflecteurs diffusants est préférable aux miroirs [38,81].

Le système d'acquisition des données expérimentales pour les mesures de la quantité de lumière émise et de la non-uniformité de la quantité de lumière émise par une méthode d'analyse d'amplitudes a été décrite dans le paragraphe 2.1.2.

Deux types d'analyse de données ont été utilisés. Dans le premier nous avons mesuré la position du maximum du spectre d'amplitudes, qui détermine, par définition, la quantité de lumière émise du cristal quand le pic photoélectrique était bien caractérisé [37]. Dans le seconde nous avons utilisé l'intégration des spectres enregistrés [38]. Cette méthode a été utilisée lorsque une partie seulement de la face de sortie du PWO était en contact optique avec la photocathode du PM et ne permettait plus de déterminer avec précision le pic photoélectrique dans le spectre d'amplitude. Cette façon d'opérer a été utilisée pour simuler

expérimentalement dans notre dispositif les particularités des paramètres techniques des photodiodes à avalanches qui ont été choisies comme photodétecteurs du calorimètre électromagnétique CMS [13]. Pour les APD de dernière génération développées pour CMS la surface sensible est de 25 mm<sup>2</sup>. Notre évaluation montre que, en prenant en compte les différences d'efficacités quantiques du PM XP2262 utilisé dans notre dispositif de mesure et la dépendance de l'efficacité quantique de l'APD en fonction de la longueur d'ondes, ainsi que l'effet de concentration dans des cristaux pyramidaux, le signal intégré de lumière donné par une APD avec une surface sensible de 5×5 mm<sup>2</sup> correspond au signal obtenu avec un PM XP2262 avec une fenêtre d'entrée de 10×10 mm<sup>2</sup> installée sur la photocathode.

En effet, la quantité de lumière émise enregistrée par le PM est :

$$LY_{PM} = LY_t \times S_{W1eff} \times QE_{PM} \quad (3.1)$$

Où  $LY_t$  est la quantité technique de lumière émise par la matière scintillante,  $S_{W1eff}$  la surface effective de la fenêtre de sortie  $W1$  (mm<sup>2</sup>) sur laquelle le PM est installé, tenant compte de la dépendance du flux de photons sortant du cristal en fonction de la position à cause de l'effet de concentration pour certaines fenêtres,  $QE_{PM}$  est l'efficacité quantique de la photocathode du PM.

De même nous obtenons dans le cas de APD:

$$LY_{APD} = LY_t \times S_{W2eff} \times QE_{APD} \times K_{Imm} \quad (3.2)$$

Où  $LY_t$  est la quantité technique de lumière émise de la matière scintillante,  $S_{W2eff}$  la surface effective de la fenêtre de sortie  $W2$  (mm<sup>2</sup>) sur laquelle l'APD est installée, en tenant compte de la dépendance du flot des photons qui sortent de la fenêtre de sortie du cristal en fonction de la position à cause de l'effet de concentration pour certaines fenêtres,  $QE_{APD}$  dépendance d'efficacité quantique de l'APD en fonction de la longueur d'ondes, et  $K_{Imm}$  un coefficient qui prend en compte la collection la lumière supplémentaire due à l'utilisation d'une colle optique d'indice de réfraction de 1.7 au lieu d'une graisse optique d'indice de réfraction de 1.5 utilisée avec le PM.

De (3.1) et (3.2) nous obtenons la relation:

$$LY_{APD} = LY_{PM} \times (S_{W2eff}/S_{W1eff}) \times (QE_{APD}/QE_{PM}) \times K_{Imm} \quad (3.3)$$

Introduisons le coefficient  $K_{F.E W}$  qui prend en compte l'effet de concentration pour la fenêtre d'entrée de taille  $W$ , installée à la sortie du cristal. Pour notre évaluation nous utilisons un modèle simplifié, dans lequel  $K_{F.E W}$  est une coefficient de normalisation de variation relative du flot de photons à travers la fenêtre pour la série de fenêtres de sortie que nous avons étudiées (voir Figure 3.12 a).

Alors :

$$S_{25\text{eff}} = S_{25} \times K_{F.E.25} \quad (3.4)$$

$$S_{100\text{eff}} = S_{25} \times K_{F.E.25} + (S_{100} - S_{25}) \times K_{F.E.100} \quad (3.5)$$

De la condition d'égalité des  $LY_{PM}$  et  $LY_{APD}$  dans le cas d'une fenêtre  $S_{100} = 100 \text{ mm}^2$  installée sur PM et d'une APD de surface  $S_{25} = 25 \text{ mm}^2$  il faut que :

$$S_{100} \times K_{F.E.100} \times QE_{PM} = S_{25} \times K_{F.E.25} \times QE_{APD} \times K_{Imm} \quad (3.6)$$

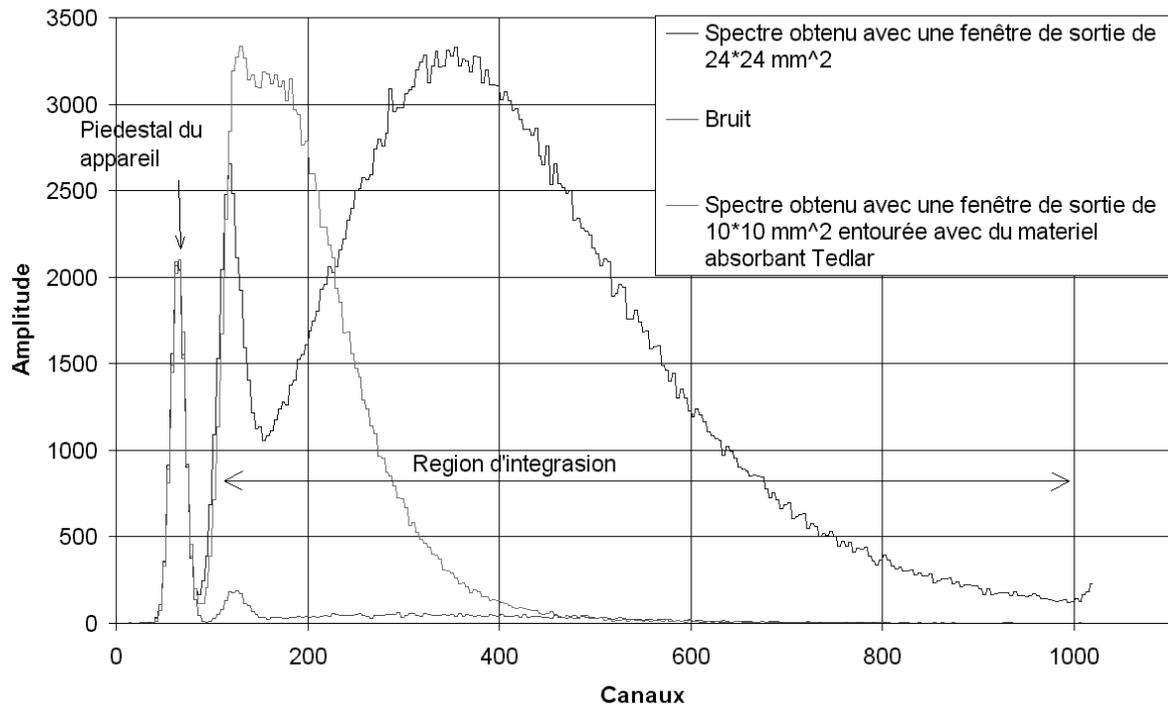
Nous avons évalué les valeurs des coefficients par simulation de Monte-Carlo (voir paragraphe 3.4.3 et [38, 87]). Pour simplifier les calculs prenons  $K_{F.E.100} = 1$ . Dans ces cas  $K_{F.E.25} = 1.15$ . Alors de (3.4, 3.5) nous obtenons :

$$S_{100\text{eff}} = 25 \text{ mm}^2 \times 1.15 + 75 \text{ mm}^2 = 103,75, S_{25\text{eff}} = 25 \text{ mm}^2 \times 1,15 = 28,75 \text{ mm}^2$$

Parce que pour un PM XP 2262 à la longueur d'onde de 450 nm  $QE_{PM} = 0,25$ , et que pour une APD Hamamatsu  $QE_{APD} = 0,7$ , et  $K_{Imm} = 1,35$  (voir Tableau 3.10), finalement nous obtenons:  $S_{100\text{eff}} \times QE_{PM} = 25,94$  et  $S_{25\text{eff}} \times QE_{APD} \times K_{Imm} = 27,17$ , qui est en bon accord dans la limite de 5%.

Utilisons la formule (3.3), on peut affirmer que la quantité moyenne de lumière émise obtenue par la mesure avec un PM XP2262 avec une fenêtre de  $24 \times 24 \text{ mm}^2$  qui est d'environ 11 ph.e./MeV en utilisant de la graisse optique (l'indice de réfraction  $n=1,5$  [88]) avec un temps d'intégration de 100 ns, à 18 °C, avec la source d'irradiation installée à 80 mm de la face de sortie (près du photodétecteur), correspondant à une quantité de lumière détectée de 2,7 ph.e./MeV enregistrée par une APD (la surface de sortie effective de cristal :  $S_{24 \times 24\text{eff}} = 438,89 \text{ mm}^2$  ; la surface effective de l'APD :  $S_{5 \times 5\text{eff}} = 25 \text{ mm}^2 * 1,15 = 28,75 \text{ mm}^2$ ).

Dans ces conditions, en tenant compte que la quantité de lumière sortant du PWO est relativement basse, la détermination de la position du pic est très difficile comme on peut le voir dans la Figure 3.1. Dans ce cas il est préférable de calculer l'intégrale du spectre après soustraction du bruit.



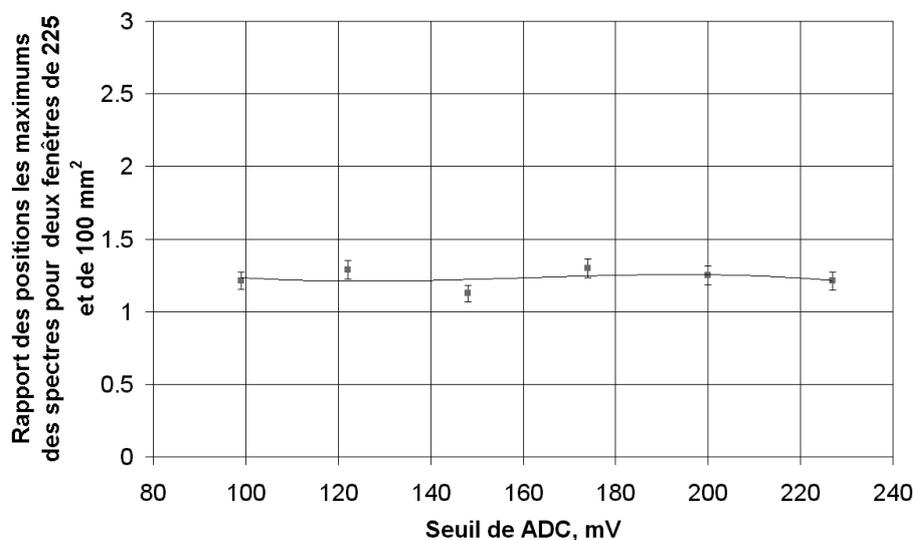
**Figure 3.1 : Spectre d'amplitudes du cristal de PbWO<sub>4</sub>.**

On peut utiliser la méthode d'intégration seulement pour une analyse comparative des valeurs relatives des quantités de lumière émise parce que si nous installons un certain niveau de seuil pour l'ADC nous coupons simultanément une certaine partie du signal. Deux séries d'expériences ont été effectuées dans lesquelles le niveau du seuil a été changé entre 100 et 228 mV pour deux fenêtres de sortie différents 10×10 et 15×15 mm<sup>2</sup>. Les résultats sont présentés dans la Figure 3.2 (a,b,c).

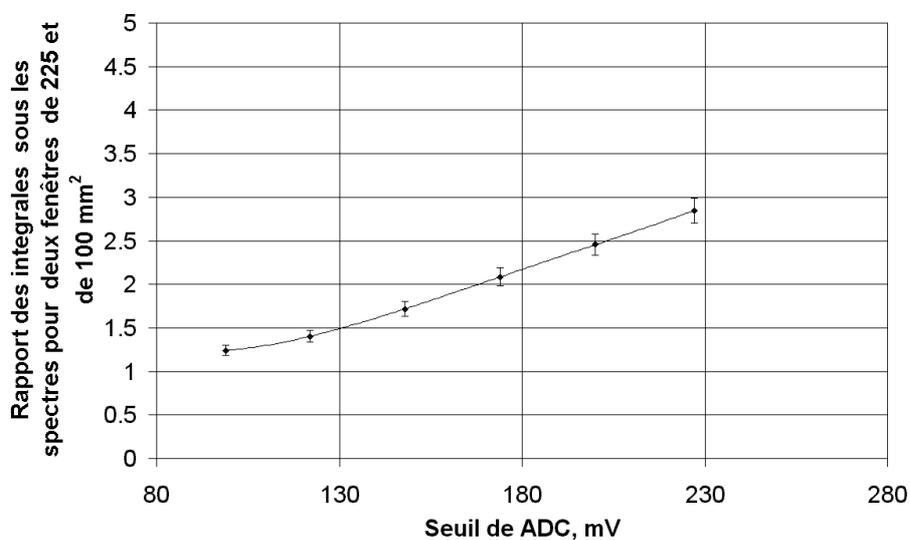
La Figure 3.2 (a) montre le rapport des positions des maximums des spectres pour ces deux fenêtres en fonction du seuil de l'ADC. La Figure 3.2 (b) montre le rapport des intégrales sous les spectres pour ces deux fenêtres en fonction du seuil de l'ADC. Comme nous l'avons prévu, la courbe des rapports des positions des maximums est horizontale mais la courbe des proportions des intégrales des spectres présente une certaine pente. Cependant, dans le région des 180 - 228 mV la pente du rapport des intégrales des spectres est presque constante. La Figure 3.2 c présente la corrélation entre les valeurs d'intégrales normalisées et les positions des pics pour la fenêtre de 15×15 mm<sup>2</sup> avec laquelle la détermination de la position du pic est encore possible. La courbe de corrélation est presque horizontale dans le région de 200 à 228 mV avec une précision de 3%.

Par conséquent, on peut utiliser cette méthode pour analyser les changements relatifs de la collection de lumière dans des systèmes de PWO-PM en variant certains paramètres

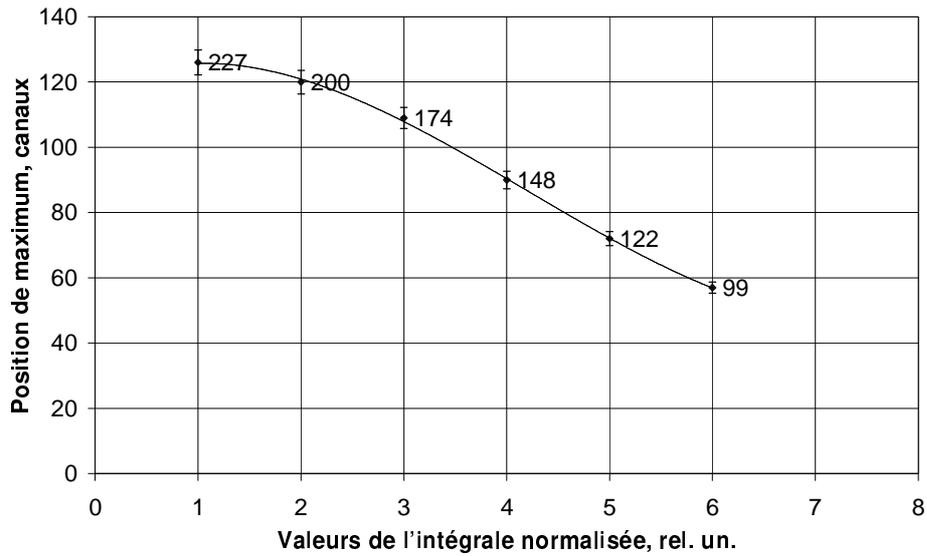
comme le type d'emballage ou les dimensions de fenêtre de sortie et le matériel entourant la fenêtre de sortie entre le PWO et le PM avec une précision de 3%.



**Figure 3.2 (a) : Rapport des positions des maximums des spectres pour deux fenêtres de sortie de 10×10 et de 15×15 mm<sup>2</sup> en fonction du seuil de l'ADC.**



**Figure 3.2 (b) : Rapport des intégrales sous les spectres pour deux fenêtres de sortie de 10×10 et de 15×15 mm<sup>2</sup> en fonction du seuil de l'ADC.**



**Figure 3.2 (c) : Corrélation entre les valeurs de l'intégrale normalisée et les positions des pics pour la fenêtre de 15×15 mm<sup>2</sup>. Les nombres représentent les valeurs des seuils.**

Un autre système de mesure a été utilisé au cours de nos études, c'est le système automatique de contrôle des cristaux (Automatic Crystal Control System - ACCOS) qui a été développé par l'Institut des problèmes nucléaires (Minsk) en collaboration avec le laboratoire d'Annecy de physique des particules (Annecy-le-Vieux). Le système ACCOS est un appareillage intégré conçu et fabriqué pour effectuer, en mode automatique sous le contrôle d'un logiciel dédié intégré, les mesures dimensionnelles des cristaux et les mesures de leur propriétés optiques telles que transmission longitudinale et transversale et cinétique de scintillation, mesures dont on peut extraire la quantité de lumière sortante et sa distribution de non-uniformité. Les principes d'opération et de construction du système ACCOS ainsi que les résultats expérimentaux obtenus avec ce système seront discutés en détails dans le paragraphe 4.2. Dans ce chapitre nous exposons seulement les résultats expérimentaux qui sont reliés à l'étude des problèmes d'optimisation de la collection de lumière.

### 3.2.2 Simulation des processus de transport des photons dans le système cristal-photodétecteur par une méthode de Monte-Carlo

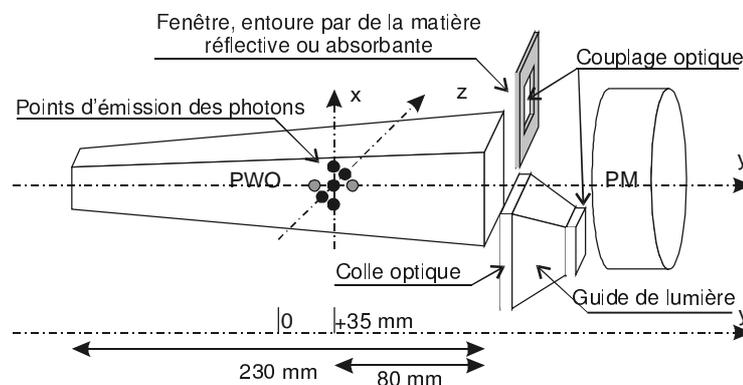
Pour la simulation du processus de transport des photons dans de système cristal-photodétecteur, après comparaison de différents logiciels [89-96] nous avons choisi le logiciel de simulation CRISTAL, développé au DAPNIA/SPP CEA (Saclay) [87,97]. Ce logiciel a une interface d'utilisateur relativement commode et a permis d'effectuer la simulation de configurations différentes d'un système expérimental incluant la simulation de types différents d'emballages, de guides de lumière de formes différentes, de différents

photodétecteurs comme des PM ou des APD. Une possibilité importante de ce programme est qu'il peut distinguer la quantité totale de photons arrivés au photodétecteur de ceux qui ont été enregistrés en tenant compte des paramètres du photodétecteur comme l'efficacité quantique de la photocathode du PM ou le profil de gain de l'APD. Le fichier de sortie de ce programme peut être directement analysé par le logiciel PAW++ et contient des histogrammes variés avec de l'information sur les photons enregistrés et les processus des transport des photons à l'intérieur du système simulé.

On peut diviser tous les résultats des simulations en deux groupes : les simulations du transport de photons dans les systèmes cristal – PM, et les simulations du transport de photons dans des systèmes cristal – APD.

Pendant l'étape des simulations du transport des photons dans les systèmes cristal – PM nous avons résolu deux problèmes. Au cours de la première étape nous avons évalué la précision des résultats des simulations. Pour faire ce travail nous avons effectué des simulation dans des conditions faciles à reproduire par des expériences à fin de comparaison. Ce travail nous a permis d'évaluer les incertitudes statistiques du logiciel CRISTAL et de comprendre à quel point une installation complexe peut être simulée par ce logiciel avec un niveau satisfaisant d'erreur statistique et de confiance. Les résultats encourageants de ces vérifications nous ont permit d'utiliser ce logiciel pour évaluer des processus de transport de lumière dans des systèmes cristal – photodétecteur plus complexe.

Parce que le système expérimental de mesure des spectres d'amplitudes a été construit avec un PM XP2262 à la base, nous avons simulé le système avec un PM comme photodétecteur avec une efficacité quantique correspondant à celle d'un PM XP2262. Un modèle typique simulé est représenté dans la Figure 3.3. Pour toutes les simulations les dimensions des cristaux ont été choisis comme  $[24 \times 24] \times [20 \times 20] \times 230$  millimètres.



**Figure 3.3 : Le modèle typique simulé.**

Dans le cadre du logiciel CRISTAL on peut simuler l'emballage par diverses matières. Sur chaque face du cristal, on a pu simuler des combinaisons d'emballages de différents réflecteurs comme du Tyvek<sup>®</sup>, du Mylar<sup>®</sup> aluminisé, du Tedlar<sup>®</sup> et un absorbant comme de la peinture noire ou du Tedlar<sup>®</sup> noir. Aux endroits de contacts optiques on a simulé le couplage optique par de la graisse optique (indice de réfraction  $n = 1.5$ ) ou de la colle optique (thermoplastique Meltmount<sup>®</sup> ; indice de réfraction  $n = 1,7$  ; producteur - R.P.Cargille Labs. Cedar Grove, N.J. 07009-1289 USA). Dans le système simulé on peut aussi inclure un guide optique fait de différentes matières comme du plexiglas, du quartz etc., ou on peut modéliser le cristal pour des conditions de contact optique avec le PM avec de la graisse optique seulement. Des fenêtres de tailles différentes entre la face de sortie du cristal et la photocathode du PM entourée par des matières réfléchissantes, diffusantes ou absorbantes (Tyvek<sup>®</sup>, Mylar<sup>®</sup> aluminisé, Tedlar<sup>®</sup> etc.) peuvent aussi être simulées.

Bien que le logiciel CRISTAL permette la simulation de l'émission des photons selon une distribution de l'énergie des gamma ou des particules, déposée dans la matière, calculé par exemple par le logiciel GEANT, dans notre travail nous avons préféré une méthode de simulation directe d'émission isotrope des photons dans plusieurs points à l'intérieur du cristal. Les photons produits ont une distribution de longueurs d'onde qui correspond aux caractéristiques d'émission d'un cristal de PWO réel. Cette méthode est évidemment plus rapide, et elle est assez précise quand la source est rapprochée comme l'ensemble de cinq points d'émission de photon (comme montré sur la Figure 3.3 en couleur noire) ou de sept points (deux points supplémentaires montrés en couleur grise). La position de la source le long de l'axe des y est ajustable, mais pour permettre la comparaison des résultats la plupart des simulations et des mesures expérimentales ont été faits avec la position de la source à 80 mm à partir de la face de sortie (l'extrémité la plus large) du cristal comme montré dans la Figure 3.3.

Des photodiodes à avalanche ont été choisies comme photodétecteurs pour la construction du calorimètre électromagnétique à base de cristaux de PWO dans l'expérience CMS. Comme nous l'avons déjà dit la surface sensible des APD est petite (environ  $25 \text{ mm}^2$ ), alors que la surface de sortie de PWO est d'environ  $570 \text{ mm}^2$  et que la quantité de lumière émise à la sortie du cristal est relativement petite. Alors l'obtention d'une collection de la lumière maximale dans une petite fenêtre est très importante. Ainsi, en nous appuyant sur le bon accord entre les résultats expérimentaux et des résultats de simulations par la méthode de Monte-Carlo, obtenus pour des systèmes avec un PM, nous avons effectué des simulations qui nous ont permis d'évaluer l'influence de l'utilisation de différentes matières entourant la

fenêtre de sortie et de différents guides de lumière sur la collection de lumière dans de système cristal-APD et nous avons analysé leurs possibilités d'optimisation.

### 3.3 Influence de la quantité de lumière détectée, de la non-uniformité de la quantité de lumière détectée et de la tenue des cristaux de PWO aux radiations sur les résolutions énergétiques du calorimètre électromagnétique

Comme nous l'avons déjà noté dans l'introduction, la résolution énergétique du calorimètre électromagnétique  $\sigma_E/E$  peut s'exprimer dans le cas générale par

$$\left(\frac{\sigma_E}{E}\right)^2 = \left(\frac{a}{\sqrt{E}}\right)^2 + \left(\frac{b}{E}\right)^2 + c^2 \quad (3.7)$$

ou  $E$  est l'énergie en GeV,  $a$  est la composant stochastique,  $b$  est l'équivalent énergétique du bruit,  $c$  est le terme systématique.

La composante stochastique est reliée aux fluctuations de la quantité de l'énergie dans la gerbe électromagnétique qui est absorbée dans les cristaux scintillants et à la photostatistique.

La composante de bruit a deux parties : les bruits d'électronique et d'empilement énergétiques des signaux.

Le terme systématique peut se décomposé de la façon suivante :

$$c^2 = c_G^2 + c_{NU}^2 + c_{NL}^2 + c_C^2 \quad (3.8)$$

Où  $c_G^2$  représente l'effet géométrique et inclu la fuite des gerbes à travers les faces avant, arrière et par les cotés du détecteur et à travers les matériaux non-actifs entre les éléments détecteurs,  $c_{NU}^2$  est relié à l'effet de non-uniformité des signaux (quantité de lumière émise),  $c_{NL}^2$  représente les effets de non-linéarité et de non-stabilité à court terme du photodétecteur et du système d'enregistrement qu'il est impossible de supprimer par des méthodes de calibrage, est  $c_C^2$  est l'erreur d'intercalibrage. À basse énergie (jusqu'à 1 GeV) la composante de bruit est dominante mais elle diminue rapidement avec l'augmentation d'énergie. La composante stochastique est dominante dans les régions de moyennes et de hautes énergies jusqu'à un maximum où la composante systématique est dominante [98].

Précisons le rapport (3.7) dans le cas de l'utilisation de diodes à avalanche comme photodétecteurs du calorimètre électromagnétique. L'amplification d'avalanche d'une APD est un processus stochastique qui mène à l'apparition de fluctuations supplémentaires de la charge

accumulée. Ces fluctuations sont caractérisées par le paramètre F, « le facteur d'excès de bruit ». Il est exprimé comme :

$$F = \frac{M^2 + \sigma_M^2}{M^2} \quad (3.9)$$

ou :

$$F \approx k \times M + (2 - 1/M) \times (1 - k) \quad (3.10)$$

Où M est le coefficient d'amplification de l'APD,  $\sigma_M$  la dispersion du coefficient d'amplification, k le rapport du coefficient d'ionisation pour des trous au coefficient d'ionisation pour des électrons. Dans le cas des APD récentes avec un coefficient d'amplification  $M \sim 50$ , la valeur de F est d'environ 2 [13,99,100].

Dans ce cas au lieu de la composante stochastique dans l'expression (3.7) il faut utiliser la composante effective stochastique [13] :

$$a_{\text{eff}} = a_S \oplus a_{\text{photo}} \quad (3.11)$$

Où  $a_S$  est le terme qui dépend des fluctuations de la gerbe électromagnétique,  $a_{\text{photo}}$  le terme qui dépend seulement de la photostatistique, avec  $N_{pe}$  le nombre de photoélectrons primaires créés dans le photodétecteur par unité d'énergie (mesurée normalement en MeV ou GeV) et le facteur de bruit excessif [13] on obtient:

$$a_{\text{photo}} = \sqrt{\frac{F}{N_{pe}}} \quad (3.12)$$

Les besoins de l'expérience CMS déterminent les valeurs spécifiques nécessaires de la résolution en énergie. Actuellement la valeur maximale de la composante systématique de la résolution est acceptée comme 0.55%. Pour la partie centrale du calorimètre les composantes stochastique et de bruit doivent être inférieures à  $2.7\% / \sqrt{E}$  et 155 MeV respectivement [3,11-13,101].

Précisons l'influence de la quantité de lumière émise sur la résolution énergétique du calorimètre. Dans le cas du calorimètre homogène actif, en comptant que la quantité de lumière détectée par chaque cristal est la même et en prenant en compte l'influence du facteur d'excès de bruit F [13,102,103] nous obtenons de (3.12) la contribution de la composante photostatistique à la résolution énergétique :

$$\frac{\sigma_E}{E} = \frac{a_{\text{photo}}}{\sqrt{E}} = \frac{(\sqrt{F} / \sqrt{\xi g})}{\sqrt{E}} \quad (3.13)$$

Dans l'équation (3.12) nous avons remplacé  $N_{pe}$  par le produit  $\xi \times g$ , où

$$\xi = S_{W2eff}/S_{W1eff} \quad (3.14)$$

est le rapport de la surface effective de détecteur  $W2 \text{ mm}^2$  à la surface effective de sortie du scintillateur  $W1 \text{ mm}^2$  prenant en compte l'effet de concentration,  $g$  la quantité de lumière collectée des cristaux scintillants mesurée en  $\text{phe}^-/\text{GeV}$ . Alors, le paramètre  $g$  est relié à la quantité de lumière émise des cristaux scintillants mesurée avec un PM XP 2262 par le rapport (voir équations (3.1, 3.2) de la paragraphe 3.2.1):

$$g = LY_{PM} \times (QE_{APD}/QE_{PM}) \times K_{Imm} \quad (3.15)$$

Finalement, nous obtenons de (3.13- 3.15)

$$a_{photo} = \sqrt{\frac{F}{LY_{PM} \cdot (QE_{APD}/QE_{PM}) \cdot K_{Imm} \cdot \xi}} \quad (3.16)$$

Nos simulations ont montré que pour le cas d'utilisation des deux APD chacune avec une surface de  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  [104],  $\xi \sim 0,12$ . La surface effective de deux APD est

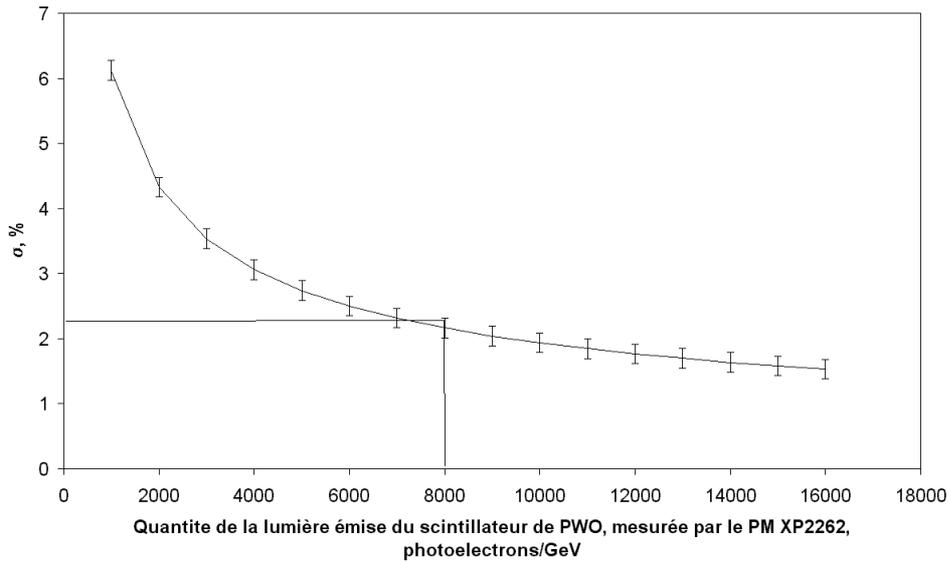
$$S_{25eff} = 25 \text{ mm}^2 \times 1,15 + 25 \text{ mm}^2 = 53,75 \text{ mm}^2,$$

la surface effective de la face de sortie du scintillateur avec de taille  $24 \times 24 \text{ mm}^2$  :

$$S_{576eff} = 438,89 \text{ mm}^2.$$

Alors, du rapport (3.16) nous obtenons la dépendance des valeurs de la composante photostatistique à la résolution énergétique du calorimètre électromagnétique en fonction de la quantité de lumière émise par les éléments scintillants, s'ils sont identiques. La courbe de dépendance des valeurs de la composante photostatistique à la résolution énergétique de la quantité de lumière émise par le scintillateur de PWO, mesurée en photoélectrons par GeV avec la méthode d'analyse en amplitude, est présentée dans la Figure 3.4 :

Prenant en compte la demande que la contribution de cette composante ne doit pas excéder les 2,3% [13], on peut établir que la limite minimale de la collection de lumière émise du scintillateur de PWO est 8 photoélectrons/MeV, mesurée avec un PM XP2262, quand toute la surface arrière du cristal est en contact optique avec la photocathode (donc une fenêtre de  $24 \times 24 \text{ mm}^2$ ) avec de la graisse optique d'indice de réfraction  $n = 1,5$  (Rhodorsil), avec un temps d'intégration de 100 ns, à une température de  $18 \text{ }^\circ\text{C}$ , et si la source d'irradiation est à 80 mm de la surface de sortie du cristal.



**Figure 3.4 : La dépendance de la valeur de la composante stochastique à la résolution énergétique en fonction de la valeur de la quantité de lumière émise, photoélectrons/GeV.**

L'influence de la non-uniformité de la quantité de lumière émise a été étudiée expérimentalement avec une matrice de 5×5 cristaux de PWO aussi bien que par des simulations de Monte-Carlo [105]. Pendant cette étude des coefficients de corrélation ont été établis entre la valeur de la non-uniformité longitudinale de la quantité de lumière émise dans la région de la face avant du cristal à la distance de 100 mm du photodétecteur et la valeur de la contribution de la non-uniformité de la quantité de lumière émise à la résolution.

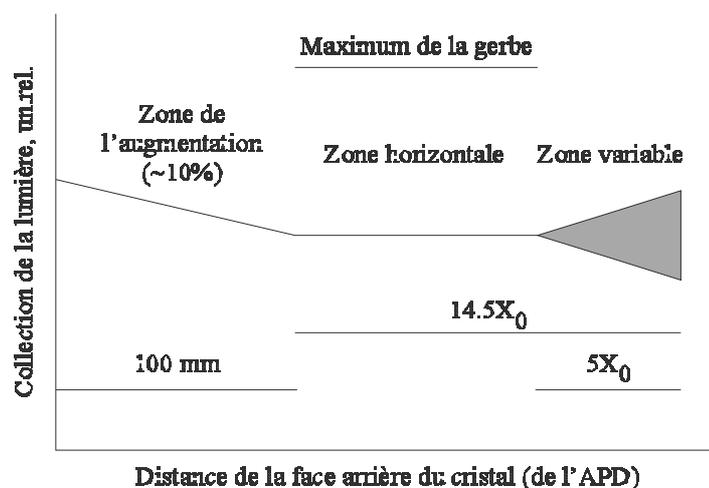
Alors, pour que la non-uniformité de la quantité de lumière émise à la composante systématique ne soit pas plus que 0,2%, la non-uniformité longitudinale de la quantité de lumière émise doit être inférieure à 0,35%/X<sub>0</sub> pour des électrons et 0,25%/X<sub>0</sub> pour des photons, où X<sub>0</sub> est la longueur de radiation du matériau qui est donnée par l'expression :

$$X_0 = \frac{716,4A}{\rho Z(Z+1)\ln(287/\sqrt{Z})} \quad (3.17)$$

Où A est la masse atomique en g/mol, Z le numéro atomique, et ρ la densité en g/cm<sup>3</sup> [106].

La Figure 3.5 présente la courbe idéale de non-uniformité de la quantité de lumière émise par le cristal [12]. Ainsi, pour le cas idéal, la courbe de non-uniformité de la quantité de lumière détectée doit être plate dans la région du maximum de la gerbe. Une petite augmentation de la collection de la lumière en direction de la face arrière du cristal (en

direction du photodétecteur) provoque une compensation de la fuite arrière des gerbes qui sont arrivées plus tard et diminue les queues de basses énergies.

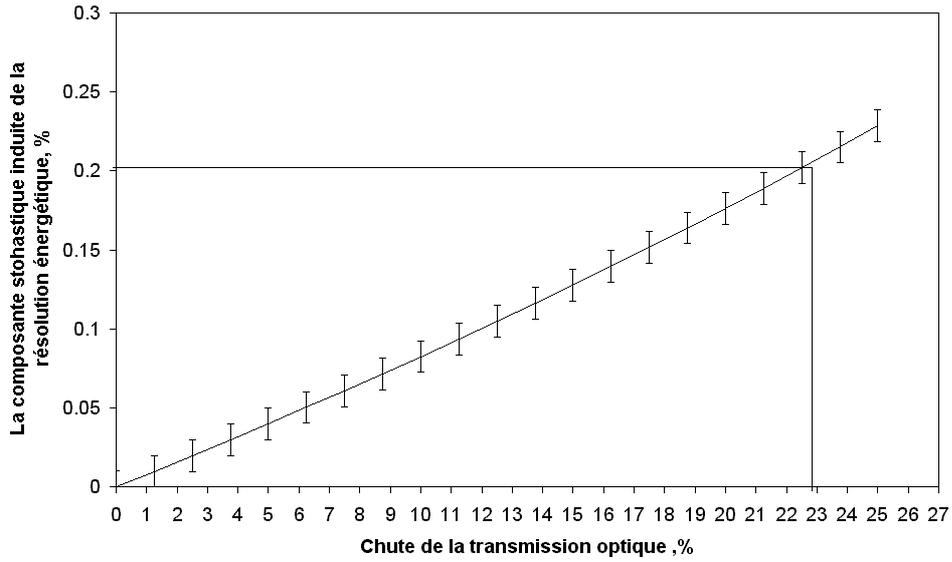


**Figure 3.5 : La courbe idéale de non-uniformité de la quantité de lumière émise (d'après [12]).**

Regardons l'influence de la tenue aux irradiations des cristaux de PWO sur la résolution énergétique du calorimètre électromagnétique. Comme il a été dit au Chapitre 2, les radiations ionisantes n'endommagent pas le mécanisme de scintillation des cristaux de PWO mais provoquent l'apparition d'une absorption induite. Ce phénomène diminue la production effective de la lumière des cristaux, aussi bien qu'il provoque la variation de non-uniformité de la quantité de lumière détectée. Ces deux processus peuvent influencer la résolution énergétique du calorimètre, le premier par le changement de la composante stochastique et le deuxième par le changement de la composante systématique.

Comme il a été trouvé au cours des tests, la chute de la détection de la lumière des cristaux ne tenant pas aux irradiations peut atteindre 50% et la non-uniformité de la quantité de lumière détecté change considérablement après une irradiation avec une dose de 1 Mrad. Par exemple, pour des cristaux avec un dommage important ce changement peut atteindre 7%/X<sub>0</sub> [82,107].

La Figure 3.6 montre la dépendance de la contribution supplémentaire à la composante stochastique provoquée par la chute de transmission optique des cristaux induit par irradiation, mesurée pendant l'irradiation avec des gamma de basses énergies. Cette dépendance a été obtenue par le calcul du rapport (3.16) en prenant en compte la corrélation présentée sur la Figure 2.14 du paragraphe 1.3. Il faut noter que dans ce calcul nous n'avons pas pris en compte la contribution supplémentaire à la composante systématique provoquée par le changement de la non-uniformité de la quantité de lumière détectée et qui peut contribuer jusqu'à la moitié de la contribution totale à la résolution énergétique [108].



**Figure 3.6 : Dépendance de la contribution supplémentaire à la composante stochastique provoquée par la chute de transmission optique des cristaux induite par irradiation.**

Les expériences avec une matrice de 9 cristaux effectuées en faisceau, ont montré qu'une chute de quantité de lumière détecté de 18% provoque l'apparition d'une contribution supplémentaire à la composante stochastique de résolution énergétique de 0,2% qui est considérée comme acceptable [108]. Des Figures 3.6 et 2.14 on peut conclure que cette chute de la quantité de lumière détectée correspond à une absorption induite de 23%.

Par définition, l'absorption induite est calculée par l'équation:

$$\Delta k = \frac{1}{L} \ln[T_0(\lambda)/T(\lambda)] \quad (3.18)$$

Où  $L$  est la longueur du cristal,  $T_0(\lambda)$  la transmission optique à la longueur d'onde  $\lambda$  avant l'irradiation,  $T(\lambda)$  la transmission optique à la longueur d'onde  $\lambda$  après l'irradiation.

Alors, avec  $L = 0,23$  m,  $T_0(\lambda)/T(\lambda) = 1/0,77$ , on peut affirmer que l'absorption induit de  $\Delta k_{\text{full}} = 1,14 \text{ m}^{-1}$  dans la bande d'émission des scintillations ne cause pas de contribution supplémentaire à la composante stochastique de plus que 0,2%. Prenant en compte la corrélation sur la Figure 2.15, nous trouvons que cette valeur de l'absorption induite correspond à l'absorption induite  $\Delta k_{\text{top}} = 0,8 \text{ m}^{-1}$  mesurée sur des échantillons coupés dans la partie supérieure des cristaux. Dans ce cas, la chute correspondante de la quantité de lumière émise de 18% forme une limite à la quantité de lumière émise minimale des cristaux qui est 10 photoélectrons/MeV.

### **3.4 Influence sur la collection de lumière des scintillations de l'utilisation de matières réfléchissantes différentes comme emballage du cristal**

#### *3.4.1 Emballages réflecteurs utilisés pendant les études*

Nous avons procédé à la recherche de différentes matières réfléchissantes ou absorbantes que l'on peut utiliser pour l'emballage des cristaux scintillants pour les raisons suivantes :

- nécessité d'augmenter la collection de lumière des cristaux de  $\text{PbWO}_4$  avec leur quantité de lumière émise basse ( $\sim 10$  photo électrons par MeV) ;
- nécessité de garder une non-uniformité de quantité de lumière émise dans de la limite de  $0,35\%/X_0$  ;
- nécessité d'optimiser l'effet de concentration de la lumière de scintillations sur l'APD qui est installée sur la face de sortie du cristal.

Discutons les qualités de la matière qui pourrait être utilisée comme emballage réfléchissant pour les cristaux scintillants de PWO. Sauf à fournir une collection de lumière maximale, l'emballage doit aussi avoir des paramètres chimiques, physiques et mécaniques satisfaisants c.-à.-d. il doit être inerte aux influences chimiques, résistant aux radiations ionisantes, et conserver ces paramètres sans changements significatifs pendant la durée de l'expérience CMS (environ 10 à 15 années). A la suite des résultats des études passés l'emballage réfléchissant diffusant dénommé Tyvek<sup>®</sup> est choisi comme le plus commode (voir paragraphe 3.1. de ce chapitre). Cependant, cet emballage présente des défauts, en particulier il est assez épais ( $\sim 200 \mu\text{m}$ ) et les particularités techniques de sa production conduisent à une non-uniformité significative de son épaisseur et de sa qualité de surface. D'un autre coté la minimisation de l'intervalle entre les cristaux conduit à une amélioration de la résolution spatiale du calorimètre, ainsi qu'à une minimisation de ses dimensions et par conséquent du prix. Pendant la recherche de matières alternatives nous avons étudié une nouvelle matière pour l'emballage, le Tedlar<sup>®</sup> qui a une épaisseur minimale de  $25 \mu\text{m}$  très uniforme. Il existe une gamme de Tedlar<sup>®</sup> de différentes épaisseurs (25 – 100  $\mu\text{m}$ ), avec différentes couleurs (de blanche à noir), et de qualité de réflexion (de miroir à diffus).

Les types suivants de matières ont été testés pendant nos études :

- matière réfléchissante diffusante Tyvek<sup>®</sup> (épaisseur de  $200 \mu\text{m}$ ) ;
- matière réfléchissante miroir Mylar<sup>®</sup> aluminisé (épaisseur de  $50 \mu\text{m}$ ) ;
- matière absorbante Tedlar<sup>®</sup> (de couleur noire, épaisseur de  $50 \mu\text{m}$ ) ;

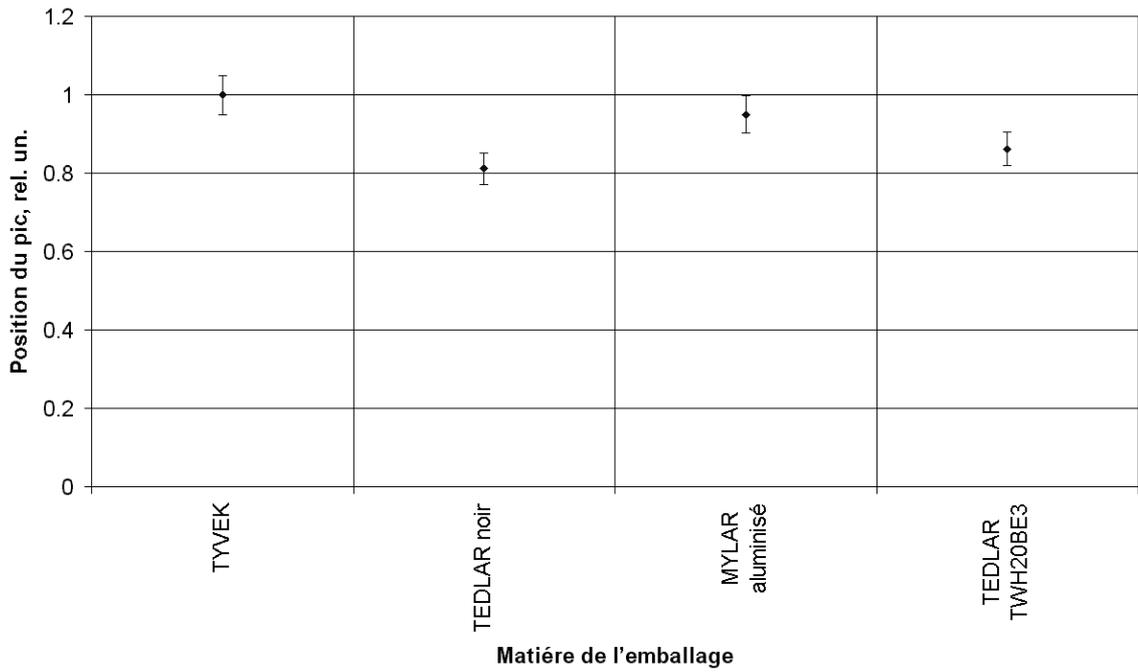
- matière réfléchissante diffusante Tedlar<sup>®</sup> type TWH20BE3 (de couleur blanche, épaisseur de 50  $\mu\text{m}$ ) ;
- matière réfléchissante diffusante Tedlar<sup>®</sup> type TWH10BE3 (de couleur blanche, épaisseur de 25  $\mu\text{m}$ ) ;
- matière réfléchissante diffusante Tedlar<sup>®</sup> type TWH20BS3 (de couleur blanche, épaisseur de 50  $\mu\text{m}$ ) ;
- matière réfléchissante diffusante Tedlar<sup>®</sup> type TCW20BE3 (de couleur blanche, épaisseur de 50  $\mu\text{m}$ ) ;
- matière réfléchissante diffusante Tedlar<sup>®</sup> type TCW10BG1 (de couleur blanche, épaisseur de 25  $\mu\text{m}$ ) ;
- matière réfléchissante diffusante Tedlar<sup>®</sup> type TEB20BE5 (de couleur blanche, épaisseur de 50  $\mu\text{m}$ ) ;
- matière réfléchissante diffusante Tedlar<sup>®</sup> type TWH15BL3 (de couleur blanche, épaisseur de 50  $\mu\text{m}$ ).

Ces matières ont été utilisées pour emballer les cotés des cristaux, la face opposée à la face de sortie et la partie de la face de sortie qui entoure la fenêtre de sortie.

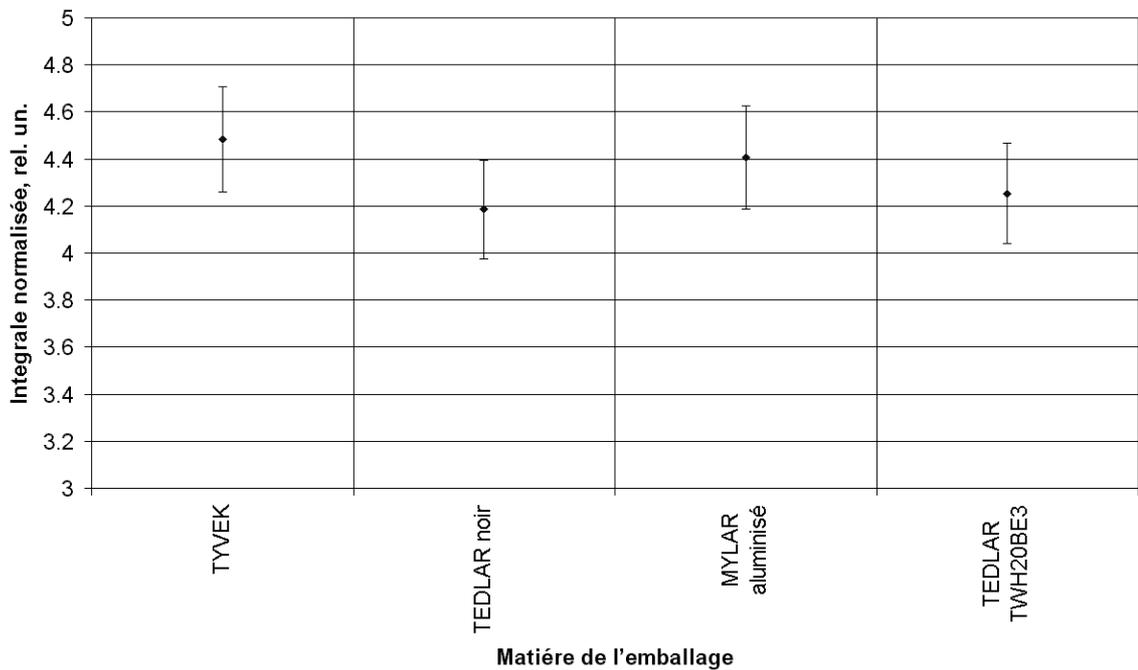
### 3.4.2 Résultats des études expérimentales

Dans la Figure 3.7 (a - f) ci-dessous est montré la comparaison des résultats de différentes matières réfléchissantes et absorbantes (Tedlar<sup>®</sup> de couleur noire) qui ont été utilisées soit pour l'emballage de tout le cristal (Figure 3.7 a, b), soit seulement pour la face opposée à la face de sortie (dans ce cas tous les autres cotés sont emballés avec du Tyvek<sup>®</sup>) (Figure 3.7 c, d). Les résultats des études de la zone autour de la fenêtre de sortie de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  sont présentés sur la Figure 3.7 (e, f). Dans la Figure 3.7 (b, d, f) les valeurs des intégrales sont normalisées sur le résultat de mesure du cristal avec l'utilisation d'une fenêtre de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  entourée par du Tedlar<sup>®</sup> absorbant noir, prise comme référence.

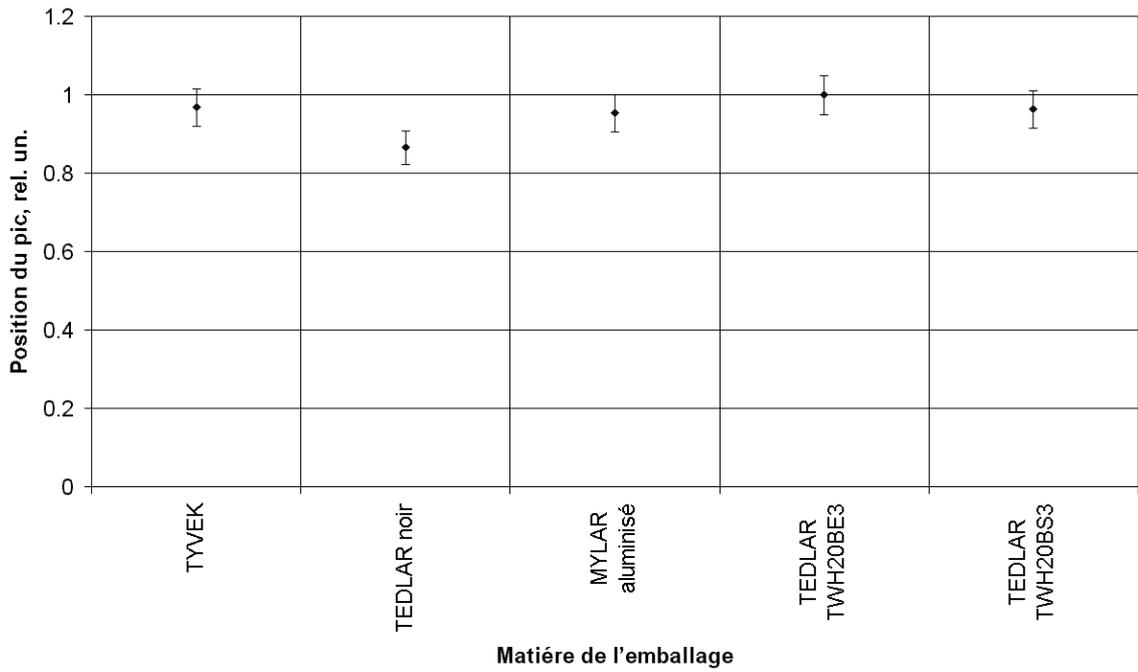
Comme on peut le voir, le Tyvek<sup>®</sup> est la meilleur matière, mais il n'y a pas de différences significatives avec les résultats obtenues par d'autres réflecteurs. L'influence de l'emballage de la face opposée à la face de sortie ainsi que le type de colle de l'emballage sont minimales, mais le choix du type d'emballage de la zone autour de la fenêtre de sortie est très important et le Tyvek<sup>®</sup> montre le meilleur résultat.



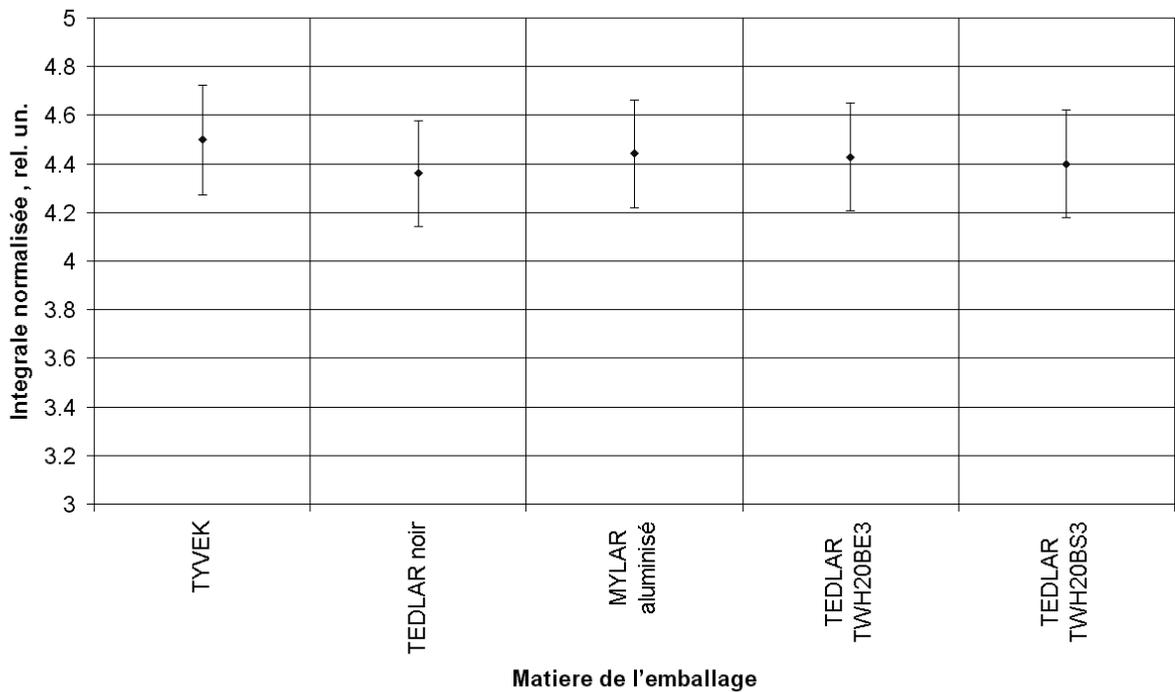
**Figure 3.7 (a) : Influence de l'utilisation des différentes matières comme emballage du cristal avec pleine ouverture de sortie sur la position du pic photoélectrique.**



**Figure 3.7 (b) : Influence de l'utilisation des différentes matières comme emballage du cristal avec pleine ouverture de sortie normalisés à la valeur de référence de l'intégrale du spectre.**



**Figure 3.7 (c) : Influence de l'utilisation des différentes matières comme emballage de la face du cristal opposée à la face de sortie (à pleine ouverture) sur la position du pic photoélectrique.**



**Figure 3.7 (d) : Influence de l'utilisation des différentes matières comme emballages de la face du cristal opposée à la face de sortie (à pleine ouverture) normalisée à la valeur de référence de l'intégrale du spectre.**

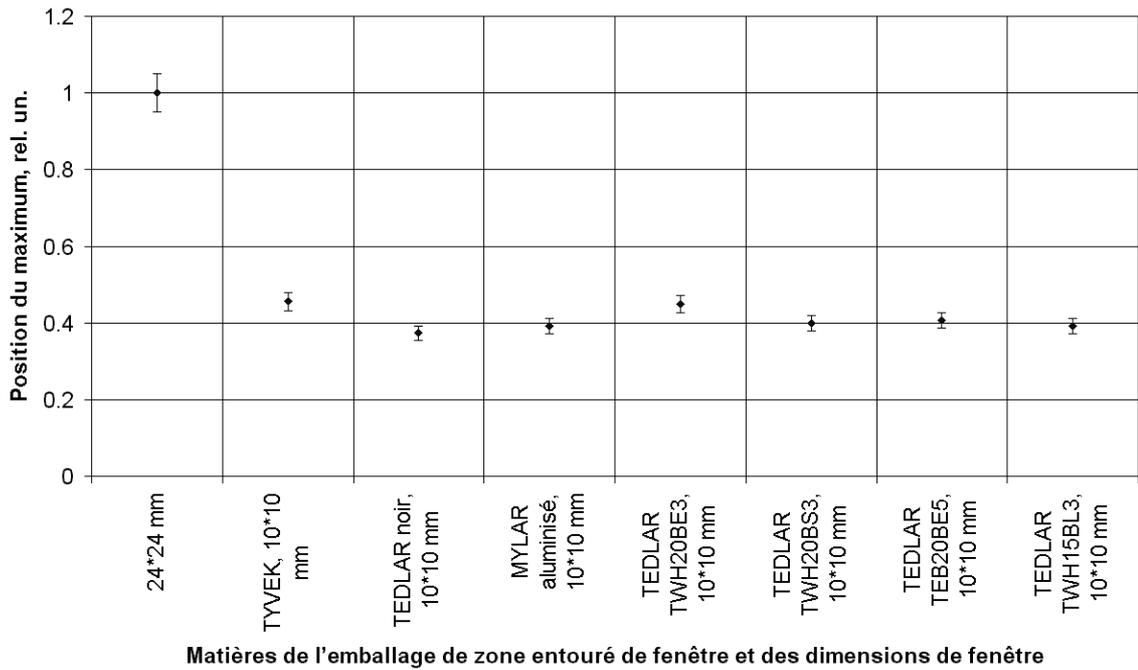


Figure 3.7 (e) : Influence de l'utilisation des différentes matières comme emballage de la zone autour de la fenêtre de sortie de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  à la position du maximum du spectre.

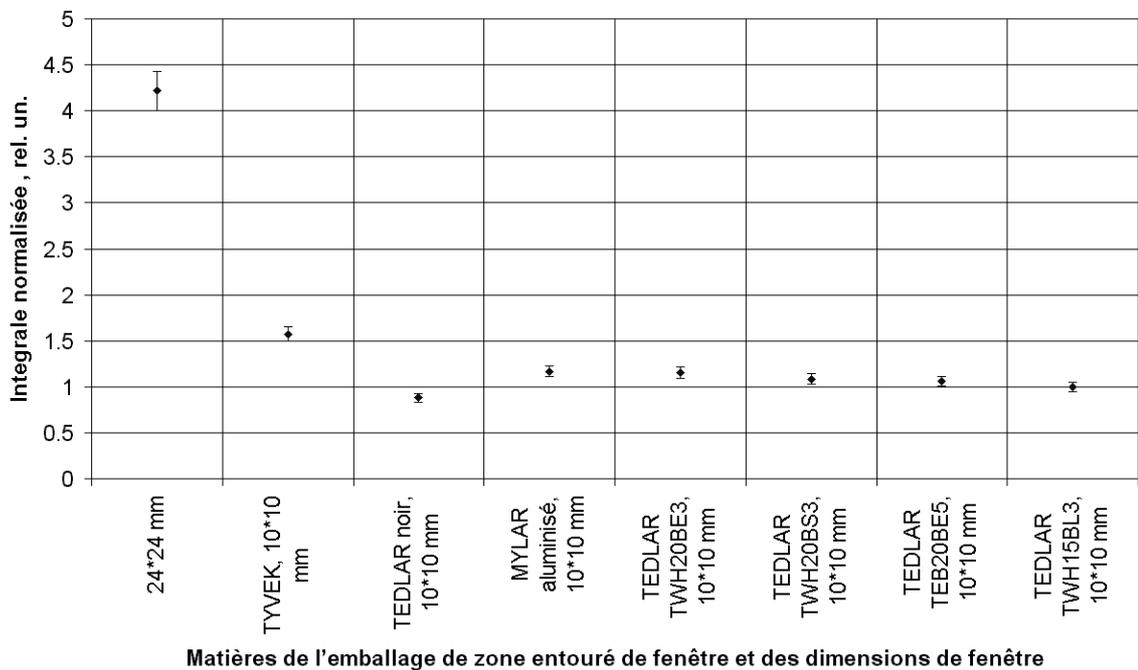
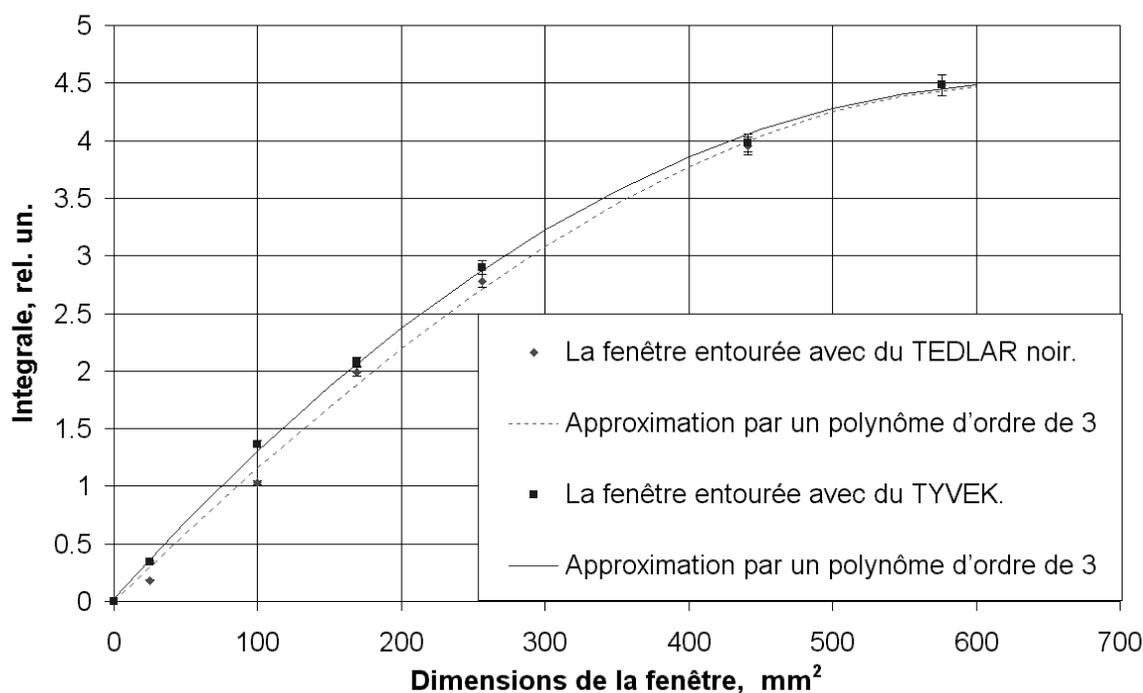


Figure 3.7 (f) : Influence de l'utilisation des différentes matières comme emballage de la zone autour de la fenêtre de sortie de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  sur les valeurs de l'intégrale du spectre normalisée à la valeur de référence.

La Figure 3.8 montre les résultats des mesures obtenues pour une série de fenêtres de sortie avec des dimensions de 10×10, 13×13, 16×16, 21×21, 24×24 mm<sup>2</sup> entourées par de la matière réfléchissante diffusante, du Tyvek<sup>®</sup> ou par de la matière absorbante, du Tedlar<sup>®</sup> de couleur noire, installées entre la face de sortie du cristal et la photocathode du PM. Pour toutes les mesures le seuil de l'ADC a été fixé à 227 mV pour minimiser le bruit comme le montre la Figure 3.1.



**Figure 3.8 : Résultats des mesures obtenues pour une série de fenêtres de sortie de dimensions 10×10, 13×13, 16×16, 21×21, 24×24 mm<sup>2</sup> entourées par du Tyvek<sup>®</sup> réfléchissant et diffusant ou par du Tedlar<sup>®</sup> absorbant de couleur noire. Les valeurs sont normalisées au résultat de mesure d'un cristal standard avec une fenêtre de 10×10 mm<sup>2</sup> entourée de Tedlar<sup>®</sup> noir.**

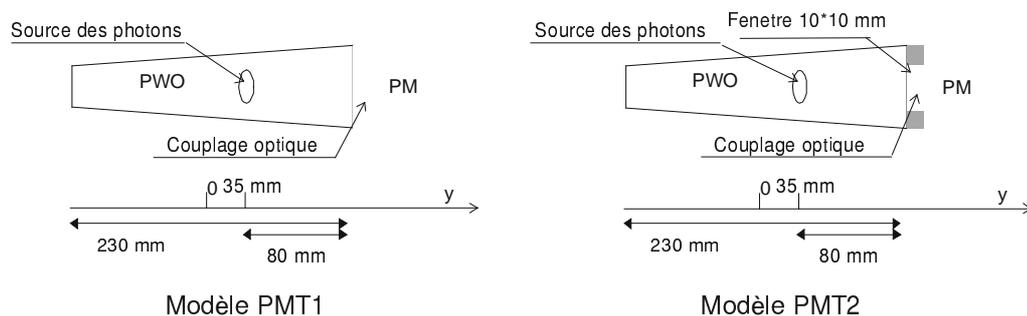
Il faut noter que les résultats qui sont montrés dans les Figures 3.7 et 3.8 ont été normalisés au résultat de mesure du cristal avec une fenêtre de 10×10 mm<sup>2</sup> entourée du Tedlar<sup>®</sup> noir mise comme référence, parce que dans ce cas la valeur de la quantité de lumière détectée est proche de la réponse nominale d'une APD (produit de l'efficacité quantique au signal sorti de toute la surface sensible) si le Tedlar<sup>®</sup> de couleur noire est considéré comme 100% absorbant (voir paragraphe 3.2.1). L'analyse des résultats présentés dans la Figure 3.8 nous permet de conclure que pour des dimensions effectives du photodétecteur de 10×10 mm<sup>2</sup> la quantité de lumière collectée augmente de 25% si la face opposée de la face de sortie est emballée par une matière réfléchissante diffusante au lieu d'une matière absorbante. Pour des

dimensions effectives de photodétecteur de  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  la quantité de lumière collectée augmente de 45%.

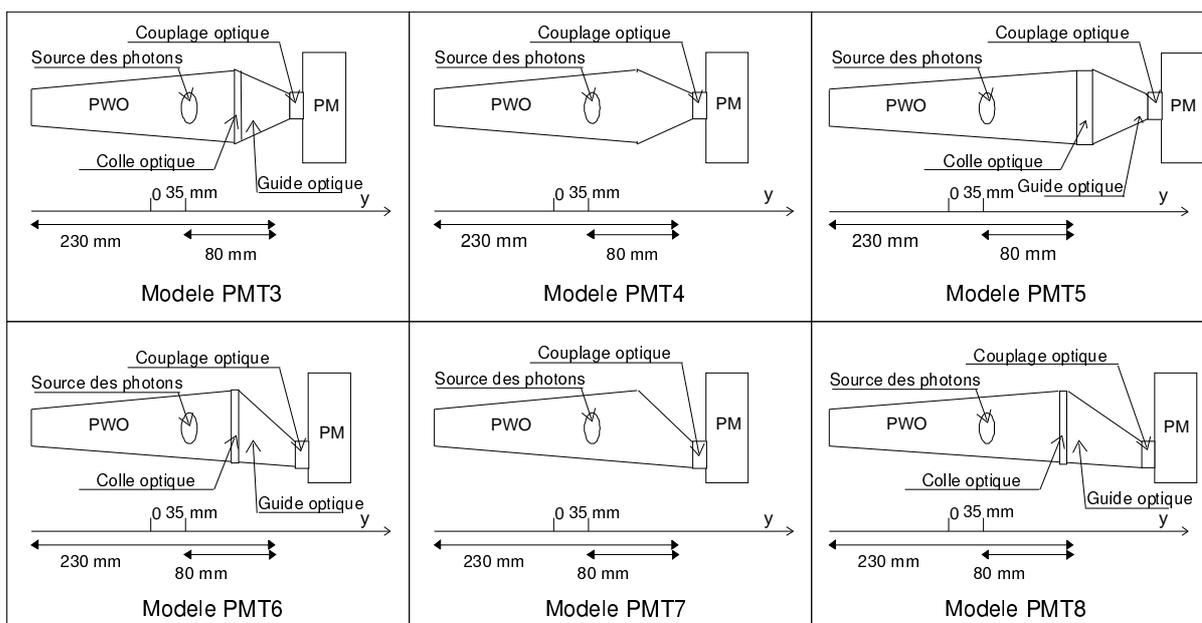
### 3.4.3 Résultats des simulations du système cristal-PM

Les Figures 3.9 et 3.10 présentent les différents modèles simulés.

Les résultats des simulations et des expériences sont présentés dans les Tableaux 3.1 et 3.2. Ici tous les résultats sont normalisés aux valeurs de la collection de lumière dans le cas du contact complet ( $576 \text{ mm}^2$ ) de la face de sortie du cristal avec la photocathode du PM à 80 mm d'une source d'excitation de  $^{60}\text{Co}$  ( $E_\gamma = 1,25 \text{ MeV}$ ). Le Tableau 3.1 présente les résultats comparés des données simulées et expérimentales pour des cas relativement simples qui incluent l'utilisation de fenêtres de types différents comme on peut le voir dans le modèle PMT2 de la Figure 3.9. Le modèle PMT1 de la Figure 3.9 est le cas du contact complet de la face de sortie du cristal avec la photocathode du PM choisi comme référence, le cas PMT2 est le modèle avec une fenêtre installée entre la face de sortie du cristal et la photocathode du PM. Dans tous les cas le cristal était emballé latéralement par du Tyvek<sup>®</sup>. Pendant les simulations les points d'émissions des photons sont positionnés comme le montre la Figure 3.3. Le Tableau 3.2 présente les résultats des simulations de configurations plus compliquées montrées dans la Figure 3.10. Dans les modèles PMT3, PMT5, PMT6, PMT8 de la Figure 3.10 le guide optique est simulé comme fait de plexiglas ou de verre de quartz, dans les modèles PMT4 et PMT7 le guide optique est simulé comme une partie intégrée du cristal. Dans tous les cas le cristal a été emballé par du Tyvek<sup>®</sup>. Pendant les simulations les points d'émission des photons sont positionnés comme le montre la Figure 3.3.



**Figure 3.9 : Les modèles simulés et expérimentaux.**



**Figure 3.10 : Les modèles simulés.**

Tableau 3.1 : Les résultats des simulations et des expériences avec les modèles PMT 1, 2.

Modèle	Matière autour de la fenêtre de 10×10 mm	Distance entre le centre de l'émission de photon et la face de sortie du cristal, mm	Quantité normalisée* de photons enregistrée dans la simulation	La quantité normalisée* de photons enregistrée dans l'expérience.
PMT1	-	80	1	1
PMT1	-	115	1,015	1
PMT2	Tyvek®	80	0,262	0,286
PMT2	Tedlar® noir	80	-	0,229
PMT2	Peinture noire	80	0,190**	0,207
PMT2	Tyvek®	115	0,255	-
PMT2	Tedlar® noir	115	0,187**	0,229

\* Toutes les données sont normalisées sur la quantité de lumière émise obtenue dans le modèle PMT1 avec une position de la source à 80 mm de la face de sortie (la plus large) du cristal.

\*\* dans la simulation - matériel 100% absorbant.

Tableau 3.2 : Les résultats des simulations avec les modèles PMT 3-8.

<b>Modèle</b>	<b>Matière du guide optique</b>	<b>Emballage du guide optique ou de la part du PWO tronqué*</b>	<b>Distance entre le centre de l'émission des photons et la face de sortie du cristal, mm</b>	<b>Quantité normalisée** de photons enregistrée dans la simulation</b>
PMT3	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,207
PMT3	Verre de quartz	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,204
PMT3	Verre de quartz	Sans emballage	80	0,121
PMT4	-	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,250
PMT4	-	Tyvek <sup>®</sup>	115	0,222
PMT4	-	Mylar <sup>®</sup>	115	0,238
PMT5	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,179
PMT6	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,193
PMT6	Plexiglas	Sans emballage	80	0,155
PMT7	-	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,173
PMT7	-	Tyvek <sup>®</sup>	115	0,232
PMT7	-	Mylar <sup>®</sup>	80	0,189
PMT7	-	Sans emballage	80	0,163
PMT8	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,175

\* Pour les Modèles PMT4 et PMT7

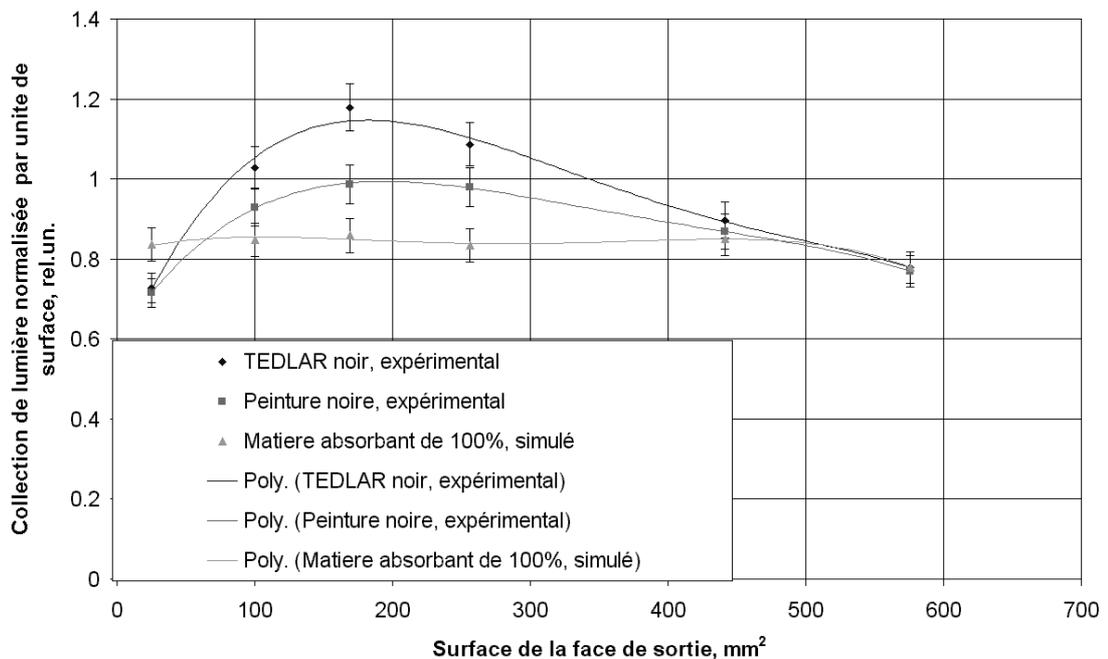
\*\* Toutes les données sont normalisées sur la quantité de lumière détectée obtenue dans le modèle PMT1 avec la position de la source à 80 mm de la face de sortie (la plus large) du cristal.

Comme on peut voir dans le Tableau 3.1 il y a un bon accord entre les résultats des simulations et les résultats de mesures expérimentales. Le résultat principal est que le système assez simple qui inclut une fenêtre entourée par de la matière réfléchissante diffusante fournit les meilleures conditions pour la collection de lumière en comparaison des systèmes plus compliqués avec des guides optiques de types différents.

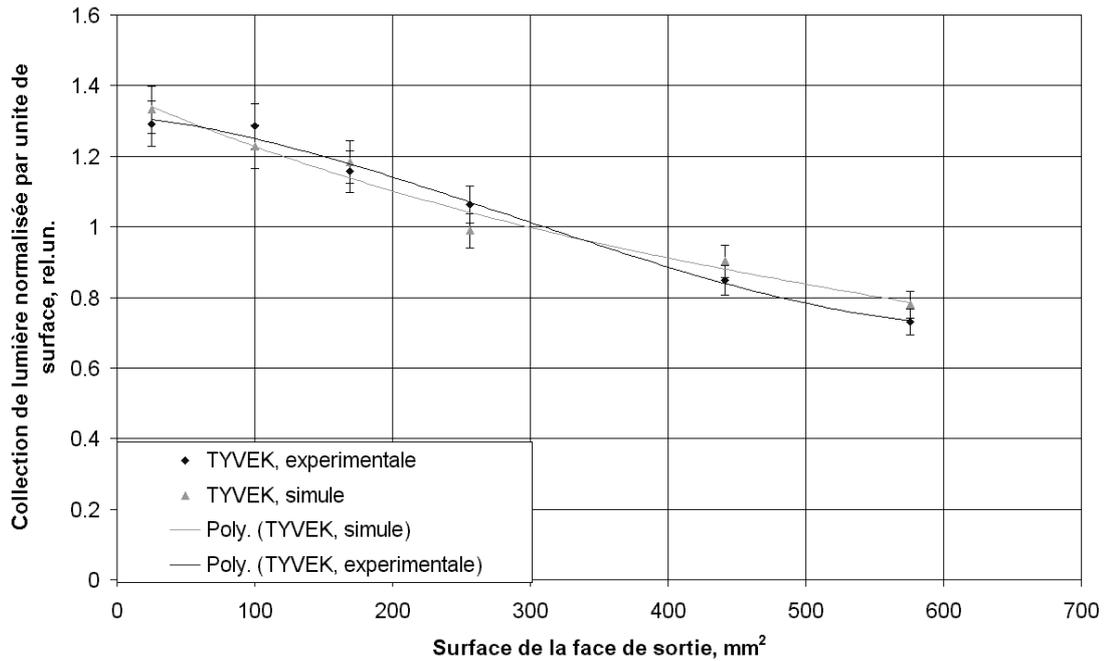
Nous avons trouvé que les résultats de la simulation du modèle PMT7 ne sont pas stables. Alors, nous avons fait des études supplémentaires de cette forme géométrique du

crystal. Les résultats obtenus montrent que cette forme est très sensible aux positions des points d'émissions des photons (donc à la position de la source de radiation collimée dans les expériences réelles). Ce modèle a une variation de la quantité de lumière détectée proche de 50% qui n'est pas stable vis à vis de petits changements de position de la source de radiation.

Nous avons fait une série de simulations pour étudier les processus de collection de lumière et leur dépendance en fonction de la surface de la fenêtre de sortie entourée par des matières réfléchissantes ou absorbantes différentes comme le montre la Figure 2.1(b). La Figure 3.11 (a, b) montre les changements de valeur de la quantité de lumière détectée en fonction de la surface de la fenêtre de sortie obtenue dans les simulations aussi bien que dans les mesures expérimentales pour une série de fenêtres de 5×5, 10×10, 13×13, 16×16, 21×21, 24×24 mm<sup>2</sup>. Toutes les données sont normalisées sur la quantité de lumière détectée dans le Modèle PMT1. Dans la Figure 3.11 (a) on peut voir quelque différence entre les résultats des simulations et les expériences qui est causée, à notre avis, par la différence entre la matière absorbante à 100% simulée et le Tedlar<sup>®</sup> noir utilisé dans les expériences. Cette hypothèse est confirmée par le fait qu'un meilleur accord est obtenu entre les résultats des simulations et les expériences quand de la peinture noire a été utilisée comme couverture absorbante autour de la fenêtre. Pour les simulations des modèles avec une fenêtre entourée par du Tyvek<sup>®</sup> nous avons utilisé les paramètres de réflexion et de diffusion mesurés [87] qui fournissent un bon accord entre les résultats des simulations et les expériences.



**Figure 3.11 (a) : Dépendance de collection de lumière normalisée par unité de surface en fonction de la surface de la fenêtre de sortie entouré par des matières absorbantes.**

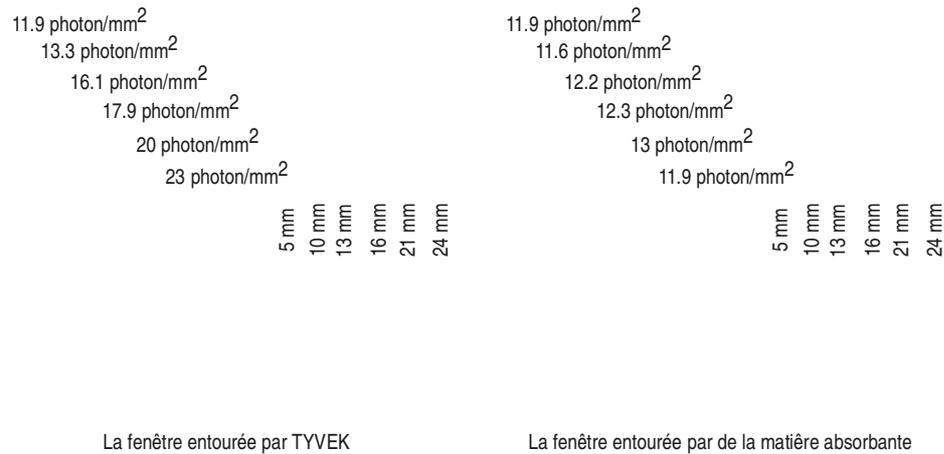


**Figure 3.11 (b) : Dépendance de la collection de lumière normalisée par unité de surface en fonction de la surface de la fenêtre de sortie entourée par des matières réfléchissantes diffusantes.**

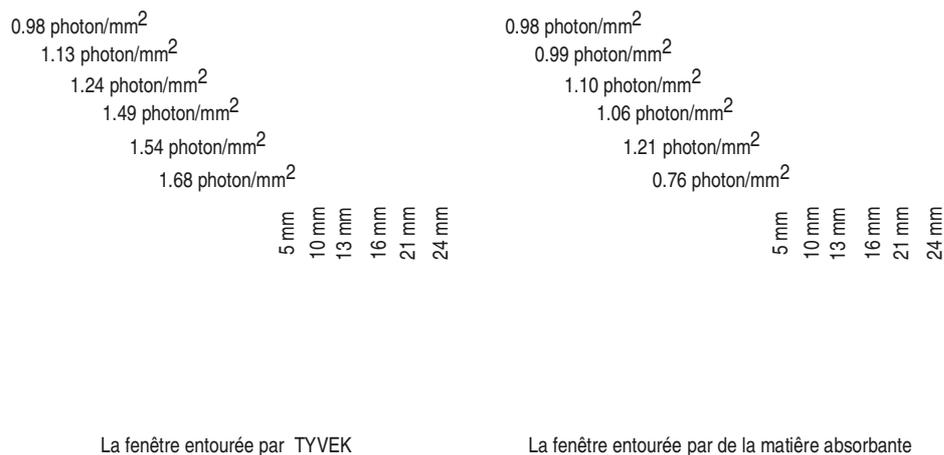
Les formes des courbes de la Figure 3.11 (b) montrent qu'il y a un effet de concentration significatif dans le cas de la fenêtre entouré par du Tyvek<sup>®</sup> et que la densité du flux des photons est maximale dans le centre de la face de sortie du cristal. D'un autre coté les résultats des expériences et des simulations de systèmes avec une fenêtre entourée par de la matière absorbante présentés dans la Figure 3.11 (a) montrent que l'effet de concentration est réduit par l'augmentation de l'absorption sur la face de sortie du cristal autour du photodétecteur et il est spécialement important de noter que la position du maximum de flux des photons se déplace à la périphérie de la fenêtre.

Le logiciel de simulation CRISTAL a permis aussi d'obtenir des informations sur les passages des photons à travers chaque contact optique dans le système simulé. La Figure 3.12 (a) montre les densités des flux de photons qui sont sortis du cristal et sont entrés dans le couplage optique, et la Figure 3.12 (b) montre des densités des flux des photons qui sont arrivés à la photocathode du PM à travers le couplage optique et sont enregistrés pour les différents modèles avec respectivement une fenêtre entourée par de la matière absorbante à 100% et avec une fenêtre entourée par de matière réfléchissante diffusante comme le Tyvek<sup>®</sup>. Par exemple, dans le cas de la fenêtre de 5x5 mm<sup>2</sup> l'utilisation de Tyvek<sup>®</sup> au lieu de matière absorbante augment la collection de lumière par un facteur de  $1,68/0,76 = 2,2$ , dans le cas de

la fenêtre de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  par un facteur de 1,3. Les facteurs sont en bon accord avec les résultats expérimentaux présentés dans la Figure 3.8.



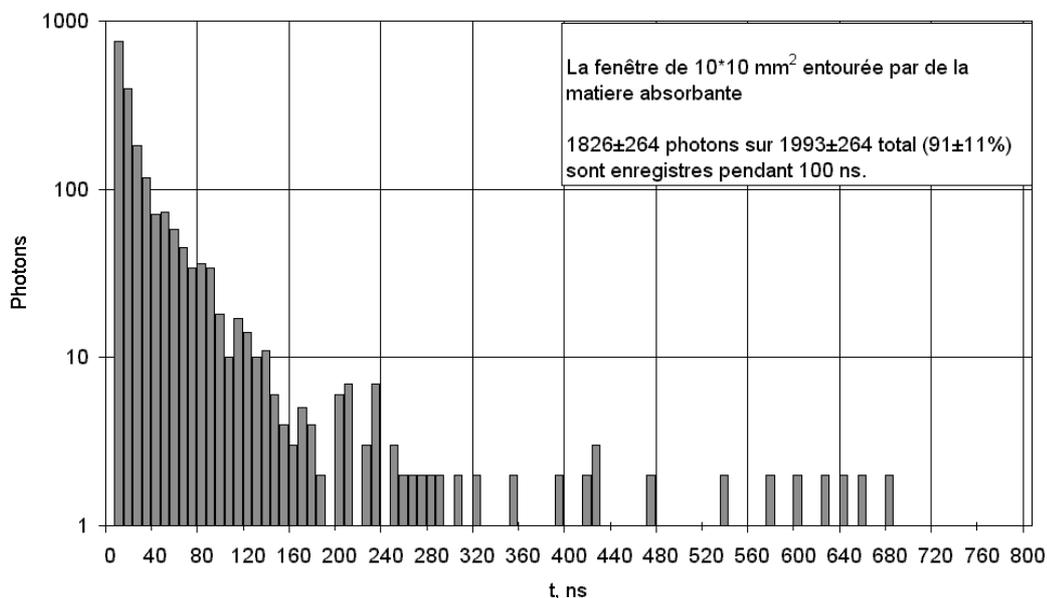
**Figure 3.12 (a) : Le gradient des densités des flux des photons qui sont sortis du cristal et sont entrés dans le couplage optique.**



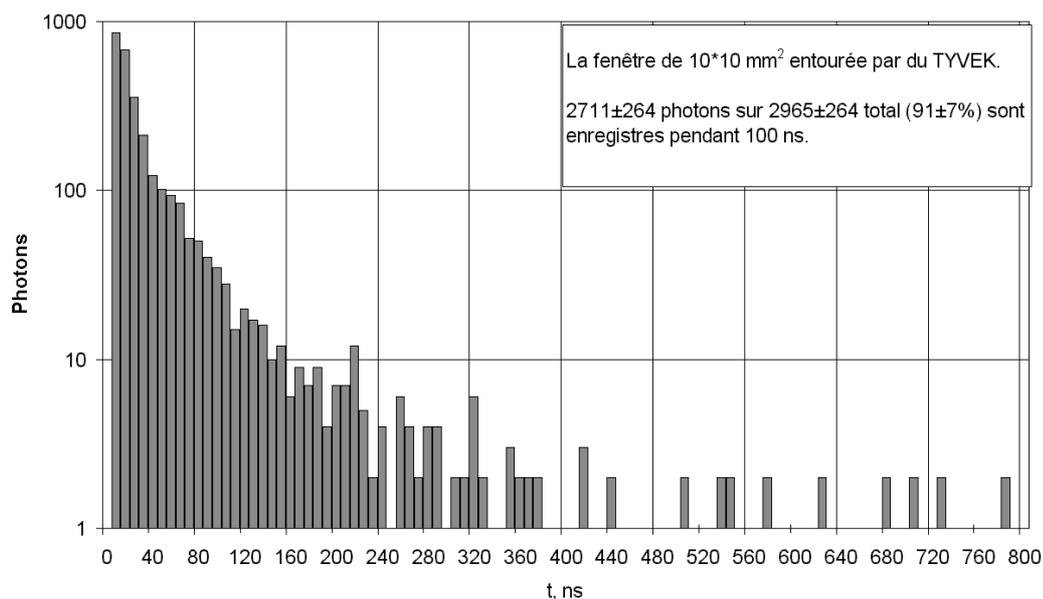
**Figure 3.12 (b) : Le gradient des densités des flux des photons qui sont arrivés à la photocathode du PM à travers le couplage optique et sont enregistrés.**

Nous avons aussi étudié les possibilités de réduire l'empilement des signaux dans le calorimètre par l'utilisation d'un emballage absorbant sur la face de sortie du PWO autour du photodétecteur. Dans ce cas, seulement les photons qui arrivent à la photocathode par des trajectoires avec une quantité de réflexions minimale sont enregistrés. Au contraire, la majorité des photons qui ont des trajectoires longues et compliquées seront supprimés par la matière absorbante. Cependant, on n'a pas trouvé d'amélioration des paramètres de temps de détection dans les simulation avec des cristaux du PWO de 230 mm de longueur et de longueur d'absorption d'environ 1 m à la longueur d'onde de 500 nm. Les Figures 3.13 (a,b) présentent les cinétiques d'enregistrement des photons sur la photocathode du PM. L'analyse

des données montre que la quantité de photons par unité de temps diffère seulement pendant les premières 50-75 ns de l'échelle en temps. Pour les deux cas avec la fenêtre entourée par de la matière réfléchissante ou absorbante, 91% des photons arrivent au photodétecteur pendant les premières 100 ns. Mais, la collection de lumière est réduite de 30% par l'utilisation de la matière absorbante.



**Figure 3.13 (a) : Les cinétiques d'enregistrement des photons sur la photocathode du PM.**

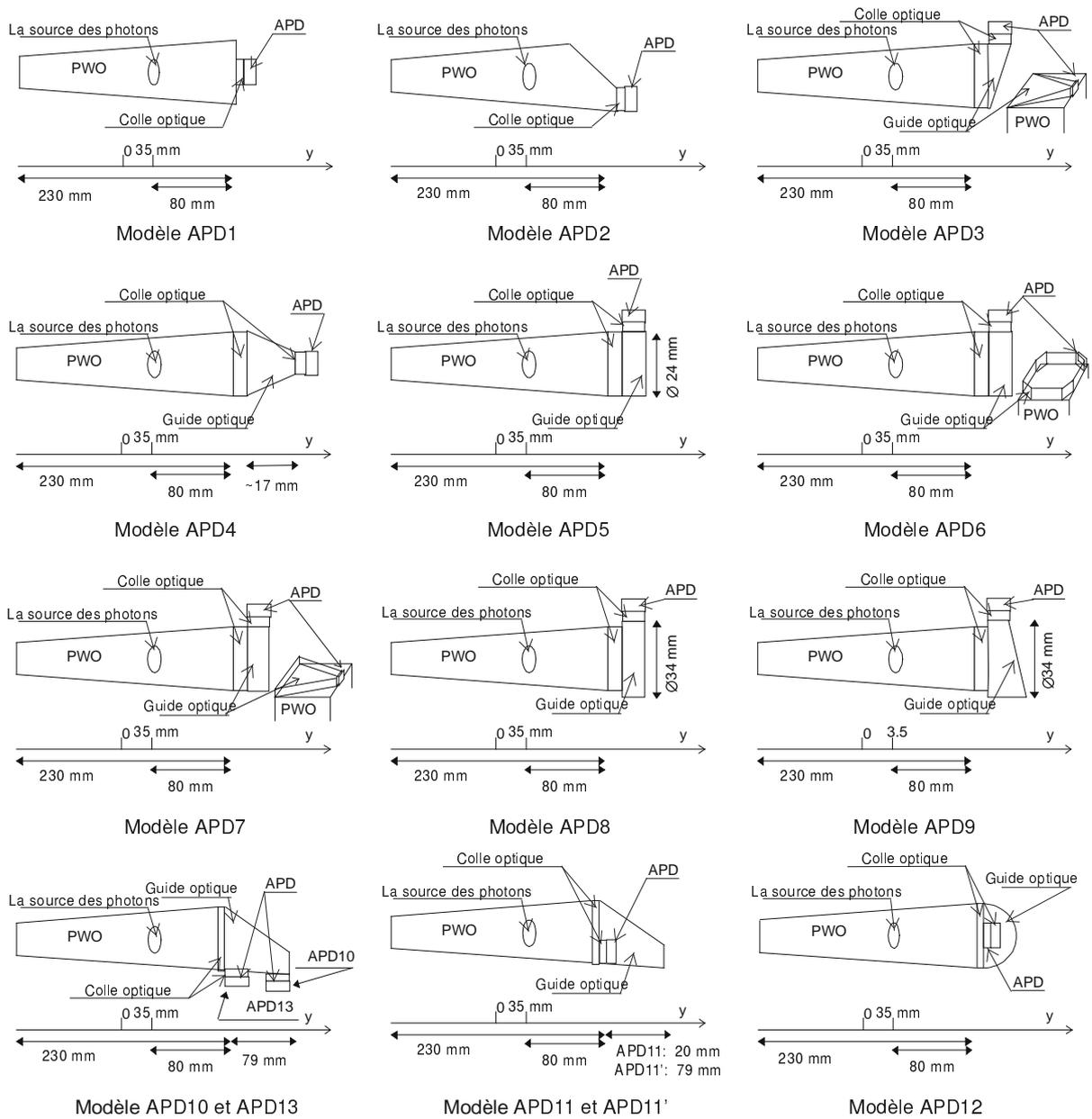


**Figure 3.13 (b) : Les cinétiques d'enregistrement des photons sur la photocathode du PM.**

Pour vérifier les résultats de simulation on peut faire la comparaison des résultats présentés dans la Figure 3.13 avec les résultats expérimentaux présentés dans la Figure 3.8. Comme nous l'avons déjà noté dans les expériences (voir Figure 3.8) la collection de lumière augmente d'environ 25% avec l'utilisation de matière réfléchissante et diffusante autour de la zone sensible du détecteur de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$ . Selon les données présentés dans la Figure 3.13 (a,b) la proportion entre la quantité de photons enregistrés dans le cas de l'utilisation d'une fenêtre entourée par du Tyvek<sup>®</sup> et d'une fenêtre entourée par une matière absorbante à 100% est de 1,48. Cependant il faut corriger ce résultat par la différence entre la matière absorbante à 100% simulée et le Tedlar<sup>®</sup> de couleur noire utilisé dans l'expérience. On peut estimer la correction par l'analyse des données présentées dans la Figure 3.11 (a). Elle est égale à 0.82 pour le cas de la fenêtre de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$ . Alors, finalement nous obtenons une proportion de 1,21 qui est en bon accord avec les résultats expérimentaux.

#### *3.4.4 Résultats des simulations du transport de lumière dans le système cristal-APD*

Les différents types de systèmes étudiés qui incluent des guides optiques de formes variées ont présentés dans la Figure 3.14. Dans les modèles APD3, APD4, APD5, APD6, APD7, APD8, APD9, APD10, APD11, APD11', APD12 et APD13 les guides optiques simulés sont faits de plexiglas ou de verre de quartz avec des emballages en Tyvek<sup>®</sup> ou en Mylar<sup>®</sup>, dans le modèle APD2 le guide optique est une partie non-séparée du cristal, dans le modèle APD1, l'APD est installée sur la face de sortie du cristal et les autres parties de la face de sortie sont simulées comme emballées par du Tyvek<sup>®</sup> (la fenêtre entourée par le réflecteur diffus), dans les modèles APD11, APD11' et APD12, les APD sont installées à l'intérieur du guide optique avec la face arrière installée contre le cristal. Dans tous les cas, le cristal est simulé comme emballé par du Tyvek<sup>®</sup>. La colle optique est simulée comme du Meltmount<sup>®</sup>. Pendant les simulations les points d'émissions des photons sont positionnés comme il est montré dans la Figure 3.3. Les résultats des simulations sont présentés dans le Tableau 3.3.



**Figure 3.14 : Les modèles simulés.**

**Tableau 3.3 : Les résultats des simulations avec les modèles APD 1-13.**

<b>Modèle</b>	<b>Matière du guide optique</b>	<b>L'emballage du guide optique</b>	<b>La distance entre le centre d'émission des photons et la face de sortie du cristal, mm</b>	<b>La proportion entre la quantité de photons sortant et enregistrés, %</b>	<b>La quantité de lumière émise normalisée à celle du modèle APD1, %</b>
APD1	-	-	80	1,38±0,05	1
APD2	-	Mylar <sup>®*</sup>	80	0,97±0,05	0,70
APD2	-	Mylar <sup>®*</sup>	115	1,02±0,05	0,74
APD2	-	Mylar <sup>®*</sup>	160	1,12±0,05	0,81
APD2	-	Mylar <sup>®*</sup>	220	1,25±0,05	0,91
APD3	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,85±0,05	0,62
APD3	Verre de quartz	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,79±0,05	0,57
APD3	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	80	0,80±0,05	0,58
APD3	Verre de quartz	Mylar <sup>®</sup>	80	0,80±0,05	0,58
APD3	Plexiglas	Dessus et bas – Tyvek <sup>®</sup> , les côtés – Mylar <sup>®</sup>	80	0,80±0,05	0,58
APD3	Verre de quartz	Dessus et bas – Tyvek <sup>®</sup> , les côtés – Mylar <sup>®</sup>	80	0,76±0,05	0,55
APD4	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,83±0,05	0,60
APD4	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	80	0,72±0,05	0,52
APD5	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,80±0,05	0,58
APD5	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	80	0,83±0,05	0,60
APD5	Plexiglas	Dessus Tyvek <sup>®</sup> , les côtés Mylar <sup>®</sup>	80	0,82±0,05	0,59
APD6	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,77±0,05	0,56
APD7	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,76±0,05	0,55
APD8	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,75±0,05	0,54

1	2	3	4	5	6
APD8	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	80	0,69±0,05	0,50
APD9	Plexiglas Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup> Mylar <sup>®</sup>	80 80	0,65±0,05 0,59±0,05	0,47 0,43
APD10	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,65±0,05	0,47
APD10	Plexiglas	Dessus – Tyvek <sup>®</sup> , les côtés – Mylar <sup>®</sup>	80	0,57±0,05	0,41
APD11	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,63±0,05	0,46
APD11	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	80	0,63±0,05	0,46
APD11	Plexiglas	Dessus – Mylar <sup>®</sup> , les côtés – Tyvek <sup>®</sup>	80	0,62±0,05	0,45
APD11	Plexiglas	Dessus – Tyvek <sup>®</sup> , les côtés – Mylar <sup>®</sup>	80	0,65±0,05	0,47
APD12	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,54±0,05	0,39
APD12	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	80	0,65±0,05	0,47
APD11'	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,54±0,05	0,39
APD11'	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	80	0,47±0,05	0,34
APD11'	Plexiglas	Dessus – Mylar <sup>®</sup> , les côtés – Tyvek <sup>®</sup>	80	0,41±0,05	0,30
APD11'	Plexiglas	Dessus – Tyvek <sup>®</sup> , les côtés – Mylar <sup>®</sup>	80	0,43±0,05	0,31
APD13	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	0,46±0,05	0,33
APD13	Plexiglas	Dessus – Tyvek <sup>®</sup> , les côtés – Mylar <sup>®</sup>	80	0,47±0,05	0,34

\* emballage de la partie tronquée du cristal.

Comme on peut le voir dans le Tableau 3.3., le modèle APD1 qui est le plus simple, fournit les meilleurs conditions de collection de lumière. Selon le théorème de Liouville il n'y a pas de possibilité de concentrer le flux de lumière qui sort du scintillateur de manière isotropique sur un petit photodétecteur avec un guide optique ou un objectif [109]. Cependant, les simulations de ces modèles nous ont permis de choisir le types de guides de lumière les

plus encourageants pour les études de méthode de concentration d'un flux fluorescent qui sera discuté plus bas dans le paragraphe 3.6.1.

La question importante dans chaque simulation est celle de la certitude statistique des résultats obtenus. Nous avons fait une série spéciale de simulations avec le modèle APD1 dans lesquelles nous avons varié la valeur aléatoire d'origine. L'analyse statistique effectuée montre que le logiciel CRISTAL a une stabilité de résultats dans la limite de 4% (le nombre moyen des photons enregistré est 674,  $\sigma = 27$ ).

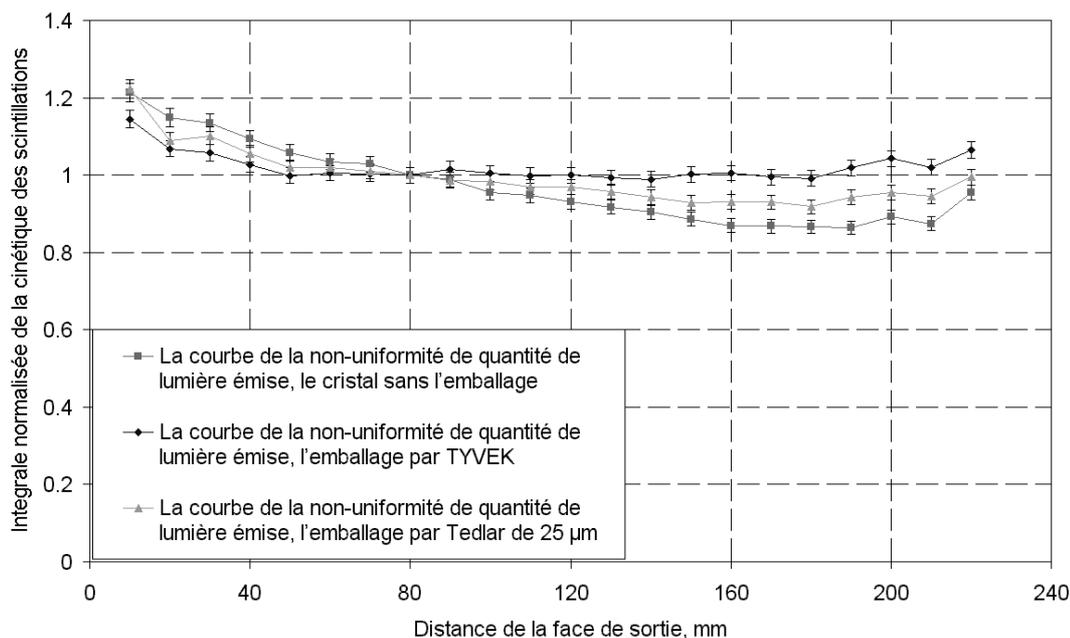
### **3.5 Influence des types différents d'emballages des cristaux sur la non-uniformité de quantité de lumière émise par les cristaux de PWO**

#### *3.5.1 Résultats expérimentaux*

Le système ACCOS a été développé principalement pour l'organisation du contrôle des paramètres des cristaux scintillants dans les conditions de production en série (voir le chapitre 4). Cependant, au cours des tests il s'est montré également comme un instrument scientifique commode pour l'étude des paramètres des cristaux et des possibilités de leur application. En particulier le système ACCOS a été utilisé pour les études de l'influence des différents types d'emballage des cristaux sur les conditions de collection de lumière et sur la non-uniformité de quantité de lumière émise.

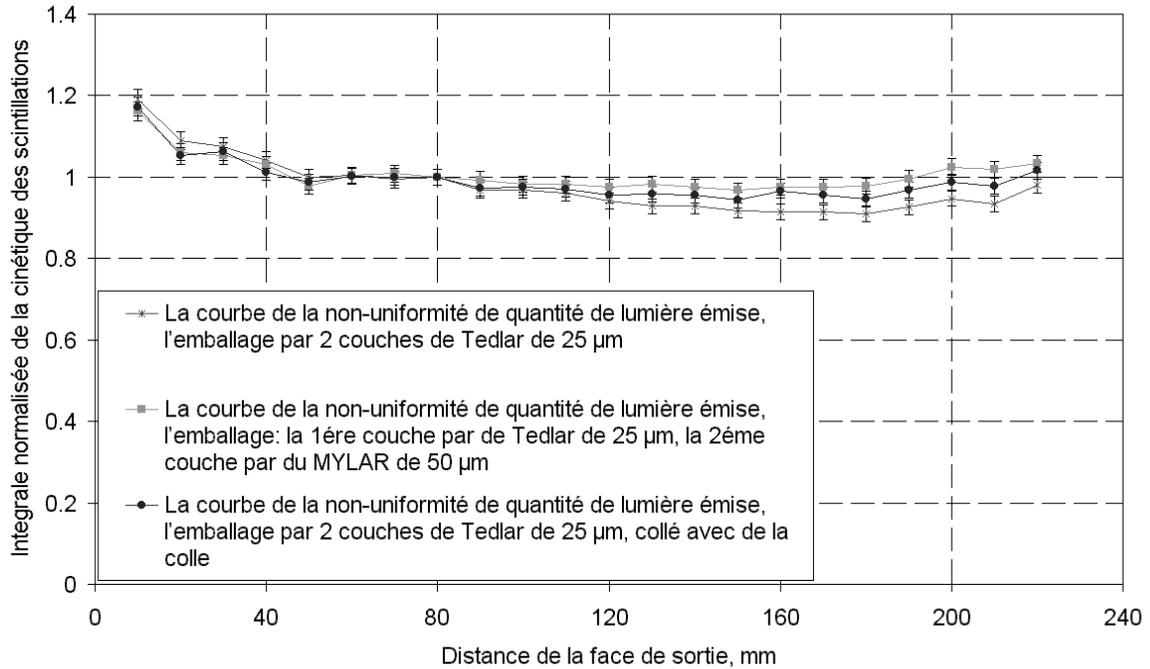
La Figure 3.15 présente les courbes de la non-uniformité de quantité de lumière émise par un cristal de PWO (de longueur de 230 mm, la face de sortie légèrement éraflée, l'un des côtés est dépoli), obtenues avec l'utilisation d'emballages différents : 1) le cristal sans l'emballage, 2) avec un emballage de Tyvek<sup>®</sup>, avec un emballage de Tedlar<sup>®</sup> de type TWH10BE3 d'épaisseur de 25  $\mu\text{m}$ .

On peut voir que l'utilisation de matière réfléchissante diffusante améliore la non-uniformité de la quantité de lumière émise par le cristal. Le Tedlar<sup>®</sup> d'épaisseur de 25  $\mu\text{m}$  ne fournit pas un niveau d'uniformité de quantité de lumière émise suffisante à cause de leur transmission optique relativement élevée pour une telle épaisseur. D'après nos résultats leur transmission optique du Tedlar TCW10BG1<sup>®</sup> avec une l'épaisseur de 25  $\mu\text{m}$  est de 7-8% dans la région de 400 à 700 nm.



**Figure 3.15 : Courbes de la non-uniformité de la quantité de lumière émise hors du cristal de PWO (longueur du cristal – 230 mm, la face de sortie légèrement éraflée, l'un des côtés est dépoli) obtenues avec d'utilisation d'emballages différents.**

Pour obtenir un niveau acceptable de non-uniformité de la quantité de lumière émise et, en même temps, diminuer l'espace entre les cristaux par rapport au Tyvek<sup>®</sup> nous avons étudié la possibilité d'utilisation d'un emballage en deux couches minces combinées. La Figure 3.16 présente les courbes de non-uniformité de la quantité de lumière émise hors du même cristal de PWO (longueur du cristal – 230 mm, face de sortie légèrement éraflée, un des côtés dépoli), obtenues avec l'utilisation d'un emballage de deux couches différentes : 1) emballage de deux couches de Tedlar<sup>®</sup> de type TWH10BE3 avec une épaisseur de chaque couche de 25 µm ; 2) emballage avec une couche interne de Tedlar<sup>®</sup> de type TWH10BE3 d'épaisseur de 25 µm, et une couche externe de Mylar<sup>®</sup> aluminisé d'épaisseur de 50 µm ; 3) un emballage de deux couches de Tedlar<sup>®</sup> de type TWH10BE3 avec une épaisseur de 25 µm pour chaque couche, collé avec de la colle au lieu de la bande collant « scotch » qui est utilisé normalement et qui a une influence négative sur les propriétés réfléchissantes de l'emballage dans le cas de l'utilisation d'une matière très mince et partiellement transparente.



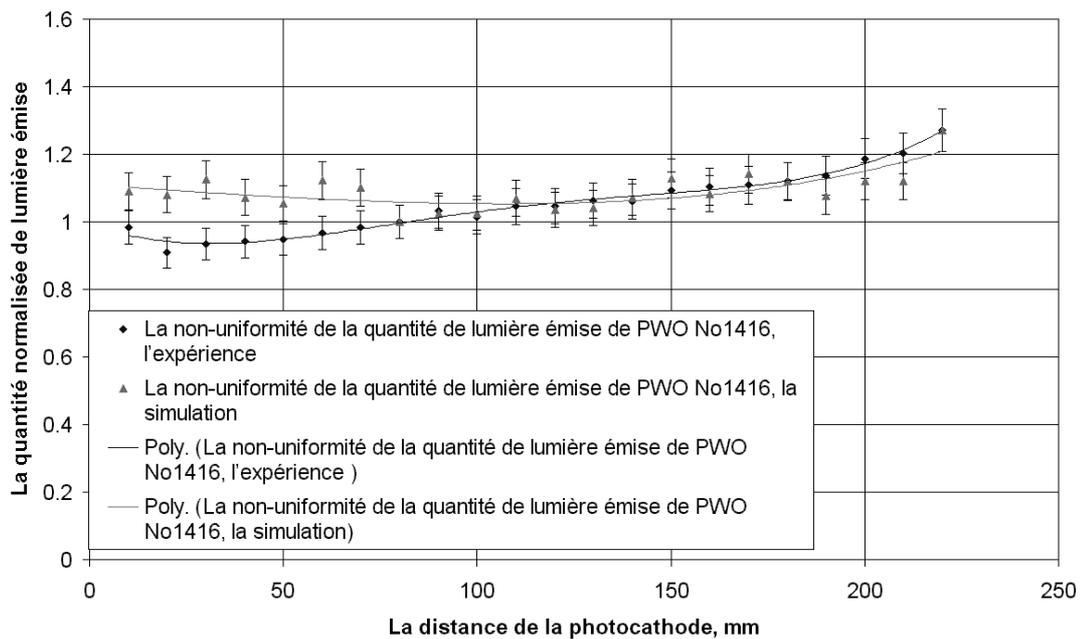
**Figure 3.16 : Courbes de la non-uniformité de la quantité de lumière émise hors du cristal de PWO (longueur du cristal – 230 mm, face de sortie légèrement éraflée, l’un des côtés dépoli) obtenus avec l’utilisation d’emballage avec deux couches différentes.**

Comme on peut le voir en comparant les courbes des Figures 3.15 et 3.16 l’utilisation d’une deuxième couche de Tedlar® de 25 µm ne fait pas d’amélioration significative sur les résultats. En même temps l’utilisation de la colle pour coller l’emballage améliore un peu la courbe. Le résultat le plus intéressant de cette série de mesures est que l’utilisation d’un emballage en deux couches avec une couche interne en Tedlar® avec une épaisseur de 25 µm et une couche externe en Mylar® aluminisé avec une épaisseur de 50 µm fournit le même niveau de non-uniformité de la quantité de lumière émise que celle obtenu avec du Tyvek® d’épaisseur 200 µm et tout en diminuant l’épaisseur de l’emballage d’environ 60%. Finalement la solution adoptée par la collaboration CMS est une aluminisation interne des alvéoles de supports des cristaux.

### 3.5.2 Résultats des simulations du transport des photons dans les systèmes cristal-PM

Nous avons fait des simulations de la non-uniformité de quantité de lumière émise le long du cristal de PWO. Les résultats des simulations et les mesures obtenues avec le système ACCOS Prototype 0 [110] sont présentées dans la Figure 3.17. Les simulations par la méthode de Monte-Carlo montrent un bon accord avec les données expérimentales dans la

région des distances de 70 à 220 mm de la photocathode du PM. Nous expliquons la divergence qui apparaît dans la zone de distances de 0 à 70 mm par la construction spécifique de la fenêtre d'entrée du canal d'arrêt du système ACCOS Prototype 0 qui inclut un diffuseur de lumière supplémentaire, dont l'influence n'a pas été comptée dans les simulations. Le modèle utilisé dans ces simulations inclut une méthode simple d'installation du cristal directement sur la photocathode de PM à travers un couplage optique [111]. Les données sont normalisées à la valeur mesurée pour la position de la source de radiation ( $^{60}\text{Co}$ ) à 80 mm de la photocathode.



**Figure 3.17 : Résultats des simulations et des mesures de la non-uniformité de la quantité de lumière émise le long du cristal de PWO.**

### 3.6 Optimisation de la collection de lumière de scintillation dans la zone de contact du cristal avec le photodétecteur

#### 3.6.1 Évaluation par simulation de Monte-Carlo de la méthode de la concentration du flux fluorescent

La méthode de concentration par déplacement de longueur d'onde est bien connue et est utilisée pour l'augmentation du rendement de la collection de lumière dans le cas de basses quantités de lumière émises par les scintillateurs [22,109,112]. Cette méthode consiste en utilisation de guide de lumière, fabriqué avec un déplaceur de spectre. Un dépôt multicouches

qui est transparent pour les photons émis par le scintillateur mais est réfléchissante pour des photons re-émis avec un déplacement de longueur d'onde est déposé sur le guide optique. Ainsi, les photons re-émises se concentrent dans le guide de lumière et la probabilité de leur enregistrement augmente.

Pour les estimations des processus d'absorption des photons, de leur re-émission et de leur enregistrement par le photodétecteur nous avons également utilisé la modélisation de la diffusion de la lumière dans les systèmes cristal - photodétecteur prévus dans le programme CRISTAL.

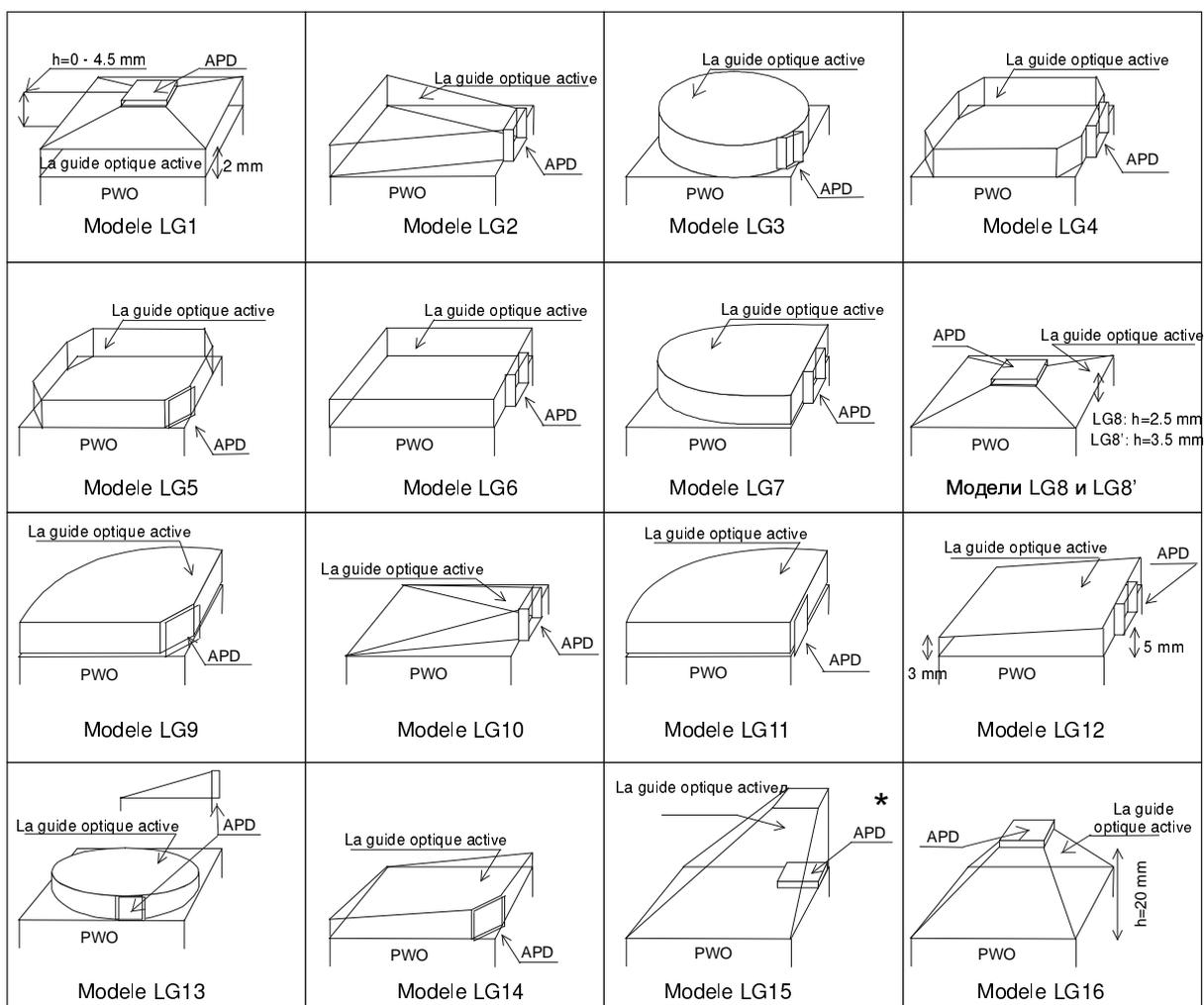
Pour prendre en compte les particularités du logiciel, les simulations des guides optiques avec un déplaceur de spectre incorporé à la matière sont faites par une méthode indirecte qui contient deux étapes : Dans la première nous avons simulé le système complet, y compris un cristal, le guide optique et l'APD (voir le paragraphe 3.4.4). Dans cette étape nous avons analysé la transmission des photons sortis du cristal et entrés dans le milieu du guide optique à travers une couche de colle optique (Meltmount<sup>®</sup>). Dans la deuxième étape nous avons simulé seulement le système guide optique – APD et des photons ont été générés de manière isotrope dans le guide optique proche de sa face d'entrée comme dans le cas d'un déplaceur de spectre réel. L'effet de réflexion aux frontières du guide a été simulé avec un l'emballage similaire à du Mylar<sup>®</sup> aluminisé. Dans la suite nous appellerons ce type de guide optique, un guide optique actif.

Les modèles de types de « guide optique – APD » sont présentés dans la Figure 3.18. Dans ces modèles le cristal n'est pas simulé et est montré seulement pour une meilleure compréhension. Le Meltmount<sup>®</sup> (non montré dans la figure) a été simulé comme de la colle optique. Les guides optiques ont été simulés en plexiglas ou en quartz ou comme une boîte vide emballée par une matière réfléchissante (Tyvek<sup>®</sup>, Mylar<sup>®</sup> ou aluminium déposé). Dans le modèle LG15 l'APD est positionnée à l'intérieur du guide optique avec la face arrière sur le cristal. Trois types de sources de photons différentes ont été simulées :

- 1) une source spatiale de sept points (voir la Figure 3.3) et positionnée au centre géométrique du guide optique qui émet 70000 photons au total ;
- 2) une source plane de cinq points (voir la Figure 3.3) et positionnée à 0,5 mm de la face inférieurs du guide optique qui émet 50000 photons au total ;
- 3) pour le modèle LG1 a été simulé la source plane de cinq points (voir la Figure 3.3) et positionnée à 1 mm de la face inférieure du guide optique qui émet 50000 photons au total.

Dans les Tableaux 3.4. (la source de type 1) et 3.5 (la source de type 2) les résultats de simulations de modèles sont identiques, effectués avec des nombres différents de photons

émis. Pour le modèle LG3, les résultats comparés avec deux nombres différents de photons émis montrent un accord de 2-3%. Dans le Tableau 3.6 les résultats des simulations pour le modèle LG1 quand la taille du guide optique est modifiée avec deux épaisseurs de conversions du déplaceur de spectre de 0.5 et 1 mm respectivement (les sources de types 2 et 3 respectivement).



**Figure 3.18 : Les modèles simulés.**

**Tableau 3.4 : Les résultats des simulations avec les modèles LG 1-16 (une source spatiale de sept points).**

Modèle	Matière du guide optique	Emballage du guide optique	Proportion entre la quantité de photons enregistrés et initialement émis, %
LG3	Plexiglas	Tyvek®	26,0 ± 0,2
LG3	Plexiglas	Mylar®	25,3 ± 0,2

1	2	3	4
LG3	Plexiglas	Aluminium déposé	22,4 ± 0,2
LG3	Plexiglas	Dessus et bas Tyvek <sup>®</sup> , les côtés – Mylar <sup>®</sup>	25,1 ± 0,2
LG3	Boîte vide	Tyvek <sup>®</sup>	9,5 ± 0,1
LG3	Boîte vide	Aluminium déposé	10,7 ± 0,1
LG3	Boîte vide	Dessus et bas Tyvek <sup>®</sup> , les côtés aluminium	9,3 ± 0,1
LG6	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	24,8 ± 0,2
LG6	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	25,1 ± 0,2
LG6	Plexiglas	Aluminium déposé	22,1 ± 0,2
LG6	Plexiglas	Dessus et bas Tyvek <sup>®</sup> , les côtés aluminium	22,6 ± 0,2
LG6	Plexiglas	Dessus et bas Tyvek <sup>®</sup> , les côtés Mylar <sup>®</sup>	24,3 ± 0,2
LG7	Plexiglas	Dessus et bas Tyvek <sup>®</sup> , les côtés Mylar <sup>®</sup>	24,7 ± 0,2
LG9	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	24,2 ± 0,2
LG9	Plexiglas	Dessus et bas Tyvek <sup>®</sup> , les côtés Mylar <sup>®</sup>	22,7 ± 0,2
LG11	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	23,4 ± 0,2
LG11	Plexiglas	Dessus et bas Tyvek <sup>®</sup> , les côtés Mylar <sup>®</sup>	22,31 ± 0,2
LG15	Plexiglas	Dessus et bas Tyvek <sup>®</sup> , les côtés Mylar <sup>®</sup>	13,6 ± 0,1
LG16	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	12,9 ± 0,1
LG16	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	13,6 ± 0,1

**Tableau 3.5 : Les résultats des simulations avec les modèles LG 1-16 (une source plane de cinq points).**

<b>Modèle</b>	<b>Matière du guide optique</b>	<b>Emballage du guide optique</b>	<b>Proportion entre la quantité des photons enregistrés et initialement émis, %</b>
LG2	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	27,4 ± 0,2
LG2	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	27,7 ± 0,2
LG3	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	26,5 ± 0,2
LG3	Plexiglas	Aluminium déposé	22 ± 0,2
LG3	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	24,1 ± 0,2
LG3	Boîte vide	Aluminium déposé	11,0 ± 0,2
LG4	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	26,4 ± 0,2
LG5	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	25,7 ± 0,2
LG5	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	25,0 ± 0,2
LG5	Plexiglas	Dessus Tyvek <sup>®</sup> , les autres Mylar <sup>®</sup>	25,5 ± 0,2
LG6	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	24,7 ± 0,2
LG8'	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	19,9 ± 0,2
LG8	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	19,7 ± 0,2
LG10	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	23,7 ± 0,2
LG10	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	21,2 ± 0,2
LG10	Plexiglas	Dessus Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	23,1 ± 0,2
LG10	Plexiglas	Dessus et bas Mylar <sup>®</sup> , les côtés Tyvek <sup>®</sup>	21,5 ± 0,2
LG10	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	23,1 ± 0,2
LG12	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	22,4 ± 0,2

1	2	3	4
LG12	Plexiglas	Bas et la côté contre de la APD Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	22,2 ± 0,2
LG13	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	21,9 ± 0,2
LG13	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	18,6 ± 0,2
LG14	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	17,4 ± 0,2
LG14	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	16,1 ± 0,2
LG16	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	12,9 ± 0,2

Tableau 3.6 : Les résultats des simulations avec le modèle LG 1 (une source plane de cinq points).

Modèle	Matière du guide optique	Emballage du guide optique	Taille du guide optique, mm	Proportion entre la quantité de photons enregistrés et initialement émis, %
LG1 *	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	1,5	20,7 ± 0,2
LG1 *	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	2,5	19,2 ± 0,2
LG1 *	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	3,5	18,2 ± 0,2
LG1 *	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	4,5	17,4 ± 0,2
LG1 **	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	1,5	20,9 ± 0,2
LG1 **	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	2,5	19,1 ± 0,2
LG1 **	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	3,5	18,3 ± 0,2
LG1 **	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	4,5	17,6 ± 0,2

\* La source de type 2.

\*\* La source de type 3.

Pour les quelques modèles les plus prometteurs de la Figure 3.14 nous avons fait une analyse plus détaillée des trajectoires des photons dans le système pour déterminer les proportions entre la quantité de photons émis dans le cristal et ceux qui sont entrés dans le guide optique. Les résultats de l'analyse sont présentés dans le Tableau 3.7.

**Tableau 3.7 : Les proportions entre la quantité de photons émis dans le cristal et ceux qui sont entrés dans le guide optique.**

<b>Modèle</b>	<b>Distance entre le centre de l'émission des photons et la face de sortie du cristal, mm</b>	<b>Proportion entre la quantité des photons émis et ceux qui sont entrés dans le guide optique, %</b>
APD4	80	31,4 ± 0,2
APD6	80	30,8 ± 0,2
APD5	80	25,1 ± 0,2
APD7	80	20,7 ± 0,2

En combinant les données des Tableaux 3.5, 3.6 et 3.7 on peut évaluer l'effet maximal d'utilisation du déplaceur de spectre en comptant l'efficacité de conversion à 100%. Les résultats sont présentés dans le Tableau 3.8. Pour des calculs finaux nous avons choisi le seul type d'emballage de guide optique qui nous semblait simuler de manière plus précise le guide optique réel avec un déplaceur de spectre et un dépôt semi-transparent sur la face inférieure du guide optique.

**Tableau 3.8 : Évaluation de l'effet maximal d'utilisation du déplaceur de spectre.**

<b>Modèle complet + modèle de système de guide optique – APD</b>	<b>Emballage du guide optique</b>	<b>Proportion entre les photons émis et enregistré dans l'APD, %</b>
APD6 + LG5	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	7,7 ± 0,1
APD4 + LG8	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	6,2 ± 0,1
APD4 + LG8'	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	6,2 ± 0,1
APD5 + LG3	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	6,0 ± 0,1
APD7 + LG2	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	5,7 ± 0,1

Finalement l'utilisation d'un déplaceur de spectre permet de collecter environ de 6 à 8 % de photons émis par le cristal en comparaison des 1,4 % qui est obtenu dans le cas de l'installation de l'APD directement sur le cristal dans la fenêtre entouré par un réflecteur diffusante de Tyvek<sup>®</sup> (voir la Tableau 3.3., le modèle APD1). Bien sur, l'efficacité de conversion du guide optique actif réel est inférieure à 100%, cependant il peut être d'environ de 70-80% et même dans ce cas un gain positif est encore obtenu mais seul le résultat d'un test expérimental permettra finalement de conclure.

Ces expériences ont été partiellement effectuées au Laboratoire d'Annecy de Physique des Particules (Annecy-le-Vieux) [113]. Les mesures préliminaires ont été effectuées avec un système expérimentale correspondant au modèle LG6. La valeur expérimentale de la proportion entre la quantité des photons enregistrés dans l'APD et la quantité des photons émis dans le guide optique actif est de  $21,5 \pm 0.5\%$ , qui est assez proche au résultat de la simulation égale à  $24,7 \pm 0.2\%$  (voir la Tableau 3.5).

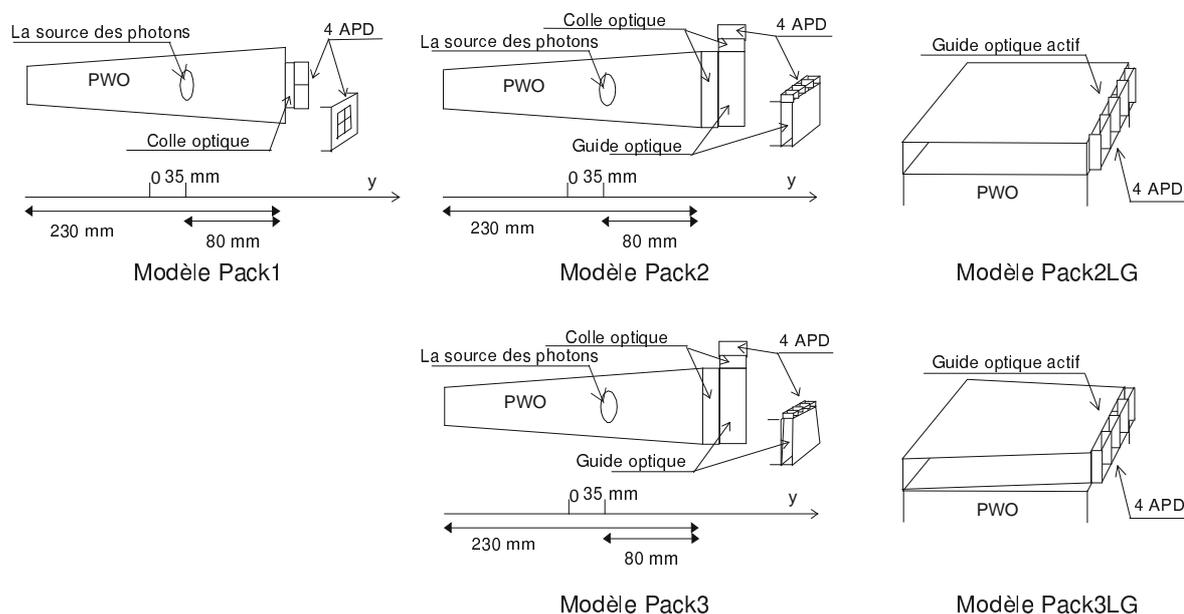
Les résultats obtenues nous permettent de conclure que l'utilisation du déplaceur de spectre avec la méthode de concentration du flux fluorescent augmente la collection de lumière, et pourrait être profitable pour l'utilisation des cristaux de PWO dans des expériences avec des niveaux d'énergies plus bas qu'au LHC (moins de 1 GeV) [86].

### *3.6.2 Évaluation par simulation de Monte-Carlo de l'effet d'utilisation du système « 4 APD dans un package »*

Pendant un temps les producteurs d'APD ont proposé une utilisation de 4 APD installées dans un même package. Nous avons évalué les avantages possibles de ce type de photodétecteur. La Figure 3.19 présente les modèles évalués. Dans les modèles Pack1, Pack2 et Pack3 le cristal a été emballé par du Tyvek<sup>®</sup>, dans le modèle Pack1 les 4 APD sont installées sur la face de sortie du cristal et l'autre part de la face de sortie a été simulée comme emballée par du Tyvek<sup>®</sup> (la fenêtre entourée par le réflecteur diffus), dans les modèles Pack2, Pack3, Pack2LG et Pack3LG le guide optique a été simulé comme fait de plexiglas ou de quartz avec un emballage en Tyvek<sup>®</sup> ou en Mylar<sup>®</sup>. Dans ces modèles le cristal de PWO n'a pas été simulé et est montré dans les dessins uniquement pour une meilleure compréhension. Le Melmount<sup>®</sup> (non montré dans les dessins) a été simulé comme de la colle optique. Dans les modèles Pack1, Pack2 et Pack3 les points d'émission des photons sont positionnés comme il est montré dans la Figure 3.3. Les résultats des simulations sont présentés dans le Tableau 3.9.

Comme on peut le voir avec la comparaison des résultats obtenus pour modèles Pack1 (Tableau 3.3) et APD1, l'utilisation d'un système de « quatre APD en un package » augmente

la collection de lumière de manière non-proportionnelle à l'augmentation de la surface, à cause de l'effet de concentration.



**Figure 3.19 : Les modèles avec 4 APD installées dans un package.**

**Tableau 3.9 : Les résultats des simulations avec les modèles des 4 APD installées dans un package.**

Modèle	Matière du guide optique	Emballage du guide optique	Distance entre le centre de l'émission des photons et la face de sortie du cristal, mm	Proportion entre de la quantité des photons émis et ceux qui sont enregistrés dans l'APD, %
Pack1	-	-	80	$5,0 \pm 0,1$
Pack2	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	$2,6 \pm 0,1$
Pack2	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	80	$2,5 \pm 0,1$
Pack2LG	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	*	$37,7 \pm 0,3$
Pack2LG	Plexiglas	Mylar <sup>®</sup>	*	$39,0 \pm 0,3$
Pack2LG	Plexiglas	Dessus et bas Tyvek <sup>®</sup> , les côtes Mylar <sup>®</sup>	*	$38,2 \pm 0,3$

1	2	3	4	5
Pack2LG	Plexiglas	Bas Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	*	38,1 ± 0,3
Pack2LG	Plexiglas	La côté contre de la APD Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	*	37,7 ± 0,3
Pack3	Plexiglas	Tyvek <sup>®</sup>	80	2,6 ± 0,1
Pack3LG	Plexiglas	La côté contre de la APD Mylar <sup>®</sup> , les autres Tyvek <sup>®</sup>	*	36,7 ± 0,3

\* la source plane a positionné à 0,5 mm de la face bas de la guide optique.

En combinant les données des Tableaux 3.9 avec la quantité des photons qui sont arrivés au cristal sur le déplaceur de spectre obtenu pour le modèle Pack2 et égale à 29,4±0,2%, on peut évaluer l'effet maximal d'utilisation d'un déplaceur de spectre en comptant une efficacité de conversion à 100%. La proportion obtenu entre les photons émise et ceux enregistrés par l'APD est de 11,5±0,1%.

### 3.6.3 Évaluation par simulation de Monte-Carlo de processus dans un contact optique entre le cristal et l'APD

Nous avons étudié l'influence de la valeur de l'indice de réfraction du contact optique entre le cristal et l'APD en incluant l'évaluation de systèmes multicouches de contacts optique. Les modèles simulés sont présentés dans la Figure 3.20. Les résultats des simulations sont présentés dans le Tableau 3.10. La proportion entre les résultats obtenus pour les modèles OC1 et OC2 est 1,05. Les mesures expérimentales ont été faites avec l'utilisation d'un PM avec une fenêtre de 10×10 mm<sup>2</sup> entourée de Tyvek<sup>®</sup>. La proportion obtenue dans l'expérience est 1,03. Les résultats de mesures faits pour la détermination de l'influence d'une couche de quartz supplémentaire installée sur la fenêtre de sortie du cristal de 10×10 mm<sup>2</sup> qui est entourée avec des matières différentes sont présentés dans la Figure 3.21. Les résultats des expériences et les simulations montrent que l'utilisation de systèmes de contact optique multicouches ne permet pas l'amélioration de la collection de lumière.

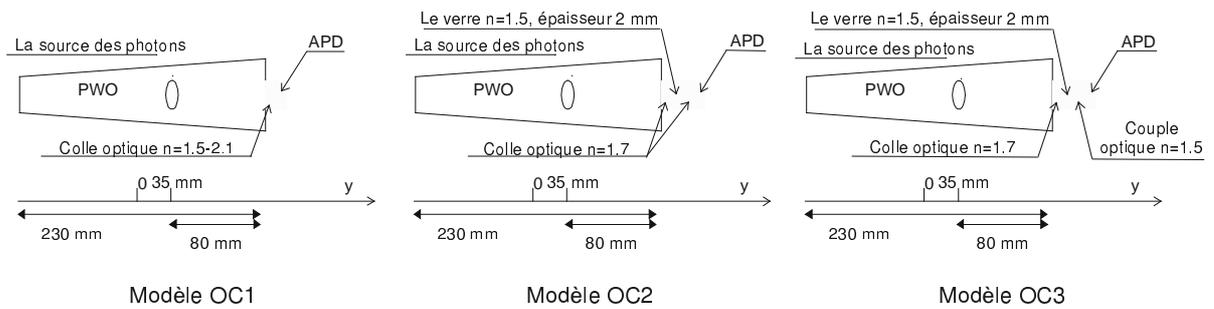


Figure 3.20 : Les modèles avec différents types de contact optique simulés.

Tableau 3.10 : Les résultats des simulations avec les modèles OS 1-3.

Indice de réfraction de la colle optique pour le modèle OC1	Proportion entre la quantité des photons émis dans le cristal et ceux qui sont arrivés à l'intérieur de la colle optique, %	Angle limite dans du cristal, degrés	Proportion entre la quantité des photons émis dans le cristal et ceux qui sont enregistrés dans l'APD, %
1,5	$1,7 \pm 0,1$	44	$0,97 \pm 0,04$
1,7	$2,3 \pm 0,1$	52	$1,4 \pm 0,04$
1,9	$2,7 \pm 0,1$	62	$1,6 \pm 0,05$
2,1	$3,3 \pm 0,1$	72	$1,8 \pm 0,05$
La modèle OC2	$2,2 \pm 0,1$	52	$0,81 \pm 0,04$
La modèle OC3	$2,2 \pm 0,1$	52	$0,77 \pm 0,04$

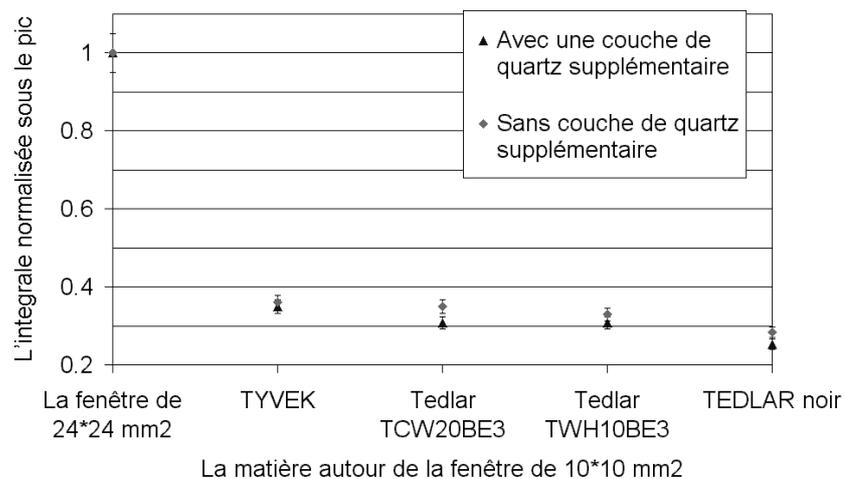


Figure 3.21 : Résultats des mesures faites pour la détermination de l'influence d'une plaque de quartz supplémentaire installée sur la fenêtre de sortie du cristal de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  qui est emballé par des matières différentes.

## CHAPITRE 4

### LA CERTIFICATION DES PARAMÈTRES DE SCINTILLATION DE CRISTAUX DE PWO PENDANT LEUR PRODUCTION EN SÉRIE

#### 4.1 Particularités de certification des cristaux de tungstate de plomb pour le projet de CMS pendant leur production en série

La production des scintillateurs de tungstate de plomb pour la construction de l'ECAL de la collaboration CMS est caractérisée par la particularité que la production en chaîne doit fonctionner avec une production maximale pendant plusieurs années pour produire les 83000 cristaux de PWO sans emmagasinage de la marchandise produite. Cela signifie qu'un défaut durant l'étape de production des cristaux peut causer de sérieux inconvénients pendant la construction du détecteur et peut influencer de manière critique négative le travail de toute la collaboration. Alors, la production et la livraison des cristaux ont besoin d'être suivies avec un système de mesures bien organisé qui fournit une production efficace des cristaux avec les paramètres requis en assurant un minimum de retours.

Les données expérimentales pour les propriétés physiques des cristaux scintillants de tungstate de plomb ont permis d'organiser un protocole de mesures nécessaires à exécuter avant la production des cristaux, pendant la production des cristaux, pendant la production des éléments scintillants (usinage), leur livraison et leur exploitation. On peut diviser toutes les mesures nécessaires en deux groupes, le premier nous l'appellerons mesures de certification et le deuxième nous l'appellerons mesures de contrôle.

**Les mesures de certification.** Nous définissons par là une série de mesures spécifiées qui fournissent des données pour le client, dans notre cas les experts de la collaboration de CMS, permettant d'accepter les cristaux pour le détecteur. Cette série de demandes est formée par le client en fonction des besoins du détecteur et dans le cas de CMS elle inclue une spécification des paramètres mécaniques (les dimensions et forme ainsi que les tolérances acceptées), des spécifications optiques et scintillantes (le spectre d'émission, la transmission pour différentes longueurs d'ondes optiques mesurées le long du cristal et transversalement, la quantité de lumière émise, la cinétique de scintillation et la non-uniformité de quantité de lumière émise) qui sont décrits dans le paragraphe suivant.

**Les mesures de contrôle.** Elles sont définies comme une série de mesures spécifiées qui fournissent des données avec lesquelles le producteur peut vérifier la reproductibilité des cristaux de tungstate de plomb et des éléments scintillants produit dans le cadre des

spécifications commandées par le client. Les mesures de contrôle incluent alors les mesures de certification aussi bien que la série des mesures supplémentaires aident à la reproductibilité des paramètres des cristaux pendant tout le temps de la production. En effet, les mesures de contrôle doivent fournir des informations sûres pour comprendre l'évolution de la technologie de production pendant la fabrication des cristaux, en particulier, pour CMS.

#### *4.1.1 Spécification sur les paramètres scintillants des cristaux de PWO du projet de CMS*

Dans le cadre des travaux pour la construction du calorimètre électromagnétique de haute précision de CMS, les paramètres les plus importants des cristaux de PWO ont été définis dans les références suivantes [13, 28, 110] et peuvent se diviser en 4 grand groupes :

##### **1. Le contrôle visuel de la qualité optique.**

C'est la procédure standard pour choisir des cristaux avec un étiquetage correct et sans défauts macroscopiques comme des bulles, défauts laiteux etc.

Pendant le contrôle visuel de la qualité optique il faut vérifier que :

- un code-barres individuel est installé dans la bonne position ;
- il n'y a pas de défauts mécanique visibles comme des amorces de fentes, égratignures, inégalités, taches, craquelures ;
- il n'y a pas de voiles ou de défauts dans le cœur du cristal ;
- un cristal doit être transparent et sans coloration ;
- toutes les faces du cristal sauf une, spécifique en fonction du type de cristal, doivent être polies.

##### **2. Les dimensions et forme ainsi que la rugosité des surfaces des éléments de PWO doivent être dans les tolérances acceptées à savoir :**

- les longueurs et les largeurs des cristaux doivent correspondre à celles qui sont spécifiés pour chaque type de cristaux avec des tolérances +0 mm, -0,1 mm ;
- les tolérances sur les angles des faces  $\leq 2$  mr ;
- les planéités de toutes les faces du cristal sont moins que  $\pm 0,02$  mm ;
- les chanfreins sont de 0,3 jusqu'à 0,7 mm ;
- les rugosités des faces polies :  $Ra < 0,020$   $\mu\text{m}$  ;
- les rugosités de la face non-polie :  $Ra < 0,20$   $\mu\text{m}$ .

##### **3. Spectres de Transmission Optique.**

**La transmission transversale.** Les spectres sont mesurés transversalement à l'axe du cristal sur environ 10-20 points le long de l'élément. Ces données permettent de contrôler la non uniformité de transmission provoquée par une éventuelle déviation de la qualité de la

technologie et des matières premières. Ce paramètre permettra de rejeter les mauvais cristaux et de prévoir la tenue des cristaux aux radiations.

La transmission transversale doit être mesurée avec une erreur absolue de  $\pm 0.5\%$  dans tout la région du spectre (de 300 à 700 nm) avec un minimum de 10 points le long du cristal.

**La transmission longitudinale.** Les spectres sont mesurés le long des éléments scintillants pour déterminer la longueur d'atténuation de la lumière dans le spectre de scintillation. Ce paramètre peut être utilisé pour l'uniformisation de la collection de lumière dans les éléments scintillants. En principe on peut recalculer la transmission longitudinale à partir des résultats de mesure de la transmission transversale. Mais dans le cas du PWO il est impossible d'utiliser cette méthode parce que la réflexion de Fresnel dépend de l'orientation de l'axe optique du cristal [110]. Normalement, l'orientation des axes de croissance des cristaux est connu relativement à l'axe cristallographique  $a$  dans des limites de  $\pm 5\%$ . Les limites de la transmission longitudinale sont :

- $T \geq 10\%$  pour des longueurs d'ondes de 350 nm ;
- $T \geq 55\%$  pour des longueurs d'ondes de 420 nm ;
- $T \geq 65\%$  pour des longueurs d'ondes de 600 nm ;
- la pente du bord du spectre de transmission longitudinale mesurée dans la région des longueurs d'ondes de 340 à 380 nm doit être  $S > 1,5\%/mm$ . Cette dernière condition peut servir comme critère de contrôle de la tenue aux irradiations. Ce critère est encore en cours d'évaluation.

#### **4. Les caractéristiques de la quantité de lumière émise, de la non-uniformité de quantité de lumière émise et du temps d'émission de scintillations.**

**La quantité de lumière émise.** C'est une mesure de l'efficacité de transformation de l'énergie des radiations ionisantes en énergie des photons de lumière visibles par le PM ou la photodiode à avalanche (APD). La quantité de lumière émise est exprimée en photoélectrons par MeV en tenant compte des efficacités quantiques des détecteurs.

La quantité de lumière émise est mesurée en plus de 10 points le long du cristal avec une évaluation de la non-uniformité de la quantité de lumière émise précise à 0,1% par longueur de  $X_0$ .

Comme nous l'avons vu (voir le paragraphe 3.3) la valeur de la quantité de lumière émise doit être supérieure à 8 photoélectrons/MeV dans le cas d'une mesure effectuée par un PM XP2262, quand toute la face arrière du cristal est en contact optique avec la photocathode (la fenêtre de sortie est de  $24 \times 24 \text{ mm}^2$ ) à travers de la graisse optique d'indice de réfraction  $n = 1,5$  (par exemple Rhodorsil) et avec un temps d'intégration de 100 ns, à la température de 18 °C, quand la source d'irradiation est à 80 mm de la face de sortie du cristal. Dans les

mêmes conditions de mesure, si l'on tient compte du dommage des cristaux sous irradiation, on peut établir une valeur minimale de la quantité de lumière émise mesurée de 10 photoélectrons/MeV.

**La non uniformité de la quantité de lumière émise (LYN).** C'est le changement relatif de la quantité de lumière émise le long de l'élément de scintillation. Habituellement, c'est une dépendance des valeurs de la quantité de lumière émise en fonction de la position de la source, mesurées en plusieurs points (10 ou plus) le long du cristal. Ce paramètre a une influence significative sur la précision des mesures de l'énergie des particules enregistrée par des détecteurs scintillants qui travaillent en régime d'absorption totale. LYN peut être exprimé en % par unité de longueur de radiation.

Une valeur supérieure de la non uniformité de la quantité de lumière émise a été fixée à  $0,35\%/X_0$  (voir le chapitre 3) et habituellement, elle est mesurée pour deux régions : de 35 à 115 mm et de 115 à 185 mm de la face avant du cristal.

**La cinétique de scintillation.** C'est une caractéristique qui décrit le changement de la valeur de la quantité de la lumière de scintillation émise avec le temps après l'impulsion d'excitation. Habituellement, elle représente la forme de l'impulsion de scintillation en fonction de temps enregistrée par une certaine méthode. En utilisant les paramètres de l'impulsion de scintillation il est possible de déterminer la quantité de la lumière émise dans une porte de durée choisie et d'évaluer la probabilité de l'empilement pour une rapidité de comptage spécifique du détecteur. Les paramètres de la cinétique de scintillation peuvent être présentés comme les temps d'émission des composants de la lumière de scintillation et de leurs amplitudes ou comme un certain nombre de photons de scintillation émis pendant les durées choisies.

La cinétique des scintillations doit satisfaire au critère suivant : le rapport entre les quantités de lumière émise mesurées avec des temps d'intégrations de 100 et de 1000 ns doit excéder les 90%. La postluminescence doit être  $\leq 0,5\%$  de l'amplitude de pic d'émission de spectre sous l'irradiation de la source de  $^{60}\text{Co}$  avec un taux de comptage de 1 MHz.

**Tenue à l'irradiation.** Dans le cas de la production des cristaux en série, il est assez difficile d'organiser de telles mesures pour chaque élément du PWO, en raison de l'importance des ressources humaines nécessaires. Néanmoins seulement certains cristaux provenant de lots différents peuvent être testés en détails à la tenue aux radiations, les autres devant être évalués par des mesures de certification de routine et par la corrélation de différents paramètres avec la tenue aux irradiations quand cela est possible [28,108].

Pour être considérés comme résistants aux radiations les cristaux doivent satisfaire aux conditions suivantes :

- l'absorption induite dans le cristal après saturation doit rester  $\mu \leq 1,5 \text{ m}^{-1}$  à la longueur d'onde de 420 nm dans les conditions d'irradiation latérales avec une source de  $^{60}\text{Co}$  pour une puissance de dose absorbé de plus de 10 krad/heure et pour une dose absorbée de plus de 50 krad ;
- la chute de la quantité de lumière émise doit être inférieure à 6% pour une l'irradiation frontale de la source de  $^{60}\text{Co}$  avec une puissance de dose absorbée de plus de 15 rad/h et une dose absorbée de plus de 200 rad ;
- l'absence de constantes de relaxation de dommages plus courtes que 1 heure.

Comme on peut voir, ces demandes de tenue aux irradiations sont moins contraignantes que celles qui ont été énoncées dans le paragraphe 3.3. La raison de cette différence est que notre évaluation a établi des limites supérieures des paramètres des cristaux qui correspondent aux conditions les plus dures d'exploitation des certains éléments du calorimètre électromagnétique.

Notre étude a montré que les spécifications requises pour les cristaux du calorimètre de CMS, concernant la quantité de lumière émise, de cinétique de scintillation et de tenue aux irradiations sont parfaitement adaptés (voir les paragraphes 1.5, 2.3).

#### *4.1.2 Méthodes et moyens pour les mesures de certification des paramètres des éléments scintillant de PWO*

##### **Les méthodes pour mesurer la quantité de lumière émise et la non-uniformité de la quantité de lumière émise :**

Les mesures de la quantité de lumière émise peuvent être effectuées par la méthode de spectroscopie des amplitudes en utilisant une source radioactive. Un système de ce type de mesures a été décrit dans le paragraphe 2.1.2.

Les mesures de la quantité de lumière émise (LY) et la non-uniformité de quantité de lumière émise (LYN) peuvent être effectuées en utilisant la forme du spectre ou la position du pic photoélectrique, avec des approximations appropriées et des extrapolations au besoin. Par exemple, s'il est assez bien séparé des événements Compton et du bruit du PM, la position de pic de photoabsorption totale  $N_{\text{Co}}$  dans le spectre d'amplitude des photons du  $^{60}\text{Co}$ , est proportionnelle à la quantité de lumière émise  $\text{LY} = C \times N_{\text{Co}}$ , où C est un coefficient de calibrage.

Comme la quantité de lumière émise pour le PWO est relativement petite (5-20 ph.e./MeV, c.-à-d., 6-24 photoélectrons dans le pic d'absorption totale du  $^{60}\text{Co}$ ), l'emballage réfléchissant du cristal et le couplage optique entre le cristal et le P.M. sont

fortement nécessaires. Ces conditions diminuent de manière significative la flexibilité et la rapidité de cette méthode de mesure et apportent des incertitudes systématiques supplémentaires. Cette méthode est acceptable pour des mesures dont la rapidité n'excède pas 2 ou 3 cristaux par heure.

Une autre méthode de mesure est la méthode des coïncidences retardées qui est utilisée dans le système ACCOS en utilisant le spectre de la cinétique de scintillation (voir paragraphe 4.2).

### **La mesure de la cinétique des scintillations.**

La méthode de comptage de « un photon » est connue et utilisée pour les mesures de faibles signaux dans la spectroscopie optique et pour mesurer la quantité de lumière émise. Dans ce cas la lumière des scintillations est réduite jusqu'à un niveau tel que les impulsions de PM de un-photon sont résolues en temps sans empilement. Dans ce cas on mesure la vitesse de comptage qui, après soustraction du bruit, est proportionnelle à la quantité de lumière émise. Cette approche est utilisée pour procéder à la mesure de la cinétique de scintillation, on utilise la méthode qui s'appelle la méthode du « démarrage – arrêt » ou méthode des coïncidences retardées [114,115] - largement appliquée pour les mesures de la durée des émissions de scintillations. La diminution de l'amplitude de scintillation en fonction du temps mène à l'augmentation de l'intervalle de temps moyen entre l'irradiation du PM par les photons différents. Alors, on mesure le temps d'arrivée des photons différents après l'excitation initiale. On utilise une source d'annihilation comme le  $^{22}\text{Na}$  qui émet simultanément dans deux directions opposées deux gammas d'annihilation avec une énergie de 511 keV. L'un des deux peut être utilisé dans un canal de démarrage pour produire un repère de l'instant de l'excitation ; tandis que le second excite la scintillation dans l'échantillon étudié, scintillation qui est détectée dans le canal d'arrêt.

### **Les méthodes de l'étude de tenue du PWO aux irradiations :**

Le système de contrôle de la tenue des cristaux aux radiations doit satisfaire aux conditions suivantes :

- il doit pouvoir effectuer des mesures de cristaux de grandes tailles (230 mm) aussi bien que des échantillons spéciaux ;
- les transmissions optiques doivent être mesurées pour des longueurs d'ondes spécifiées et pendant des cycles de mesures courts ;
- parce que le dommage induit par les radiations dépend de l'intensité d'irradiation il faut effectuer des mesures dans des conditions réelles. C'est à dire avec des intensités de radiations de 15 à 100 rad/h, ce qui correspond aux conditions réelles

des expériences prévues. Il faut ainsi faire un système approprié qui travaille en continu (jusqu'à quelques jours) en régime automatique ;

- le système doit effectuer les mesures de plusieurs cristaux en même temps.

Les méthodes et le système pour le contrôle de la tenue du PWO aux irradiations ont été décrit en détails dans le paragraphe 2.1.2 [40,46].

#### **Les mesures de la transmission optique.**

Le spectre régulier de transmission optique du cristal de PWO se compose d'un plateau dans l'intervalle de 500-700 nm suivi d'une courbe de transmission décroissante lisse dans la région au-dessous de 500 nm.

Des spectrophotomètres du type de Cary 1E (Varian) doté d'un équipement supplémentaire spécial développé pour l'installation d'échantillons longs (jusqu'à une longueur de 230 mm) ont été utilisés pour la mesure des spectres de transmission longitudinale des cristaux en laboratoire.

Pour le contrôle de la transmission optiques de la production en série nous avons utilisé des spectromètres optiques compacts développés spécialement comme composantes du système ACCOS qui est décrit ci-dessous.

#### **Les mesures de forme géométrique et des dimensions.**

Pour faire les mesures des dimensions et de la planéité des surfaces on peut appliquer les moyens standard utilisés déjà dans la production des barres de laser. Bien que ces méthodes puissent être utilisées dans les conditions de la production en série, il a été décidé d'utiliser une machine 3D, qui permet de mesurer dans les conditions de production une série de formes compliquées avec une grande précision. Parmi les nombreuses machines existant sur le marché avec des précisions équivalentes, le choix de la machine de Johansson [116] a été fait en raison de sa facilité d'adaptation avec l'ensemble compact des instruments de mesures optiques.

#### *4.1.3 Méthodes et moyens pour les mesures de contrôle des paramètres scintillants des éléments de PWO*

Discutons les mesures qui, ensemble avec les mesures de certification, forment le groupe des mesures de contrôle. Il est raisonnable de parler au sujet de ces mesures supplémentaires nécessaires dans l'ordre chronologique de la chaîne de production technologique.

#### **Le contrôle des paramètres de la matière première pour la croissance des cristaux.**

On peut effectuer le contrôle des paramètres de la matière première par les méthodes de l'analyse chimique ou par les mesures des paramètres des cristaux-pilotes qui sont produits

dans chaque série de matière première. Les paramètres suivants doivent être déterminés avant acceptation de chaque série de matière première à la production :

1. la conformité de la pureté de la matière première avec les demandes techniques de pureté de la matière première concernant différents éléments (notamment les éléments du groupe du fer, des terres rares, du molybdène) ;
2. la conformité de la matière première avec les demandes techniques pour la granularité ;
3. la conformité de la matière première avec les demandes techniques concernant la présence de composés organiques.

En principe, on peut contrôler ces trois types de paramètres par la combinaison des méthodes de l'analyse de GDMS (Glow Discharge Mass Spectrometry), de la microscopie optique et de l'analyse chimique. Pour le deuxième et le troisième type le producteur peut faire des mesures par lui-même, mais le premier type d'analyse doit être confié à une compagnie spécialisée dans l'analyse comme, par exemple, à Shiva Technology (France). Dans ce cas, en tenant compte de l'éloignement de l'exécuteur de l'analyse de GDMS, la fourniture des conclusions d'expert peut être retardée de 2-3 semaines, ce qui est inacceptable dans les conditions de la production en série.

C'est pourquoi nous avons proposé d'utiliser la production de cristaux-pilotes de petite taille. Dans les conditions de la production en série leur production prend seulement 2-3 jours avec l'utilisation d'un four et seulement 5 à 6 tirages par mois sont nécessaires pour une production de 700 à 800 cristaux par mois et une livraison de matière première par lots de 400 kg.

Les mesures de la transmission optique, de la cinétique des scintillations et de la tenue aux irradiations des cristaux-pilotes permettent de qualifier les paramètres nécessaires de la matière première.

La transmission optique donne une information sur la présence d'éléments du groupe du fer dans les cristaux, en particulier du fer dans les états de valence 2 et 3.

La cinétique des scintillations donne de l'information sur la présence du molybdène dans la matière première.

Les mesures de la transmission optique induite permettent de connaître quels types de centres de dommage apparaissent dans le cristal. La comparaison de la forme du spectre et de l'amplitude de l'absorption induite permet de détecter la présence des impuretés hétérovalentes, comme Eu, Yb, Fe, Cu [39].

### **Le contrôle de technologie.**

Le suivi des consignes technologiques est un point important dans la reproductibilité de la production et constitue la discipline technologique.

Un tel contrôle est réalisé par l'analyse des données obtenues pendant la certification. Il semble raisonnable d'effectuer l'analyse dans les trois directions suivantes :

1. Le calcul de paramètres certifiés moyens par lots de livraisons mensuelles chez le client. L'analyse des valeurs moyennes permet d'évaluer des tendances d'évolution de la production.
2. L'analyse des valeurs moyennes des paramètres des cristaux scintillants obtenus pendant une certaine période, par exemple, durant chaque mois pendant l'année, pour chaque four. Une telle analyse permet de s'assurer du bon suivi du processus technologique ainsi que du maintien des performances du matériel impliqué.
3. L'analyse des paramètres et des conditions de production des cristaux qui n'ont pas passés la certification pour empêcher la production de cristaux avec une qualité non-satisfaisante.

#### **Le contrôle de la tenue des cristaux aux irradiations.**

La tenue des cristaux aux irradiations est le paramètre le plus critique qui détermine le fonctionnement du calorimètre à long terme avec la résolution énergétique acceptable. C'est pourquoi, une attention considérable a été donnée à l'élaboration des méthodes de contrôle assurant la minimisation de la quantité de cristaux instables sous radiation pour le calorimètre.

Il est impossible de faire des mesures de tenues aux irradiations pour tous les cristaux livrés. Alors, pour l'évaluation de la tenue des cristaux aux irradiations nous utilisons la pente du bord de spectre de transmission longitudinale mesurée dans la région de longueurs d'ondes de 340 à 380 nm (voir paragraphe 3.1.1 et Figure 4.6 a). En même temps il semble raisonnable d'effectuer des mesures supplémentaires de la tenue aux irradiations pour une partie des cristaux scintillants avec le schéma suivant :

- a) Après le changement de matière première il faut faire des mesures d'absorption induite avec les parties hautes des cristaux pour la première et la dernière acceptable cristallisation. Cela demande de mesurer 10 parties hautes dans chaque lot de 100 cristaux.
- b) Dans le cas où une des mesures de l'étape (a) a donné une valeur d'absorption induite proche de la limite supérieure de la spécification pour une des longueurs d'ondes spécifiées, des contrôles aléatoires des cristaux longs sont nécessaires .

#### **Le contrôle durant le montage du détecteur.**

Ce contrôle est réalisé par l'analyse d'incidents lors de l'installation des cristaux dans le détecteur, qui ont causé leur destruction. Cette analyse doit permettre de corriger les fautes typiques qui ont provoqué la destruction des éléments.

**Le contrôle de l'évolution des paramètres des cristaux au cours de leur utilisation à long terme.**

Ce contrôle est effectué sur les données de monitoring optique des cristaux [47] et proposé pour suivre l'évolution inévitable des propriétés de détection des cristaux.

*4.1.4 Algorithme de selection des cristaux scintillants pour leur utilisation dans le calorimètre électromagnétique dans les conditions de la production en série*

Toutes les mesures nécessaires à la certification et au contrôle peuvent être effectuées dans le cadre du schéma de contrôle présenté dans la Figure 4.1. Ce schéma prévoit la participation aussi bien du producteur que de l'utilisateur des cristaux. D'autre part, une telle coordination pendant la production en série permet de standardiser les niveaux d'exécution des décisions. La hiérarchie d'exécution des décisions est présentée dans la Figure 4.2.

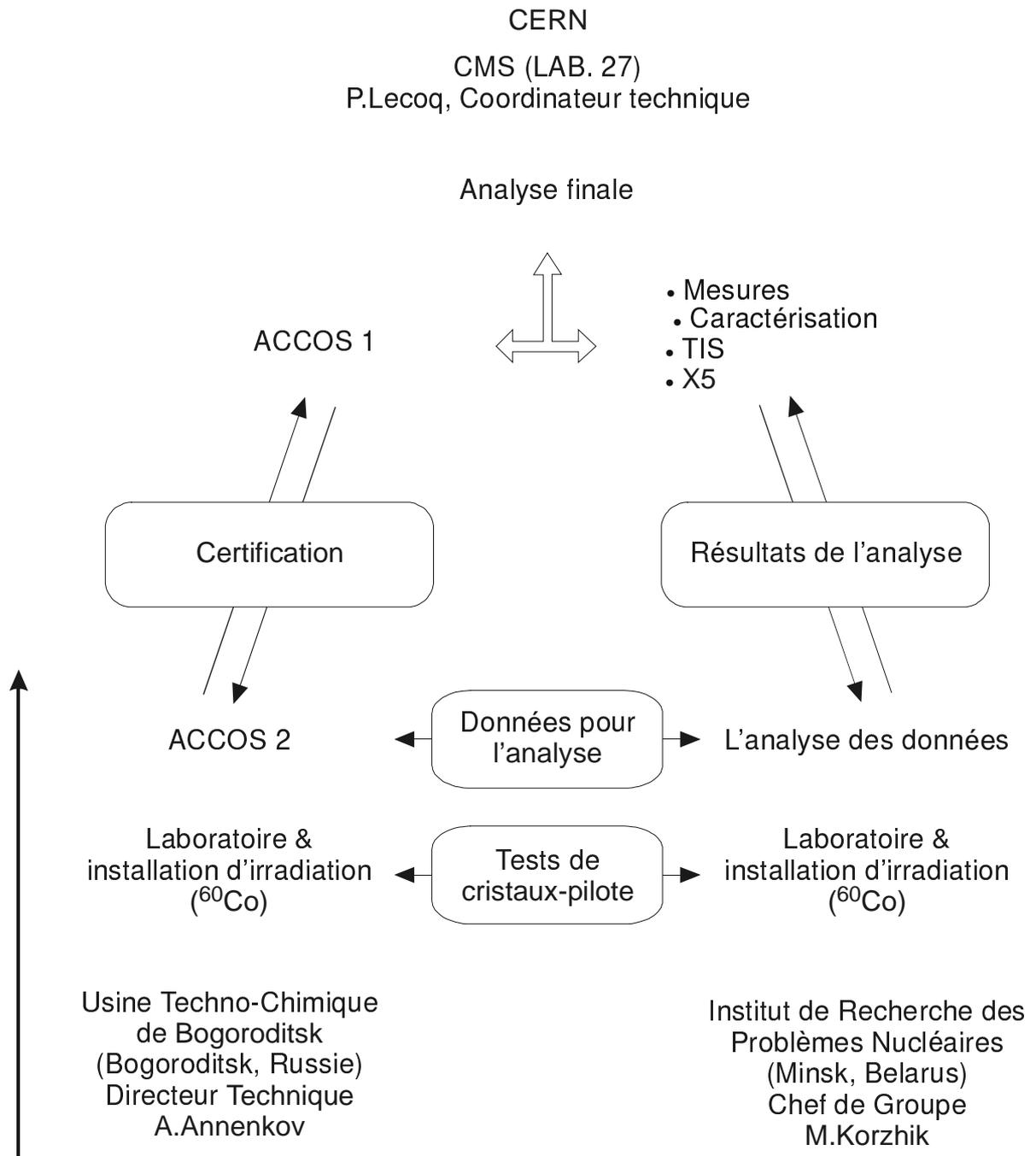
Comme on peut le voir sur ce schéma, dans un premier niveau, qui fonctionne à l'Usine Techno-chimique de Bogoroditsk, il y a l'analyse des cristaux-pilotes avec les moyens de mesure de laboratoire et avec un système de contrôle de tenue aux irradiations basé sur une source de  $^{60}\text{Co}$ , ainsi que le contrôle aléatoire des matières premières avec la méthode GDMS. Ensuite l'Institut de Recherche des Problèmes Nucléaires (INP), comme organisation d'experts indépendants, qui possède tous les outillages d'analyse nécessaires et le personnel qualifié, fournit l'analyse et la vérification aléatoire des données obtenues. Si les résultats sont satisfaisants ce lot de matière première est accepté pour la production des cristaux.

Dans un deuxième niveau, les cristaux du lot produit passent par la certification avec le système ACCOS-2 qui est installé à l'usine, et aussi le contrôle aléatoire de tenue aux irradiations. L'INP fait l'analyse des résultats qui sont fournis à l'usine. Sur la base de ces résultats pour chaque cristal on prend la décision pour leur livraison au CERN. L'INP fournit les résultats d'analyse des cristaux livrés au CERN.

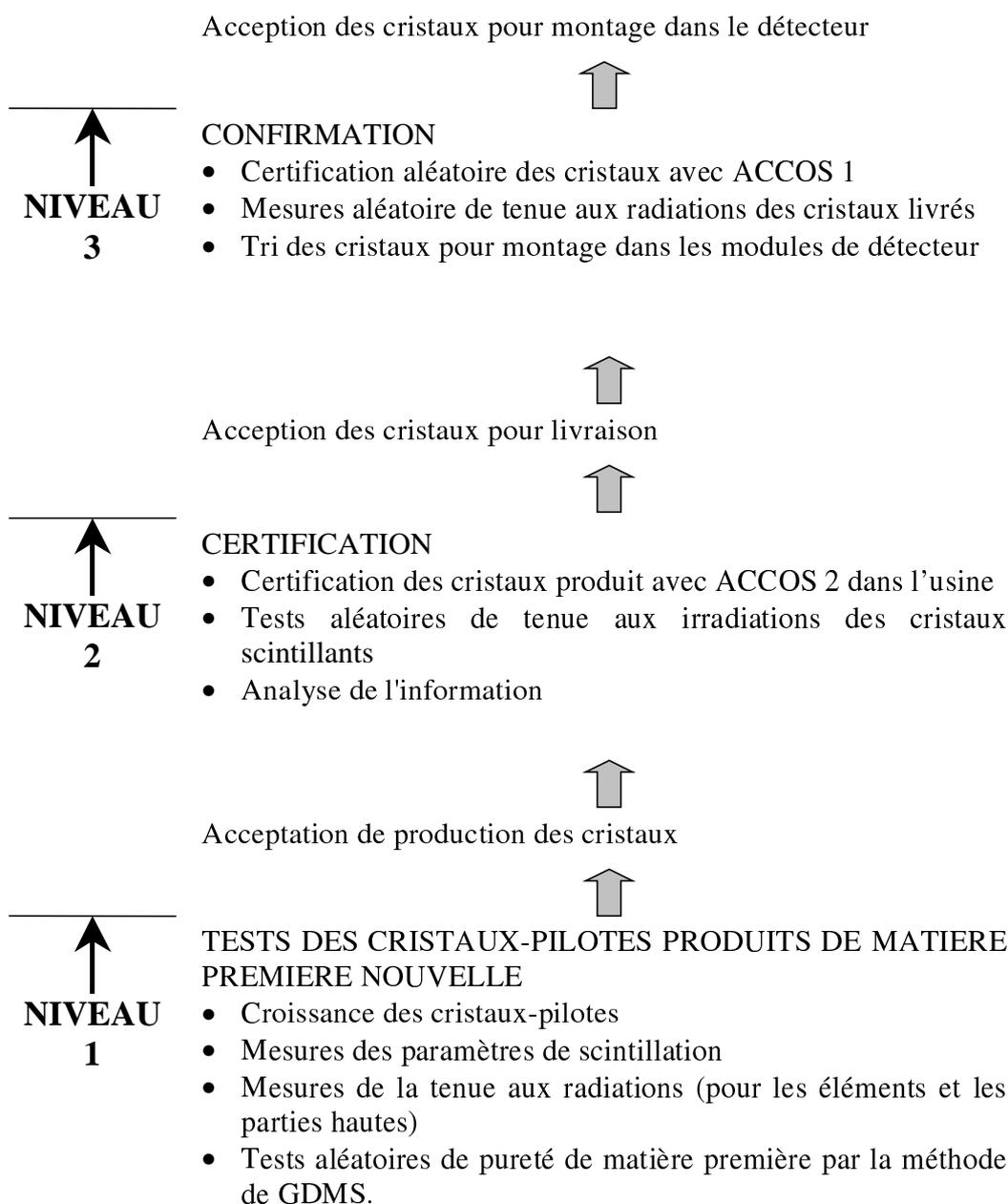
Dans un troisième niveau, le centre régional (actuellement le laboratoire 27 du CERN) procède à l'enregistrement et au contrôle visuel de tous les cristaux livrés. Ensuite, avec le système ACCOS-1 qui est similaire au système ACCOS-2 on procède à une certification des cristaux ainsi qu'à des tests aléatoires du comportement des cristaux en faisceau de particules en utilisant le système de contrôle établi auprès de la ligne de faisceau X5 au CERN dans l'installation GIF (General Irradiation Facility). Après ces opérations on classe tous les

cristaux suivant leurs paramètres. Le Laboratoire 27 du CERN avec l'INP procèdent alors à l'analyse des données obtenues. Sur la base des résultats de chaque cristal la collaboration CMS au CERN décide de la possibilité d'utilisation des cristaux dans les modules du détecteur.

Alors le schéma de coordination de toutes les parties proposées et l'échange de données opportunes doivent fournir une production satisfaisante pendant le long temps nécessaire.



**Figure 4.1 : Le schéma de contrôle des paramètres des cristaux de PWO.**



**Figure 4.2 : Hiérarchie d'exécution des décisions.**

## **4.2 ACCOS - le système automatique de contrôle de la qualité des cristaux pendant leur certification**

Un système de contrôle de la qualité des cristaux, adapté à une utilisation dans les conditions de production en série doit être automatisé au maximum afin de réduire l'influence du facteur humain et doit pouvoir fournir une productivité d'au moins 40 cristaux par jour. Ces systèmes doivent être produits et installés dans les usines de production de cristaux et dans les centres régionaux pour le contrôle et la certification des cristaux. [13,110,117,118]

Un système de ce type doit être facile à utiliser et demander un minimum de personnel technique. L'installation du système ne doit pas demander de dépenses supplémentaires sur les zones de fonctionnement, tel que reconstruction pour les besoins de sécurité pendant les travaux avec la radioactivité, avec les lasers, les produits chimiques, etc. Des telles dépenses supplémentaires en ingénierie additionnelle, matériel et formation du personnel (service de sûreté de radioactivité, automatisation insuffisante etc.) contribueront au prix final des cristaux. Pour la même raison un tel système ne peut contenir de matériel et d'équipements coûteux tels que des spectromètres universels de luminescence, des monochromateurs, des sources d'impulsion de rayons X ou des microtrons etc., tout matériel qui peut néanmoins être utilisé, si disponible sur place, pour des mesures complémentaires.

Pendant la construction des calorimètres dans les années antérieures, comme le calorimètre électromagnétique de la Collaboration L3, qui consistait en 12000 cristaux de BGO seulement, les méthodes de laboratoire décrites plus haut ont été utilisées pour la certification des cristaux. Cependant, dans le cas du projet CMS la situation est complètement nouvelle, et l'utilisation des méthodes de laboratoire est pratiquement impossible à cause de leur productivité peu élevée, du prix élevé des appareils spéciaux et de la nécessité de l'organisation des conditions spécifiques de leur utilisation, et aussi de la nécessité de la formation et de l'emploi de beaucoup de personnel de haute qualification pour travailler avec ces appareillages.

Nos études ont tenu compte de ces aspects spécifiques et nous proposons des solutions pour atteindre nos buts dans un environnement industriel.

Pour la future production en série la conception d'un système automatique de contrôle des cristaux (Automatic Crystal Control System - ACCOS) adapté a été proposé par INP (Minsk, Belarus), LAPP (Annecy-le-Vieux, France) après consultation des besoins du CERN (Genève, Suisse) pour la certification des cristaux dans les conditions de production en série [46,110]. Des méthodes spécifiques ont été proposées et des composants spéciaux, en particulier des spectrophotomètres compacts associé à un logiciel dédié basé sur LabVIEW, ont été développés.

Le système ACCOS est étudié pour effectuer des mesures de forme et de dimension, de transmission optique longitudinale et transversale, des mesures de cinétique de scintillation, de quantité de lumière émise et de leur non-uniformité en mode automatique dans le cadre d'un équipement complexe unique avec logiciel dédié.

Une fonction importante du concept d'ACCOS est l'unification des paramètres à certifier par l'utilisation de méthodes et d'appareils identiques qui permet de fonctionner avec une base de données unifiée dans le cadre du programme C.R.I.S.T.A.L. [119,120], tout en

possédant la faculté de fonctionner seul si nécessaire. Enfin, mais non moins important, la fiabilité et les prix minimaux doivent être pris en considération autant que possible après satisfaction des besoins scientifiques et techniques nécessaires.

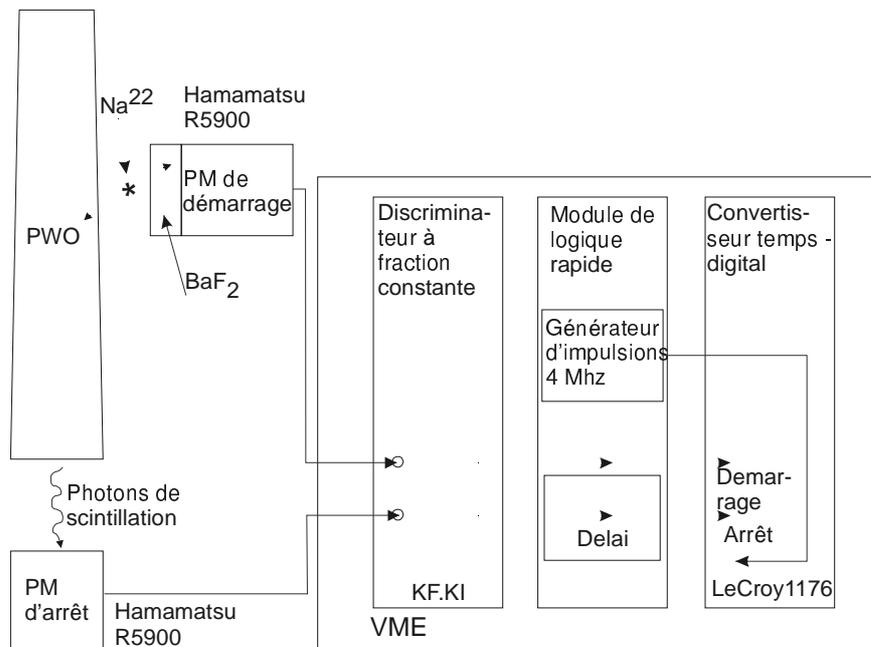
Le système a été élaboré de façon modulaire en utilisant autant que possible des éléments standards qui peuvent être achetés dans l'industrie et des éléments spécifiques pour l'exécution d'études spéciales dont l'installation prévoit un démontage et un remplacement facile. En outre, la structure du système a été prévue afin de pouvoir être équipé par des instruments supplémentaires pour les mesures complémentaires qui peuvent être intégrées à la demande par la suite.

Les cristaux de tungstate de plomb sont assez fragiles et peuvent être endommagés facilement. Par suite, leurs manipulations doivent être minimisées. Pour cela les cristaux sont installés dans des supports spéciaux sur un plateau tournant de distribution. Les cristaux restent immobiles relativement au plateau pendant tout le cycle de mesures et les spectromètres se déplacent le long de chaque cristal en mesure. Cette solution a requis le développements de spectromètres spéciaux. Dans l'outillage développé le positionnement précis des cristaux, relativement aux appareils de mesures, est assuré.

Tout le système avec la machine 3D est installé dans une pièce thermostabilisée et isolée de la lumière.

**Pour la certification de la durée d'émission des scintillations et de la quantité de lumière émise** nous avons utilisé la méthode des coïncidences retardées (la méthode de « démarrage – arrêt »). Dans les conditions de petite quantité de lumière la vitesse de comptage dans le canal d'arrêt est proportionnelle à la quantité de lumière émise par le scintillateur. Ce fait a été utilisé pour la détermination de la quantité de lumière émise par l'intégration des spectres d'émissions des scintillations. Au contraire de la méthode de détermination du pic d'absorption totale dans le spectre d'amplitudes, dans la méthode de « démarrage – arrêt » il n'est pas nécessaire d'utiliser de graisse optique pour un couplage ou d'emballage avec du matériel réfléchissant pour les cristaux. La détermination de la valeur absolue de la quantité de lumière émise est réalisée par la comparaison avec le résultat de mesure d'un cristal étalon, dont la quantité de lumière émise a été mesurée par la méthode d'analyse d'amplitudes en laboratoire. Ce cristal qui demeure sur le dispositif est remesuré à chaque cycle de mesure pour un nouveau lot de cristaux et permet de contrôler la stabilité des différentes fonctions de la machine.

Le schéma du spectromètre est présenté dans la Figure 4.3.



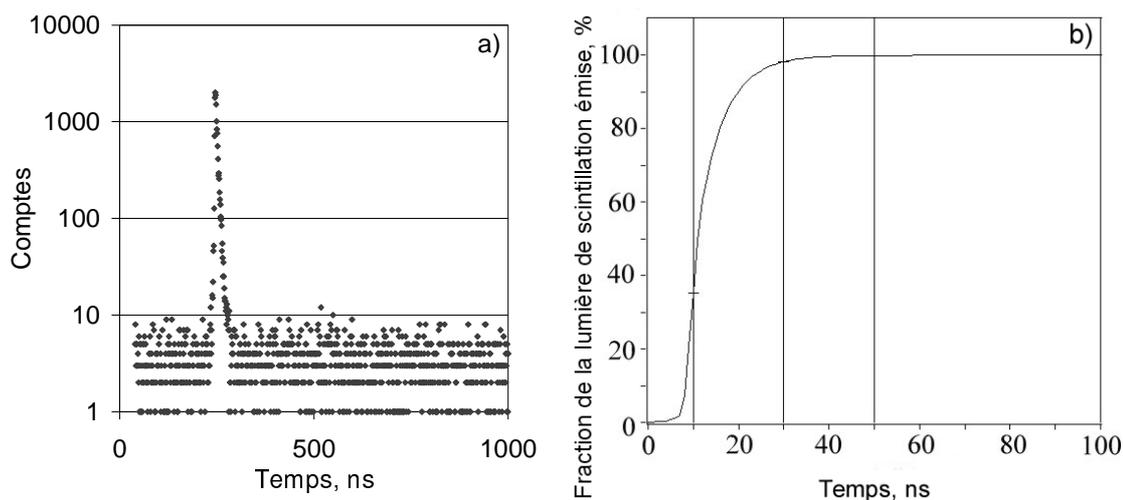
**Figure 4.3 : Le schéma du spectromètre de « démarrage – arrêt » du système ACCOS.**

Le canal de démarrage du spectromètre comprend un PM Hamamatsu R5900  $28 \times 28 \times 20 \text{ mm}^3$  avec une sensibilité spectrale étendue à la région ultraviolette couplé à un scintillateur de  $\text{BaF}_2$  de  $20 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$ . Une source de gamma d'annihilations de  $^{22}\text{Na}$  avec une activité de 200 kBq est installée le plus près possible du scintillateur et produit environ 20000 signaux par seconde. Pour faire des mesures de non uniformité de quantité de lumière émise le long du cristal, le PM de démarrage avec la source sont montés sur un support mobile et sont intégrés au mouvement du spectromètre optique transversal qui se déplace le long du cristal. Le canal d'arrêt est fait avec un PM Hamamatsu R5900  $28 \times 28 \times 20 \text{ mm}^3$  avec un faible courant d'obscurité. La différence des temps entre le moment d'excitation et l'instant d'arrivée du photon individuel émis par le cristal, mesuré par un convertisseur temps-digital (TDC) à arrêt unique avec rejets des possibles arrêts multiples. Ce type de TDC a été choisi en fonction des paramètres de la cinétique des cristaux du tungstate du plomb. Comme l'analyse le montre l'utilisation d'un TDC à arrêts multiples est la meilleure méthode quand la composante de scintillation la plus rapide est beaucoup plus longue que le temps mort du canal d'arrêt (ce n'est pas le cas pour le PWO) mais le TDC à arrêt unique avec rejets des arrêts multiples est le meilleur choix, quand la composante rapide dans la scintillation est inférieure ou comparable avec le temps mort du canal d'arrêt, comme c'est le cas du scintillateur de PWO [115,121].

La distance entre la photocathode du canal d'arrêt et la face arrière du cristal est environ 10 mm, dans ces conditions, la quantité moyenne de signaux dans le canal d'arrêt (c.-à-d. des photons des scintillations enregistrés) est de 0,3 par excitation pour les PWO avec la

quantité de lumière émise la plus élevée. La vitesse de comptage des évènements utiles (c.-à-d. des photons de scintillations du PWO qui sont enregistrés dans de spectre d'émission) est de 800 - 1200 coups par seconde, ce qui permet d'acquérir un spectre avec une bonne statistique en 1 minute. La résolution en temps du spectromètre est de 1 ns.

La cinétique de scintillation typique du cristal de PWO est présentée dans la Figure 4.4 (a), et son intégrale, calculée par le logiciel analytique du système ACCOS - dans la Figure 4.4 (b).

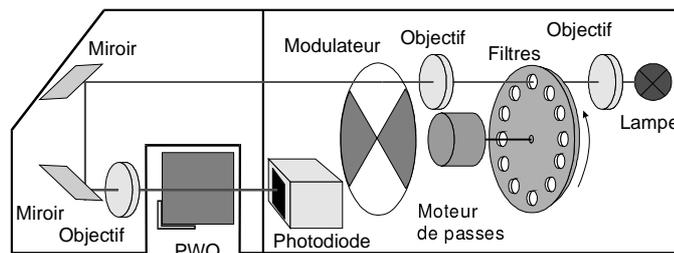


**Figure 4.4 (a, b) : La cinétique de scintillation typique du cristal du PWO (a) et son intégrale (b).**

**Pour la certification des transmissions optiques** des cristaux on utilise des spectromètres optiques, dont la mise au point a pris en compte les considérations suivantes : Parce que le PWO est un cristal biréfringent et que les formes des éléments scintillants, bien que simples, sont assez variées et non symétriques, il faut utiliser des photodétecteurs avec une large acceptance. Ainsi l'utilisation de matrices de photodiodes n'est pas appropriée. D'un autre coté, le spectre de transmission du PWO n'a pas de bandes d'absorption étroites alors il n'est pas nécessaire de faire des mesures avec un grand nombre de longueurs d'ondes. Pour reconstituer le spectre on peut mesurer le spectre de transmission sur quelques longueurs d'ondes sélectionnées ce qui permet de diminuer le temps des mesures. Dans les spectromètres optiques du système ACCOS on fait des mesures pour les longueurs d'ondes 330, 340, 360, 380, 405, 492, 620, 700 nm. Le système optique du spectromètre transversal est présenté dans la Figure 4.5. Le spectromètre optique inclut une lampe halogène de puissance de 20 W, un collimateur à 4 lentilles, 3 objectifs, un disque rotatif avec 10 positions (8 filtres interférentiels, une position de calibration, une position de zéro), un miroir de mise au point, un modulateur, une photodiode Hamamatsu S6337 de  $20 \times 20 \text{ mm}^2$  de sensibilité spectrale

étendue dans la région ultraviolette et des modules électroniques d'amplification des signaux et de synchronisation de lecture de l'ADC. Les dimensions du spectromètre sont  $70 \times 80 \times 220 \text{ mm}^3$  pour un poids approximatif de 600 g. Cette construction très compacte permet de faire rapidement les déplacements entre les positions de calibrage et de mesures.

Pendant le fonctionnement, le disque en rotation installe successivement les filtres interférentiels sur le faisceau de lumière, et permet la mesure du signal à la longueur d'onde choisie. Le temps de mesure est d'environ 0,5 s pour une longueur d'onde. Le cycle de mesure total prend 5,5 s, y compris la mesure de calibrage.



**Figure 4.5 : Le système optique du spectromètre transversal.**

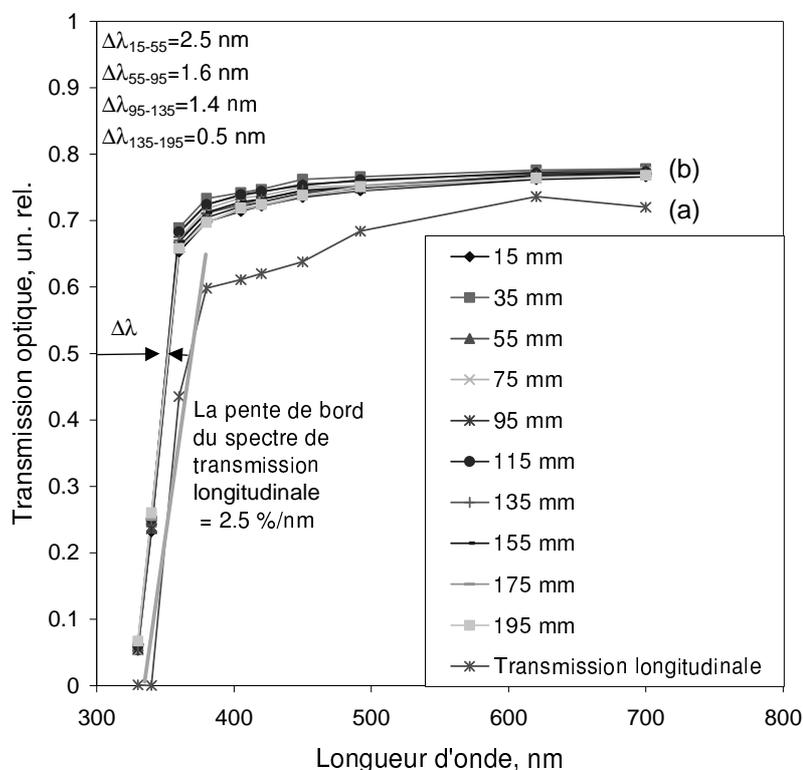
Les spectres typiques de transmission optique des cristaux de PWO mesurés le long (a) et transversalement (b) par rapport à l'axe du cristal sont présentés dans la Figure 4.6 (a, b). On peut voir la distribution des valeurs des longueurs d'ondes  $\Delta\lambda$  des spectres de transmission, mesurés transversalement par rapport à l'axe du cristal, et la pente du bord du spectre de transmission, mesuré le long du cristal.

Après l'analyse des différentes possibilités pour la **certification des paramètres géométriques** nous avons choisi une machine 3D TOPAZ 7 de Johansson [116] qui permet des mesures dimensionnelles avec une précision de  $\pm 5 \mu\text{m}$ , comme la plupart des machines équivalentes mais offrant une géométrie plus ouverte permettant une intégration plus compacte de l'ensemble de mesure optique associé (spectromètres et cinétique).

Le développement du **logiciel** a été fait pour un processeur Pentium avec le système de Microsoft Windows NT<sup>®</sup>.

La partie logicielle du niveau le plus interne inclut les pilotes des appareils spéciaux et les bibliothèques dynamiques, problèmes-orientées, qui gèrent la communication et les échanges des données entre les drivers d'appareils et la couche supérieure du logiciel. Microsoft Visual C++ a été choisi pour le développement des pilotes d'appareils spéciaux et des bibliothèques dynamiques problèmes-orientées. Le logiciel de la couche supérieure fournit l'interface utilisateur pour l'acquisition, et l'analyse des données aussi bien que pour leur sauvegarde et leur présentation. Ce logiciel inclut aussi le support de communication avec la base de

données C.R.I.S.T.A.L. qui peut produire en fonctionnant dans ce mode une liste de tâches pour le système de mesures et sauvegarder les résultats de mesures. Le logiciel de la couche supérieure a été développé avec le système LabVIEW.



**Figure 4.6 : Les spectres typiques de transmission optique de cristaux de PWO mesurés le long (a) et transversalement (b) par rapport à l'axe du cristal.**

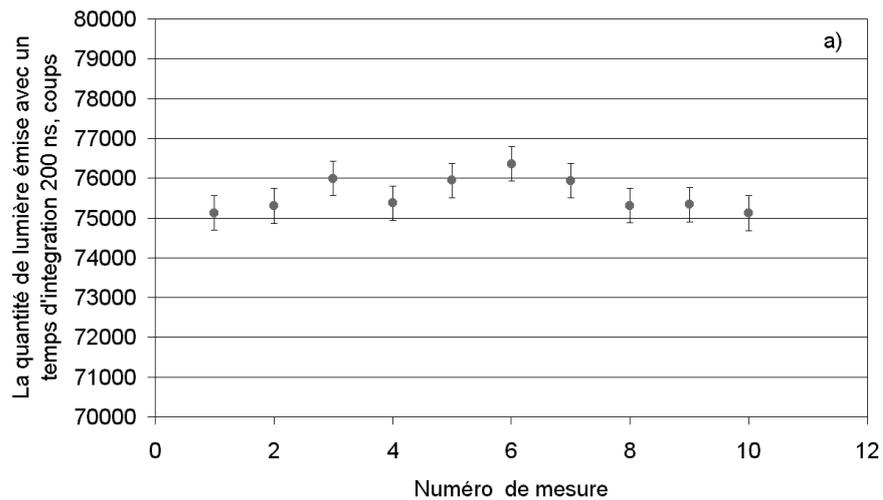
### 4.3 L'analyse des paramètres des éléments scintillants de PWO obtenus dans les conditions de production en série

#### 4.3.1 L'étude de la reproduction des résultats de mesures obtenus avec l'aide du système ACCOS

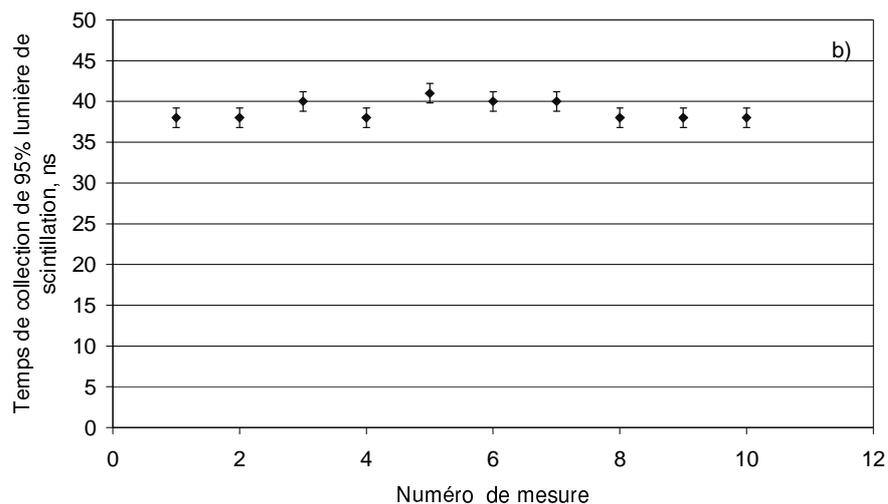
Une des demandes les plus importantes présentées pour le système ACCOS est la reproductibilité des résultats de mesures. On a procédé à des séries de mesures consacrées à l'étude de la reproduction des résultats obtenus. Au cours de ces tests les mesures étaient reprises plusieurs fois avec entre elles des arrêts des spectromètres pendant différents intervalles de temps (de la dizaine de minutes jusqu'à deux jours) [122].

Pour l'étude de la reproduction des résultats de la mesure de la quantité de lumière émise et de la cinétique de la quantité de lumière émise on a possédé à une série de

10 mesures. Dans la Figure 4.7 (a, b) sont présentés les résultats typiques de la mesure de la quantité de lumière émise (a) et de la cinétique de la quantité de lumière émise (b), obtenus pour le cristal numéro 2098R pour la position de la source de gamma à 135 mm de la face avant du cristal. Pour tous les cristaux étudiés l'erreur absolue de la mesure de la quantité de lumière émise n'a pas excédé 0,6%, (par intégration du spectre de la cinétique de scintillation sur 200 ns) et l'erreur de la mesure sur le temps d'intégration de la cinétique, pour collecter 95% de la lumière de scintillations émise, n'a pas excédé 3%.



**Figure 4.7 (a) : La quantité de lumière émise, obtenue dans une série de 10 mesures pour le cristal 2098R pour la position de la source à 135 mm de la face avant du cristal.**



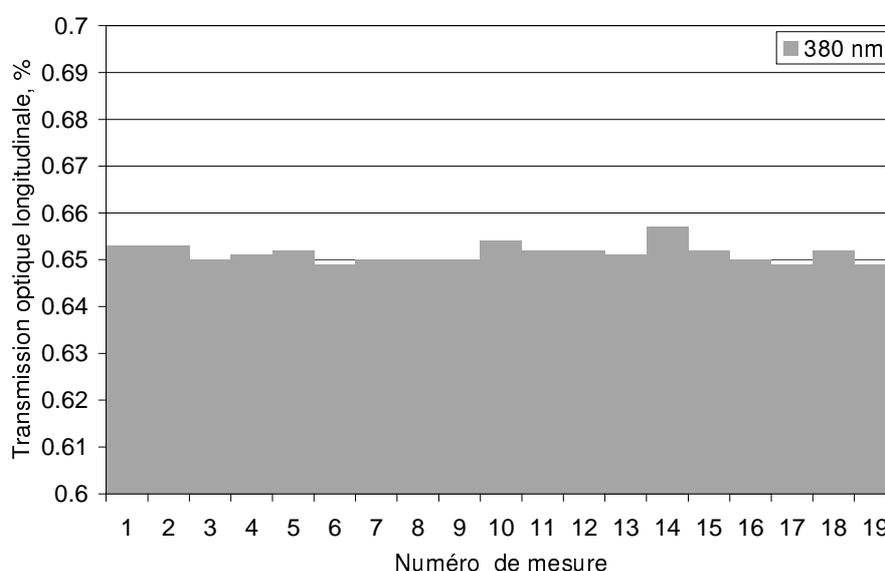
**Figure 4.7 (b) : La cinétique de la quantité de lumière émise, obtenu par une série de 10 mesures pour le cristal 2098R pour la position de la source à 135 mm de la face avant du cristal.**

Pour l'étude de la reproductibilité des résultats des mesures de la transmission optique le long de l'axe du cristal on a procédé à une série de 19 mesures.

Dans la Figure 4.8 est présenté un histogramme typique des variations des résultats des mesures de la transmission optique longitudinale pour le cristal 2098R à la longueur d'onde de 380 nm, qui est critique pour la méthode indirecte d'estimation de la tenue aux irradiations (voir le paragraphe 4.2.1). Dans le Tableau 4.1 sont présentées les erreurs moyennes des mesures de transmission optique longitudinale du cristal pour les longueurs d'ondes mesurées. Les erreurs de mesure pour les longueurs d'ondes 330 et 340 nm n'ont pas été incluses dans le tableau, puisque à ces longueurs d'ondes la transmission du cristal PWO avec une longueur de 230 mm est proche de zéro.

**Tableau 4.1 : Les erreurs des mesures de la transmission optique le long de l'axe du cristal pour toutes les longueurs des ondes mesurées.**

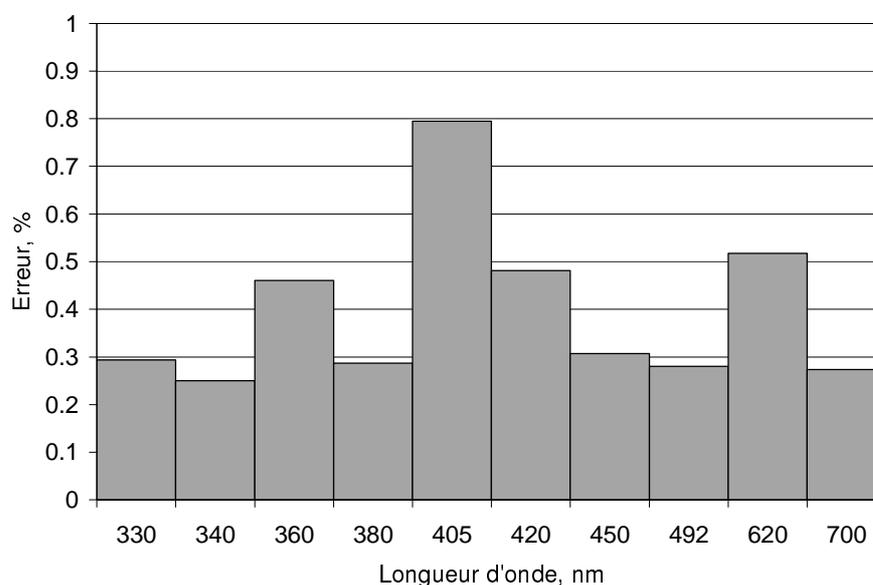
La longueur d'onde, nm	360	380	405	420	450	492	620	700
L'erreur moyenne, %	0,53	0,3	2,1	1,4	0,4	0,7	2,0	0,4



**Figure 4.8 : La transmission optique longitudinale pour le cristal 2098R à la longueur de l'onde de 380 nm, mesurée pour une série de 19 mesures.**

Pour le spectromètre de mesure de la transmission optique le long de l'axe du cristal on a procédé à l'étude supplémentaire de l'erreur sur la mesure de la ligne de base du spectromètre. Pour cela on fait une série de 15 mesures de la transmission optique sans cristal à travers l'intervalle aérien entre l'objectif de sortie et le photorécepteur.

Dans la Figure 4.9 est présenté l' histogramme des variations des résultats de mesures de la transmission optique à travers l'air pour toutes les longueurs d'ondes contrôlées. L'erreur moyenne pour l'ensemble des longueurs d'ondes est de 0,4 %.



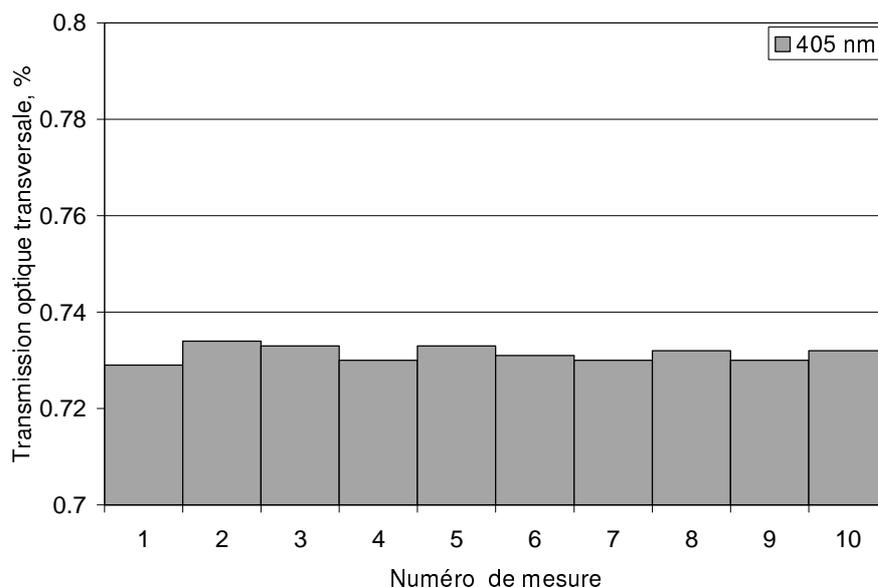
**Figure 4.9 : La transmission optique de l'air pour toutes les longueurs d'ondes contrôlées mesuré dans une série de 15 mesures.**

Pour l'étude de la reproduction des résultats de la mesure de la transmission optique transversale du cristal on a procédé à une série de 10 mesures.

Dans la Figure 4.10 est présenté l'histogramme typique des variations des résultats des mesures de la transmission optique perpendiculairement à l'axe géométrique du cristal 2098R à la longueur de l'onde de 405 nm, qui correspond au point de passage de la courbe de transmission, mesuré perpendiculairement à l'axe du cristal, sur plateau de la courbe de transmission. Dans le Tableau 4. les erreurs moyennes des mesures de la transmission optique transversale pour les longueurs des ondes mesurées sont présentées.

**Tableau 3.2 : L'erreur des mesures de la transmission optique transversale pour toutes les longueurs d'ondes mesurées.**

La longueur d'onde, nm	330	340	360	380	405	420	450	492	620	700
L'erreur moyenne, %	3,0	0,4	0,3	0,3	0,4	0,6	0,3	0,5	0,3	0,4



**Figure 4.10 : La transmission optique en direction perpendiculaire vers l'axe géométrique du cristal 2098R à la longueur de l'onde de 405 nm mesurée dans une série de 10 mesures.**

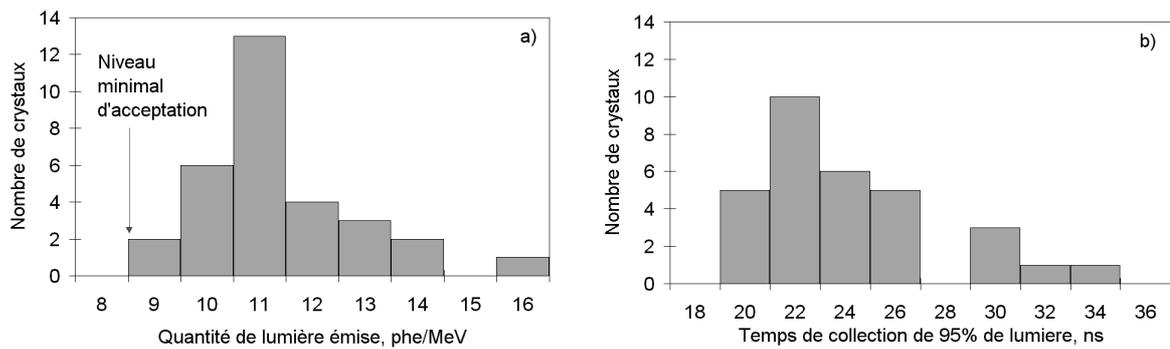
Ainsi, les données présentés dans ce paragraphe, confirment une très bonne reproduction des résultats des mesures faites avec l'aide du système ACCOS et permettent d'accepter le système pour la certification des cristaux de PWO dans les conditions de production en série sur le long terme.

#### *4.3.2 Les résultats préliminaires des mesures de certification des cristaux de PWO avec l'aide du système ACCOS au CERN*

Les premiers tests des cristaux de PWO par le système ACCOS sur une grande échelle ont été faits en vue du réglage de la procédure de certification de routine des paramètres des cristaux et pour l'essai du système. Dans ces tests on a utilisé les cristaux de PWO produits dans le cadre de la préparation de la production en série des cristaux de PWO dans l'usine technochimique de Bogoroditsk. Au total on a utilisé 35 longs cristaux de PWO au cours des tests, dont 20 cristaux du premier lot de 100 cristaux de préproduction de masse préliminaire livré au CERN [46,122-124].

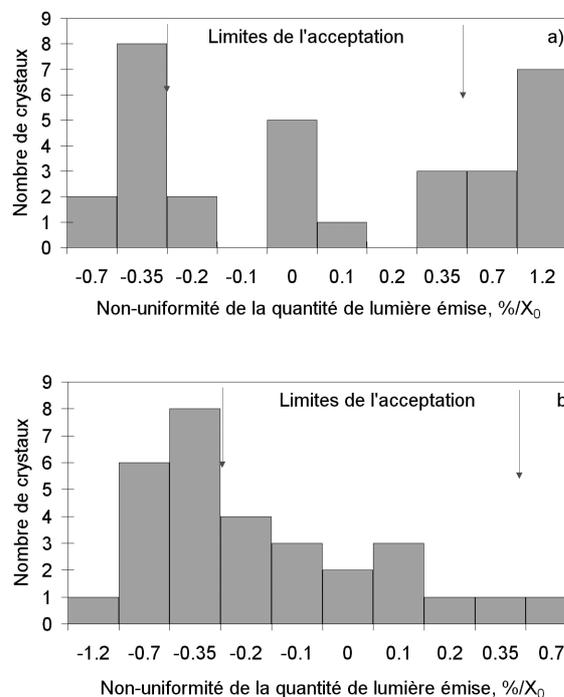
Les résultats obtenus sont présentés sous forme d'une série d'histogrammes des distributions des valeurs des paramètres certifiés des cristaux, y sont figurés également les limites d'acceptation établies dans [28].

La Figure 4.11 (a, b) présente les résultats des mesures de la quantité de lumière émise (a) et de la cinétique de scintillation (b) des cristaux de PWO. Comme on le voit, tous les cristaux étudiés satisfont aux demandes de spécifications selon ces paramètres.



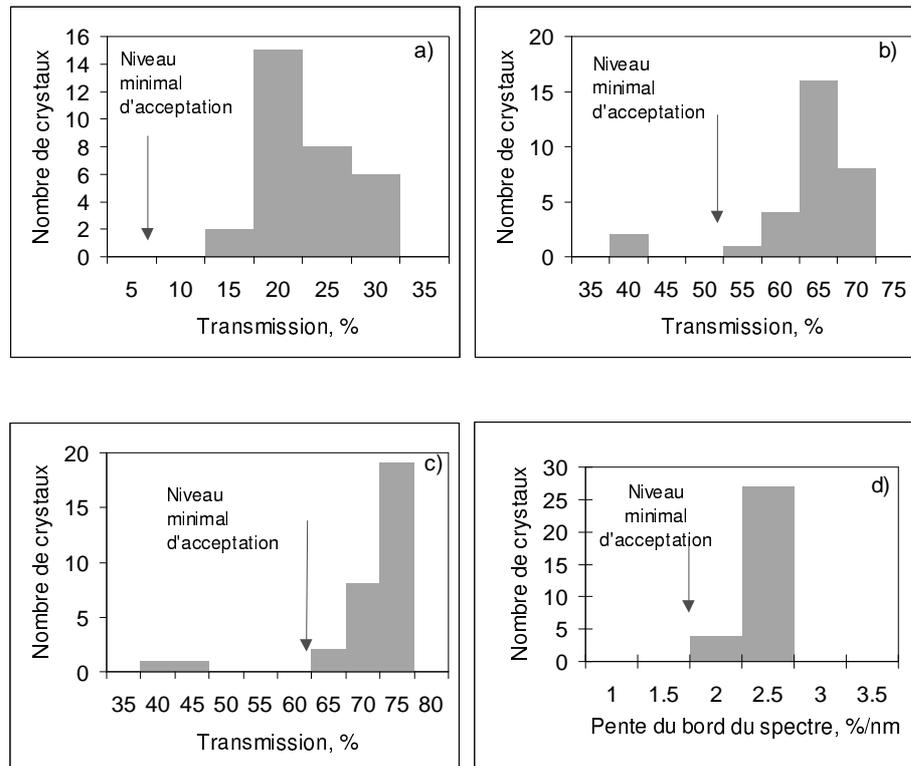
**Figure 4.11 (a, b) : La distribution de la quantité de lumière émise (a) et de la cinétique de scintillation (b) des cristaux de PWO.**

La Figure 4.12 (a, b) présente les résultats des mesures de la non-uniformité de la quantité de lumière émise pour deux régions : de 35 jusqu'à 115 mm (a), et de 115 jusqu'à 185 mm (b) de la face avant du cristal. Comme on le voit, la non-uniformité de la quantité de lumière émise de la plupart des cristaux étudiés dépasse les limites de la spécification. Cependant, les cristaux donnés n'ont pas passé la procédure d'optimisation de la non-uniformité de la quantité de lumière émise. Au moment des tests la procédure spéciale de traitement des cristaux en vue d'obtenir un niveau acceptable de la non-uniformité de la quantité de lumière émise des cristaux se trouvait encore à un stade de réglage au CERN.



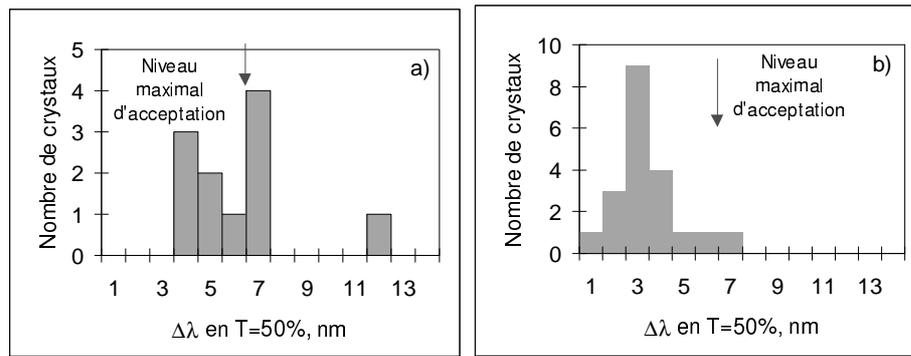
**Figure 4.12 : La distribution de la quantité de lumière émise pour deux régions : de 35 jusqu'à 115 mm (a), et de 115 jusqu'à 185 mm (b) de la face avant du cristal.**

La Figure 4.13 (a-c) présente les résultats de l'étude de la transmission optique des cristaux du PWO, mesurée le long de l'axe pour les longueurs des ondes 350 nm (a), 420 nm (b) et 600 nm (c). La Figure 4.13 (d) présente les résultats des études de la pente du bord du spectre de transmission le long de l'axe du cristal dans la région des longueurs des ondes de 340 jusqu'à 380 nm. Comme on voit, la plupart des cristaux étudiés satisfont aux demandes de spécifications selon ces paramètres.



**Figure 4.13 (a - d) : La distribution de la transmission optique des cristaux du PWO, mesurée le long de l'axe, pour les longueurs d'ondes 350 nm (a), 420 nm (b), 600 nm (c) et la pente du bord du spectre de transmission, mesuré le long de l'axe, dans la région des longueurs d'ondes de 340 jusqu'à 380 nm (d).**

Dans la Figure 4.14 sont donnés les résultats des études de la dispersion des valeurs des longueurs des ondes  $\Delta\lambda$  des spectres de transmission transversale, au niveau de transmission  $T = 50\%$  pour les cristaux produits au cours du réglage de la technique de production (a) et des cristaux du premier lot de 100 cristaux de production en série (b). La plupart des cristaux étudiés du premier lot de production en série satisfont aux demandes des spécifications selon ce paramètre.



**Figure 4.14 (a,b) : La dispersion des valeurs des longueurs des ondes  $\Delta\lambda$  des spectres de transmission transversale, au niveau de transmission  $T = 50\%$  pour les cristaux produits au cours du réglage de la technique de production (a) et des cristaux du premier lot de 100 cristaux de la production en série (b).**

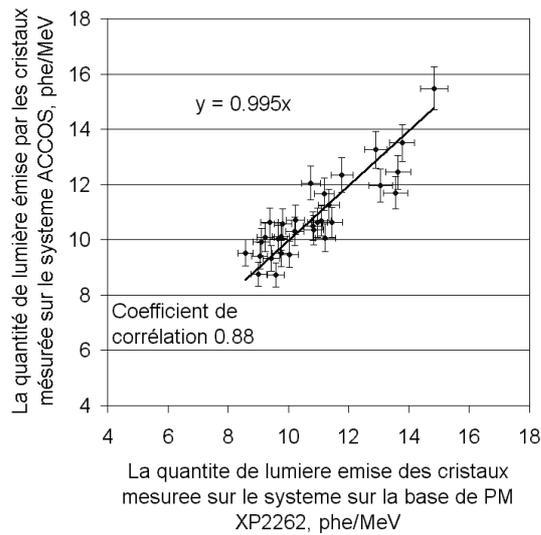
Au cours de ces tests, une attention spéciale a été portée à la comparaison des résultats de mesures des paramètres des cristaux obtenus avec l'aide du système ACCOS et ceux obtenus par les méthodes standards utilisées dans les études de laboratoire.

La Figure 4.15 présente la corrélation entre les résultats des mesures de la quantité de lumière émise des cristaux par le système ACCOS et par le système d'analyse d'amplitude avec un PM XP2262 avec couplage par une graisse optique et emballage de cristaux au Tyvek<sup>®</sup>. Le résultat de l'approximation par une fonction linéaire est aussi présenté.

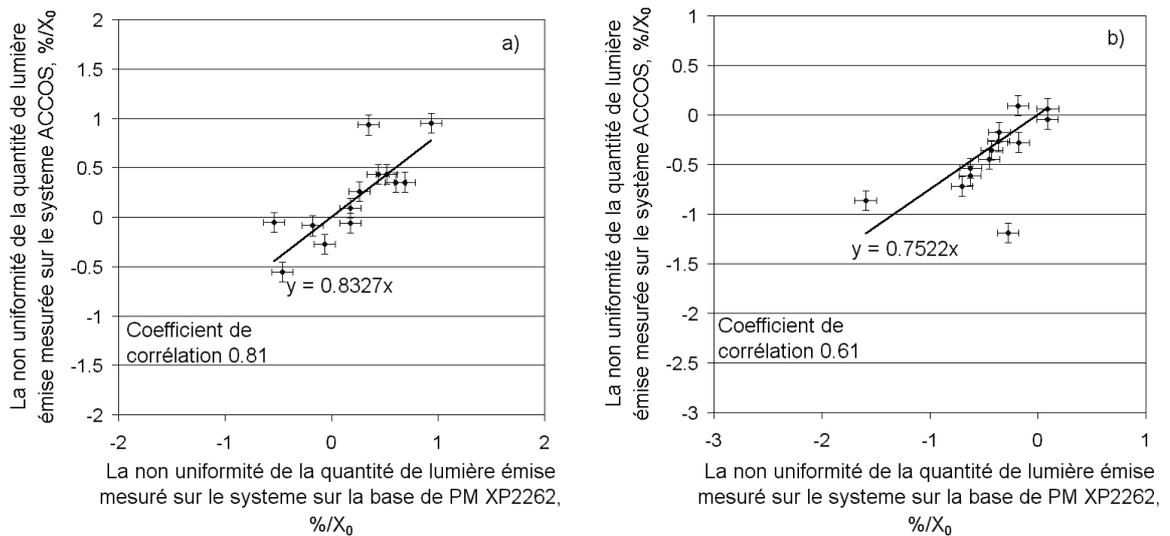
La Figure 4.16 présente la corrélation entre les résultats des mesures de la non-uniformité de la quantité de lumière émise pour deux régions de 35 jusqu'à 115 mm (a), et de 115 jusqu'à 185 mm (b) de la face avant du cristal obtenu avec le système ACCOS et avec le système d'analyse d'amplitude avec un PM XP2262. Le résultat de l'approximation par une fonction linéaire est aussi présenté.

Comme on le voit, il y a un bon accord entre les résultats obtenus à l'aide du système ACCOS et à l'aide des méthodes d'études standards de laboratoire.

Ainsi, il est établi que l'approche proposée pour la certification des cristaux du PWO avec le système ACCOS, et ses équipements associés, permet de faire une certification sûre et efficace des scintillateurs pour la construction du détecteur ECAL de CMS.



**Figure 4.15 : La corrélation entre les résultats des mesures de la quantité de lumière émise par les cristaux sur le système ACCOS et sur un système d'analyse d'amplitude avec un PM XP2262.**



**Figure 4.16 : (a, b). La corrélation entre les résultats des mesures de la non-uniformité de la quantité de lumière émise pour deux régions de 35 jusqu'à 115 mm (a), et de 115 jusqu'à 185 mm (b) de la face avant du cristal obtenu sur le système ACCOS et sur le système d'analyse d'amplitude avec un PM XP2262.**

### *4.3.3 Les mesures de contrôle de la tenue aux radiations des cristaux de PWO pendant la préparation de la production en série et au cours de la production et l'évaluation d'efficacité de méthodes d'analyses rapides de contrôle de la tenue des cristaux de PWO aux radiations*

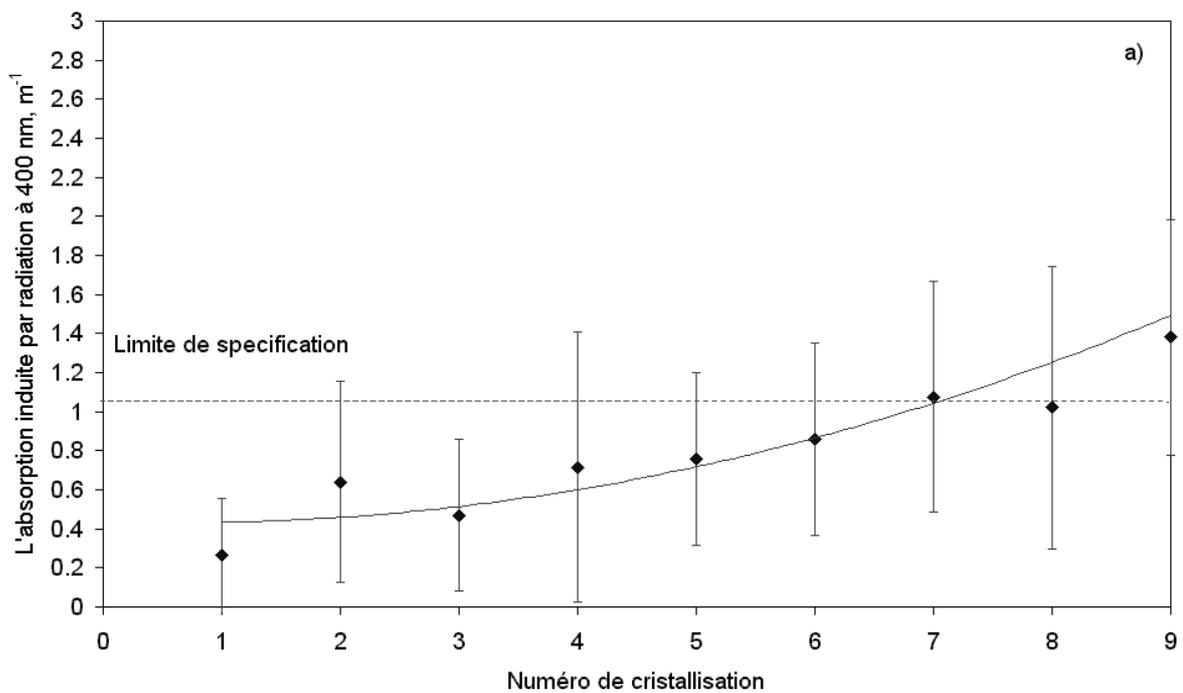
Les études de la tenue des cristaux du PWO aux irradiations (principalement aux gammas) ont été faites en vue de la stabilisation de la technologie de la croissance des cristaux avec une tenue aux radiations reproductible et du contrôle des éléments de PWO pour l'assemblage du premier supermodule du calorimètre électromagnétique de CMS. Pour ces tests on a utilisé les parties hautes des cristaux du PWO produit à l'usine techno-chimique de Bogoroditsk (Russie) dans le cadre de la préparation de la production en série et la production du premier lot de la pré-série des éléments de PWO. On a étudié au total plus de 900 cristaux. Une telle approche nous a permis de comparer la méthode de contrôle de la tenue aux radiations par la mesure de l'absorption induite dans la partie haute du cristal avec le contrôle des paramètres d'un long cristal.

La particularité des méthodes de production des cristaux de PWO procède par tirage d'une relativement petite quantité de masse de fonte cristalline pendant une cristallisation. Dans ces conditions le rapport entre la masse du cristal et la masse de la fonte, est en général inférieur à 0,2, et le rapport entre la surface libre de la fonte et la surface du cristal est assez grande et supérieur à 5. Cela signifie qu'à chacune des cristallisations il est nécessaire de corriger la fonte par correction du rapport stœchiométrique des composants. Cependant, avec l'augmentation de la quantité des recristallisations, l'accumulation des défauts augmente, ce qui est inacceptable du point de vue de la tenue aux irradiations pour les cristaux avec des numéros de cristallisation élevés. Nous avons défini une limite du nombre de cristallisations, qui est acceptable du point de vue de la spécification de CMS ECAL concernant la tenue des cristaux aux radiations [125].

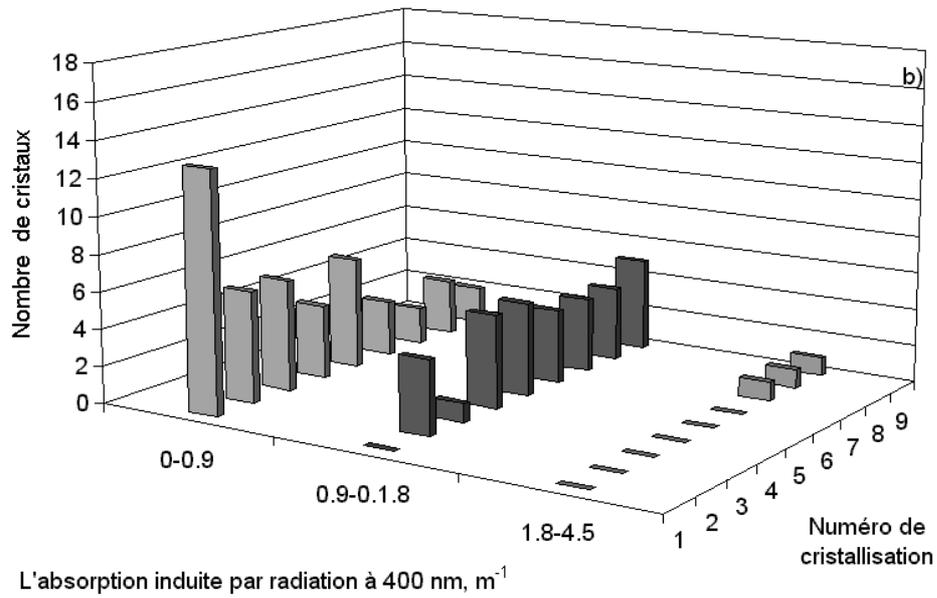
Les Figures 4.17 (a, b) montrent la dépendance de la valeur moyenne de l'absorption des cristaux, induite par irradiation, en fonction des numéros de cristallisation (a) et le diagramme 3D de la distribution des cristaux selon la valeur de l'absorption, induite par irradiation, en fonction du numéros de cristallisation (b) pour les cristaux obtenus pendant l'optimisation des conditions de production. On voit, qu'avec l'augmentation du numéro de cristallisation, la part des cristaux avec une haute tenue aux irradiations diminue, et que l'absorption induite moyenne augmente. Nous avons établi, que du point de vue de la tenue aux radiations, la septième cristallisation est la limite acceptable pour la production des cristaux qui assure une croissance d'au moins 50% des cristaux avec une tenue aux radiations

acceptable. D'autre part, le numéro limite de cristallisation acceptable peut être augmenté par l'utilisation des moyens étudiés de dopage des cristaux. Nous démontrerons cela avec l'exemple de cristaux, dopés avec du La et des cristaux avec double dopage de La et de Nb.

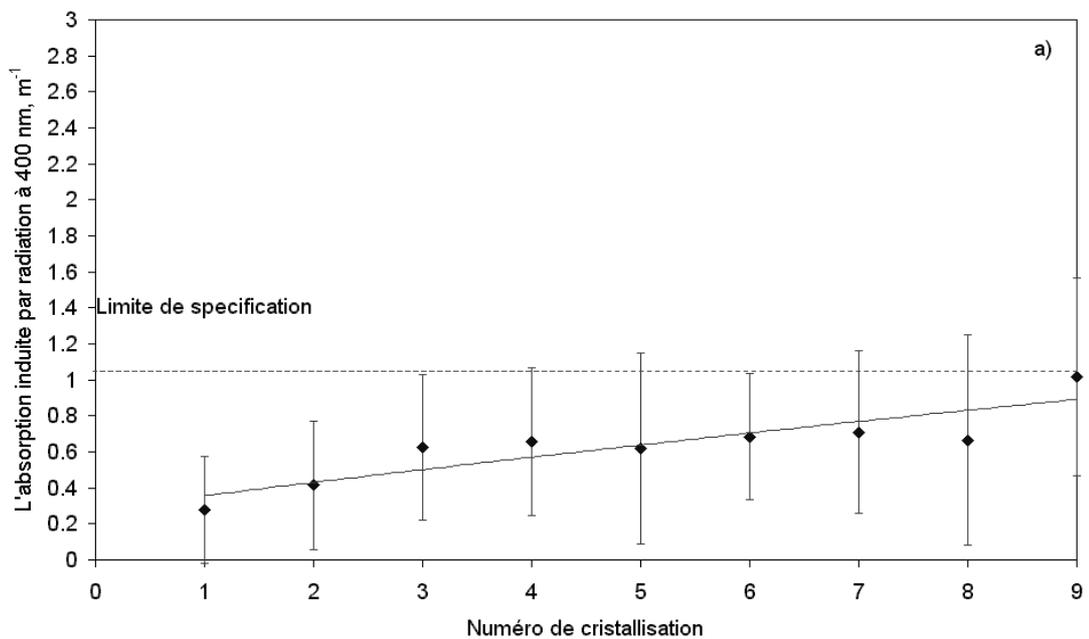
Dans la Figure 4.18 (a, b) sont présentés la dépendance de la valeur moyenne de l'absorption des cristaux, induite par irradiation, en fonction du numéro de cristallisation (a) et le diagramme 3D de la distribution des cristaux selon la valeur de l'absorption, induite par irradiation, en fonction du numéro de cristallisation (b) pour les cristaux obtenus dans les optimisées en stœchiométrie conditions de la production avec un dopant (lanthane). On voit, que dans ce cas, la neuvième-dixième cristallisation est la limite acceptable pour la production des cristaux.



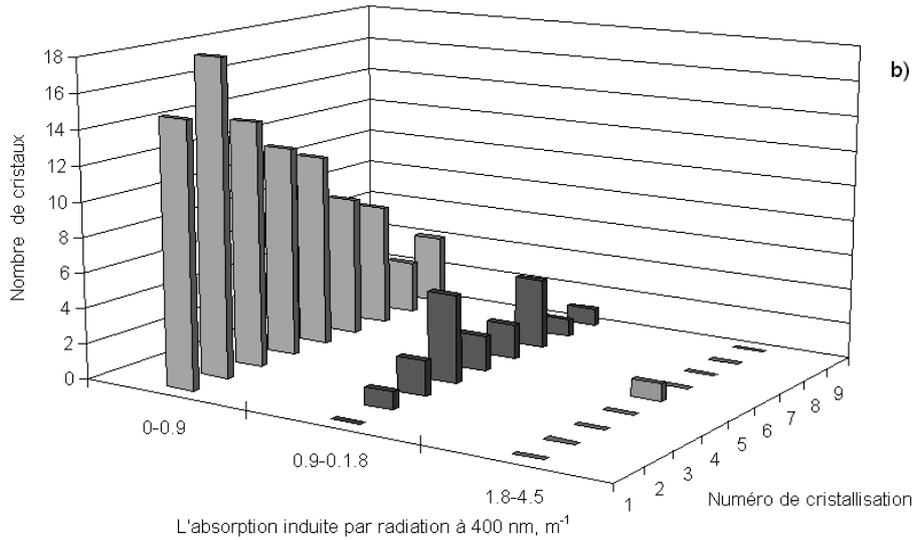
**Figure 4.17 (a) : La dépendance de la valeur moyenne de l'absorption des cristaux, induite par radiation, en fonction du numéro de cristallisation pour les cristaux obtenus pendant l'optimisation des conditions de production.**



**Figure 4.17 (b) : La distribution des cristaux selon la valeur de l'absorption, induite par radiation, en fonction du numéro de cristallisation pour les cristaux obtenus pendant l'optimisation des conditions de production.**

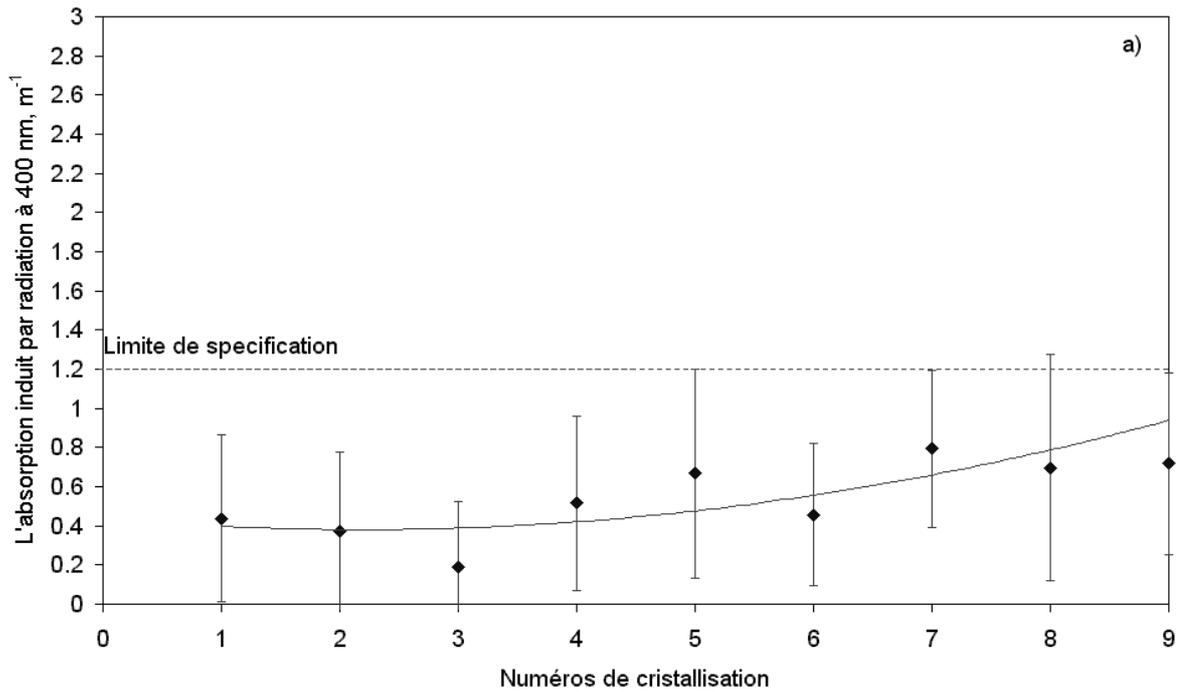


**Figure 4.18 (a) : La dépendance de la valeur moyenne de l'absorption des cristaux, induite par radiation, en fonction des numéro de cristallisation pour les cristaux obtenus dans les conditions optimisées de la production avec un dopant (lanthane).**

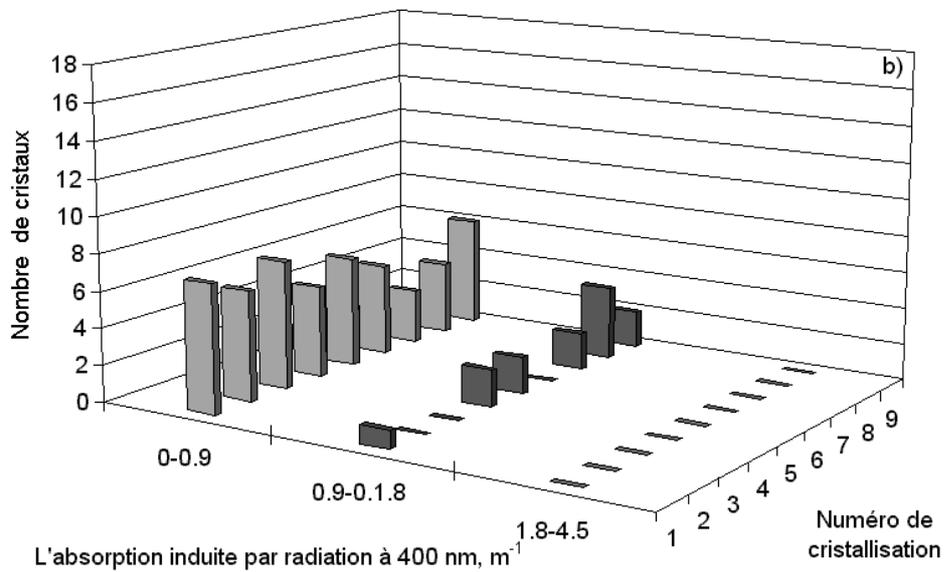


**Figure 4.18 (b) : La distribution des cristaux selon la valeur de l'absorption, induite par radiation, en fonction des numéro de cristallisation pour les cristaux obtenus dans les conditions optimisées de la production avec un dopant, lanthane.**

Comme nous avons étudié (voir paragraphe 2.3) la compensation effective des défauts qui peut être atteinte par le dopage des cristaux avec du La et du Nb ensemble, comme il résulte du modèle du dommage par irradiation dans les cristaux de PWO, présenté au paragraphe 2.3. La Figure 4.19 (a, b) présente la dépendance de la valeur moyenne de l'absorption des cristaux, induite par irradiation, en fonction des numéros de cristallisation (a) et le diagramme 3D de la distribution des cristaux selon la valeur de l'absorption, induite par irradiation, en fonction des numéros de cristallisation (b) pour les cristaux avec le double dopage. Dans ce cas, la neuvième cristallisation est aussi la limite acceptable pour la production des cristaux.



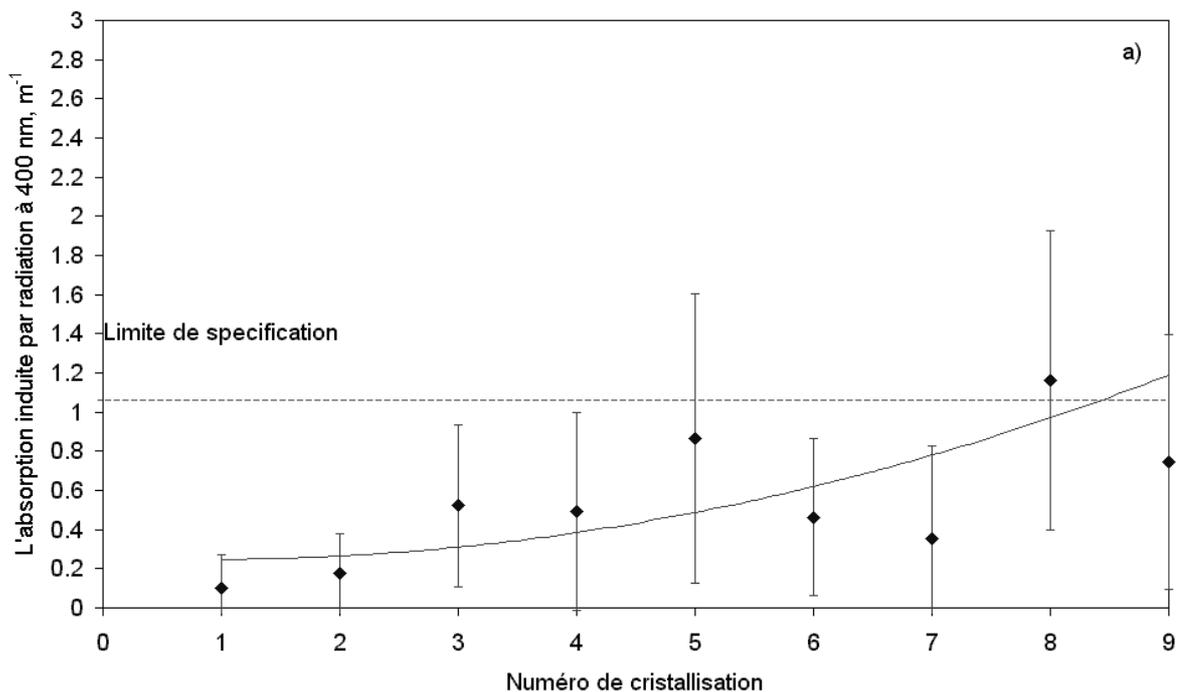
**Figure 4.19 (a) : La dépendance de la valeur moyenne de l'absorption des cristaux, induite par radiation, en fonction des numéro de cristallisation pour les cristaux avec un double dopage.**



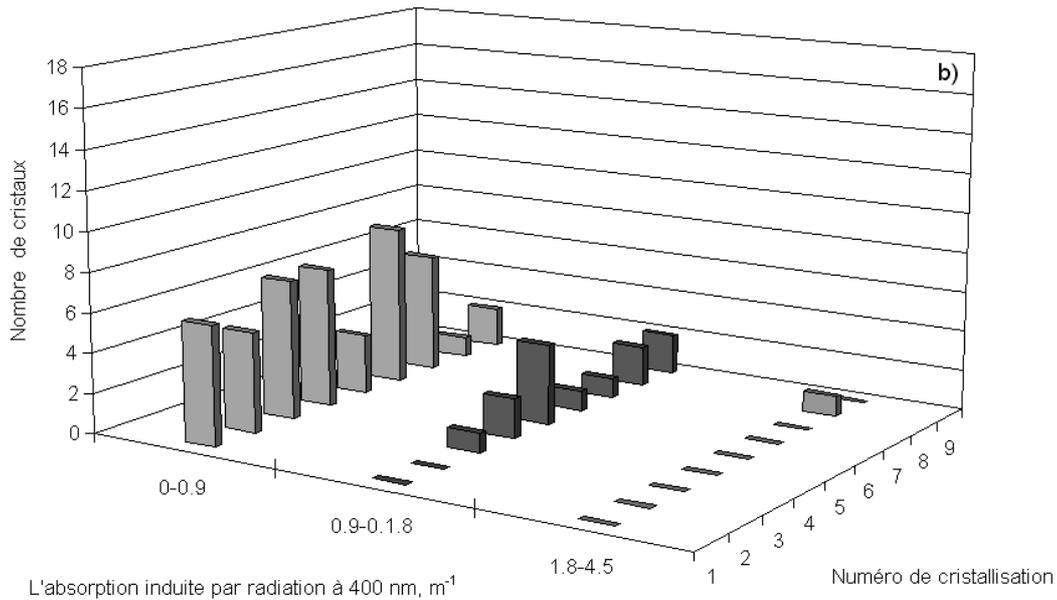
**Figure 4.19 (b) : La distribution des cristaux selon la valeur de l'absorption, induite par radiation, en fonction des numéro de cristallisation pour les cristaux avec un double dopage.**

En dehors de l'utilisation des matières premières propres, au cours de la production il est prévu d'utiliser pour la production les parties des cristaux détériorés durant les diverses étapes de la production, ainsi que les parties de lingots coupés pendant le traitement mécanique. Après le nettoyage préliminaire de manière chimique, pulvérisation et homogénéisation, ces parties de monocristaux sont utilisés pour la production de nouveaux cristaux. Nous avons établi, que de tels cristaux sont essentiellement aussi satisfaisants envers les spécifications. La Figure 4.20 (a, b) présente la dépendance de la valeur moyenne de l'absorption des cristaux, induite par irradiation, en fonction des numéros de cristallisation (b) et le diagramme 3D de la distribution des cristaux selon la valeur de l'absorption, induite par irradiation, en fonction des numéros de cristallisation (c) pour les cristaux produits à partir des matières premières de récupération déjà dopées avec deux dopants.

Comme on le voit à partir de la Figure 4.20 les cristaux des sept premières cristallisations au moins, qui sont produits de matière première de récupération nettoyée et homogénéisée, ont aussi des paramètres acceptables, cependant de tels cristaux doivent passer un contrôle plus soigné.



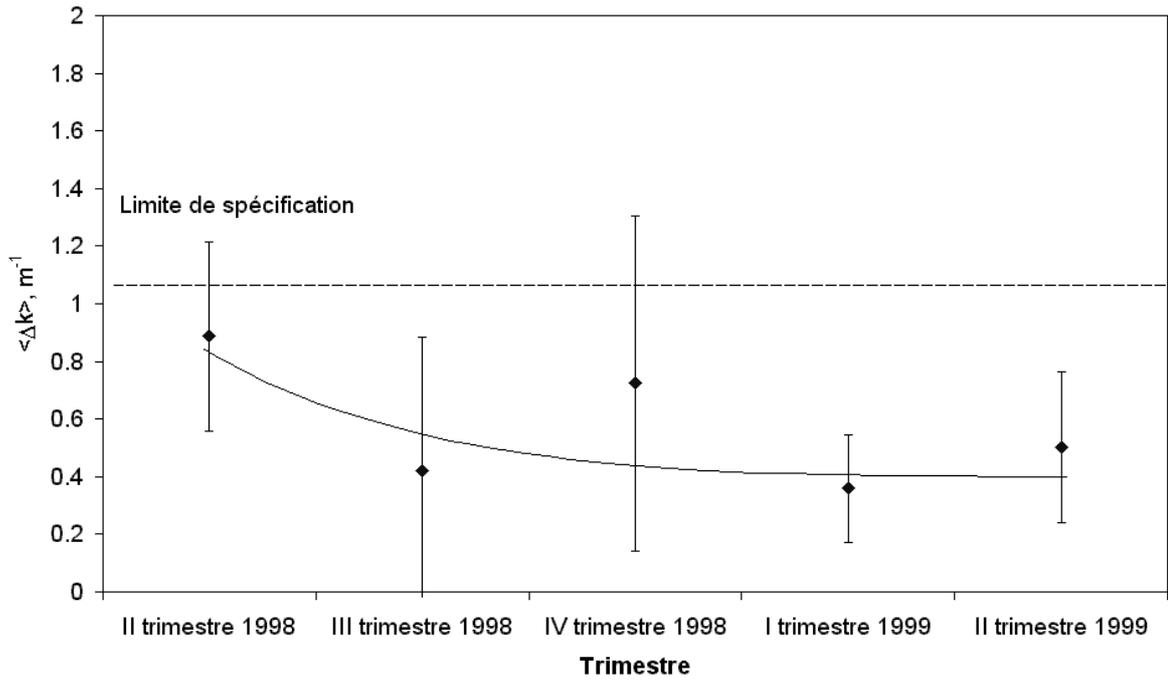
**Figure 4.20 (a) : La dépendance de la valeur moyenne de l'absorption des cristaux, induite par radiation, en fonction des numéro de cristallisation pour les cristaux produits avec des matières premières de récupération dopées.**



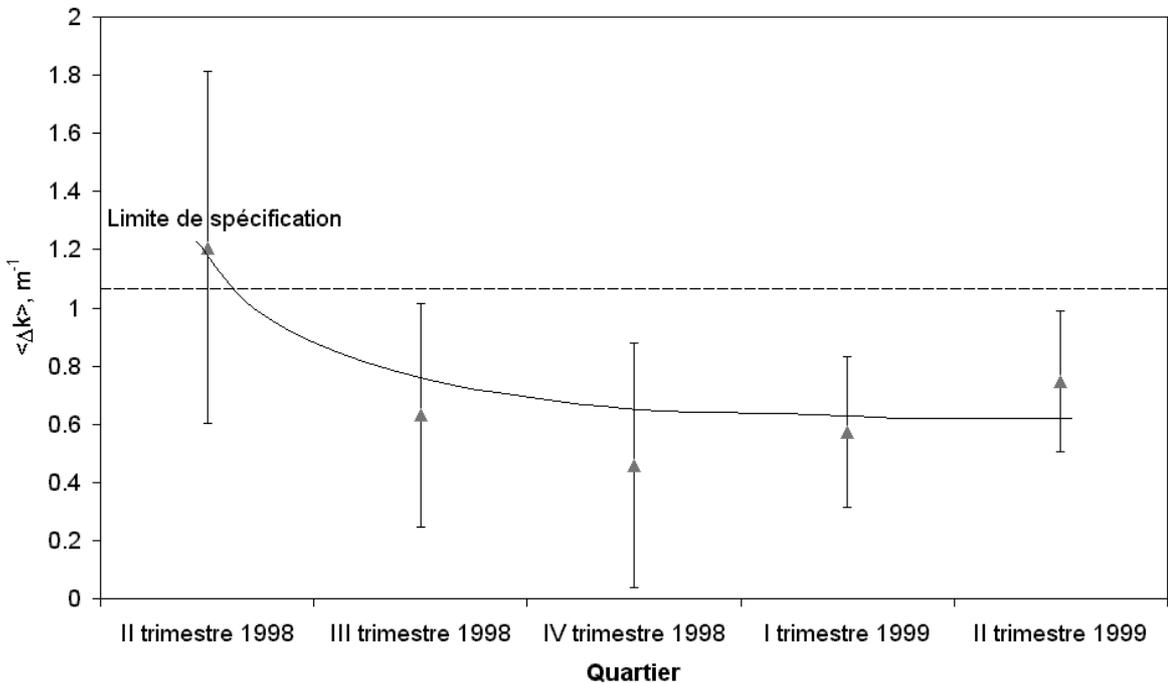
**Figure 4.20 (b) : La distribution des cristaux selon la valeur de l'absorption, induite par radiation, en fonction des numéro de cristallisation pour les cristaux produits avec des matières premières de récupération dopées.**

Ainsi est montré, que, par la compensation des défauts, dans les cristaux endommagés par radiation, on réussit à augmenter la limite acceptable du nombre des cristallisations jusqu'à neuf, augmentant beaucoup l'efficacité de l'utilisation des matières premières.

Les études effectués selon le schéma décrit ci-dessus ont permis d'optimiser les méthodes de production des scintillateurs du PWO avec divers types de dopages. Dans la Figure 4.21 (a) et dans le Tableau 4.3 sont présentés les résultats des études de l'évolution de l'absorption, induite par irradiation, des cristaux avec un double dopage pendant cinq trimestres . Dans Figure 4.21 (b) dans le Tableau 4.4 sont présentés les résultats des études de l'évolution de l'absorption, induite par irradiation, des cristaux produits avec des matières premières de récupération déjà dopées. Sur les graphiques on présente le changement pendant quinze mois des valeurs moyennes sur dix cristallisations de l'absorption induite par irradiation. On voit que les cristaux produits en 1999 se distinguent non seulement par une meilleure tenue aux irradiations, mais que, et c'est particulièrement important, la dispersion de la valeur de l'absorption induite a beaucoup diminuée.



**Figure 4.21 (a) : Les valeurs moyennes sur les premières dix cristallisations de l'absorption induite par irradiation, des cristaux avec double dopage.**



**Figure 4.21 b : Les valeurs moyennes sur les premières dix cristallisations de l'absorption induite par irradiation pour les des cristaux produits avec des matières premières de récupération dopées La.**

**Tableau 4.3 L'évolution de l'absorption induite par irradiation des cristaux avec un double dopage pendant cinq trimestres.**

<b>Trimestre</b>	<b>II t. 1998</b>	<b>III t. 1998</b>	<b>IV t. 1998</b>	<b>I t. 1999</b>	<b>II t. 1999</b>
$\langle \Delta k \rangle, m^{-1}$	$0,89 \pm 0,33$	$0,42 \pm 0,46$	$0,72 \pm 0,58$	$0,36 \pm 0,19$	$0,50 \pm 0,26$

**Tableau 4.4 L'évolution de l'absorption induite par irradiation des cristaux, produits à partir de matières premières de récupération dopées pendant cinq trimestres.**

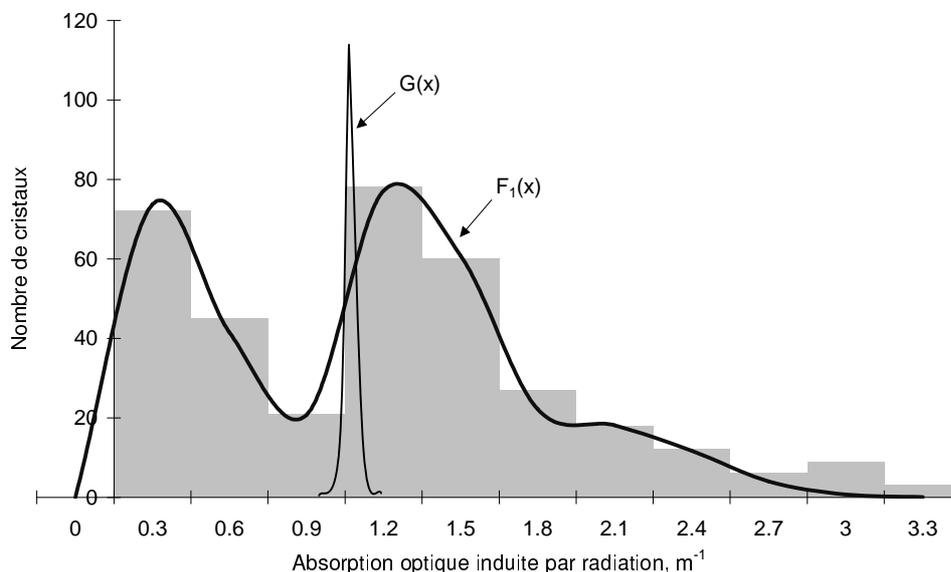
<b>Trimestre</b>	<b>II t. 1998</b>	<b>III t. 1998</b>	<b>IV t. 1998</b>	<b>I t. 1999</b>	<b>II t. 1999</b>
$\langle \Delta k \rangle, m^{-1}$	$1,21 \pm 0,60$	$0,63 \pm 0,39$	$0,46 \pm 0,42$	$0,57 \pm 0,26$	$0,75 \pm 0,24$

Discutons la question de l'efficacité de l'optimisation obtenue pour la tenue aux radiations et comparons les méthodes proposées de contrôle de la tenue aux radiations des cristaux, en se basant sur les corrélations trouvées (voir Figures 2.14, 2.15 dans le paragraphe 2.3). L'utilisation pour le calorimètre de cristaux avec une tenue aux radiations plus mauvaise que le niveau de la spécification est définie par l'erreur de la mesure de la quantité de lumière émise et de l'absorption optique induite par radiation et l'erreur de la corrélation trouvée entre le changement de la quantité de lumière émise sous l'effet de radiation par la gerbe des électrons des cristaux longs ( 230 mm) et l'absorption optique induite par radiation de gamma de basse énergie (~ MeV) de cristaux longs ( 230 mm), ainsi que l'erreur de la corrélation entre l'absorption optique induite par radiation de gamma de basse énergie des cristaux longs et des échantillons extraits des parties hautes des cristaux. De plus, la quantité de cristaux non conformes qui va se trouver dans le calorimètre électromagnétique peut être estimée à partir de la distribution trouvée de l'absorption induite par radiation des cristaux et de l'erreur de sa mesure.

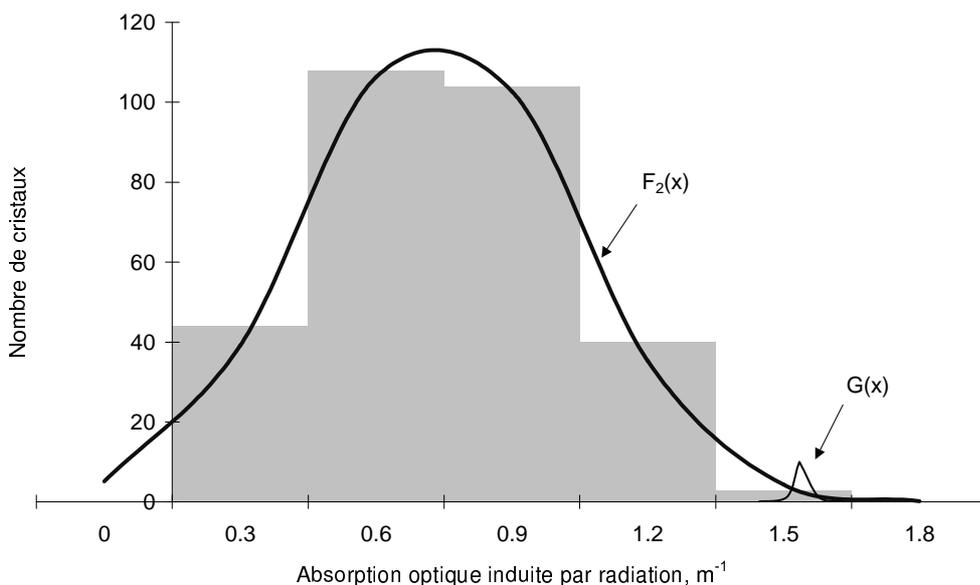
Dans la Figure 4.22 (a,b) il y a les distributions selon l'absorption optique induite par radiation de 300 échantillons extraits des parties hautes des cristaux produits avant l'optimisation de la tenue aux radiations (a) et 300 cristaux longs, produits après l'optimisation de la tenue aux radiations (b).

La distribution des cristaux, optimisés selon leur tenue aux radiations, est approximée par une fonction de distribution normale. La forme de la distribution des cristaux non optimisés suivant la tenue aux radiations montre, à notre avis, la présence de deux phases en proportions non-contrôlées qui sont décrites dans le paragraphe 2.2. Nous supposons que la

présence des deux pics reflète la distribution de l'absorption induite dans les cristaux voisins du scheelite et du scheelite pure, avec le maximum de la distribution des cristaux de la structure du scheelite déplacé vers le domaine des plus petites valeurs, par conséquent de plus petite concentration des défauts dans ce type de cristaux (voir Fig. 2.7 dans le paragraphe 2.2).



**Figure 4.22 (a).** La distribution selon l'absorption optique induite par radiation à la longueur d'onde 420 nm de 300 échantillons extraits des parties hautes des cristaux produits avant l'optimisation de la tenue aux radiations.



**Figure 4.22 (b).** La distribution selon l'absorption optique induite par radiation à la longueur d'onde 420 nm de 300 cristaux longs, produits après l'optimisation de la tenue aux radiations.

La distribution dans la Figure 4.22 (a) est approximée par la fonction de type :

$$F_1(x) = \frac{43}{0.2\sqrt{\pi/2}} \exp\left(-2\left(\frac{x-0.43}{0.2}\right)^2\right) + \frac{48}{0.47\sqrt{\pi/2}} \exp\left(-2\left(\frac{x-1.29}{0.47}\right)^2\right) + \frac{17}{0.75\sqrt{\pi/2}} \exp\left(-2\left(\frac{x-2.05}{0.75}\right)^2\right) \quad (4.1)$$

et la distribution dans la Figure 4.22 (b) est approximée par la fonction de type :

$$F_2(x) = \frac{78}{0.6\sqrt{\pi/2}} \exp\left(-2\left(\frac{x-0.9}{0.6}\right)^2\right) \quad (4.2)$$

Où  $x$  est la valeur de l'absorption induite par radiation.

Les mesures de l'absorption induite par radiation des échantillons extraits des parties hautes des cristaux étaient faites sur un spectromètre Varian Cary 1E, de plus, l'erreur de la mesure  $\sigma_1$  est mesurée par nous expérimentalement et fait 2%.

Les mesures de l'absorption induite par radiation des cristaux longs étaient faites sur l'installation expérimentale décrite dans le paragraphe 2.1, l'erreur de la mesure  $\sigma_2$  mesurée expérimentalement par nous est de 1%.

La valeur de l'absorption induite par radiation des cristaux longs  $\Delta k_{full}$  est liée à la valeur de l'absorption induite des échantillons extraits des parties hautes des cristaux  $\Delta k_{top}$  comme :

$$\Delta k_{full} = \eta \cdot \Delta k_{top} \quad (4.3)$$

Où  $\eta = 1,45 \pm 0,01$ , l'erreur du coefficient de corrélation présenté dans la Figure 2.15,  $\sigma_3 = 1\%$ . La distribution de l'absorption induite dans les cristaux en utilisant la mesure des cristaux longs (pleine dimension) est en bon accord avec celle obtenue à partir de la mesure des échantillons de contrôle. L'erreur statistique de la différence entre les deux distributions est alors:

$$\sigma_4 = \sqrt{(\Delta k_{top}')^2 \cdot \sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_3^2} = 1,98\% \quad (4.4)$$

Les mesures de la chute de la quantité de lumière émise des cristaux longs étaient faites sur l'installation expérimentale décrite dans le paragraphe 2.1, l'erreur de la mesure  $\sigma_5$  mesurée par nous expérimentalement est de 1%.

La valeur de la chute de la quantité de lumière émise des cristaux longs  $\Delta I$  est liée à la valeur de la perte de transmission optique  $\Delta T$  déterminée par l'absorption induite due aux radiations (voir paragraphe 3.3) comme :

$$\Delta I = \beta \cdot \Delta T \quad (4.5)$$

Où  $\beta = 0,81 \pm 0,01$ , l'erreur du coefficient de corrélation, amené dans la Figure 2.14  $\sigma_6 = 1\%$ .

La distribution de chute de la quantité de lumière émise dans les cristaux longs est en bon accord avec celle obtenue à partir de la mesure de la perte de la transmission optique des échantillons de contrôle. L'erreur statistique de la différence entre les deux distributions est alors:

$$\sigma_7 = \sqrt{(\Delta I')^2 \cdot \sigma_4^2 + \sigma_5^2 + \sigma_6^2} = 2.14\% \quad (4.6)$$

Alors de (4.1 - 4.6) on peut estimer les probabilités d'installation de cristaux non conformes dans le calorimètre et la probabilité de rejet d'un bon cristal.

La quantité moyenne de cristaux non conformes qui peut être installés dans le calorimètre,  $N$ , est définie par convolution de la fonction de distribution des cristaux selon la valeur de l'absorption induite  $F(x)$  et  $G(x-x_0)$  :

$$N = \int_0^{x_0} F(x)G(x-x_0)dx \quad (4.7)$$

Où  $G(x-x_0)$  est la fonction de la réponse du système de mesure, qui représente la fonction normale de la distribution :

$$G(x-x_0) = G_0 \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (4.8)$$

Où  $G_0$  est un coefficient de normalisation,  $\sigma$  est un erreur de la méthode de mesure,  $x_0$  est la valeur limite admissible de l'absorption induite, qui dans le cas de la méthode de mesure de l'absorption induite des cristaux longs vaut  $1,5 \text{ m}^{-1}$ , et dans le cas de la méthode de mesure de l'absorption des échantillons extraits des parties hautes des cristaux vaut  $1,05 \text{ m}^{-1}$  (voir le paragraphe 4.1.1).

La quantité moyenne de bons cristaux, qui peuvent être rejetés,  $M$  :

$$M = \int_{x_0}^{x_m} F(x)G(x-x_0)dx \quad (4.9)$$

Où  $x_m$  est la valeur maximale de l'absorption induite, pour les cristaux analysés  $x_m = 3,3 \text{ m}^{-1}$ .

Ayant mis (4.1), (4.2) et (4.8) à (4.7) et (4.9) après les transformations évidentes nous obtenons les intégrales, qui ont été calculées par la méthode numérique des trapèzes. L'erreur de l'estimation inclue l'erreur statistique, qui fait 6%, l'erreur de l'intégration numérique, 1%, et l'erreur de l'approximation de la fonction de la distribution estimé par nous égale à 2%.

Nous estimerons la moyenne de cristaux non conformes dans le calorimètre et la moyenne des bons cristaux rejetés pour les cristaux non optimisés et optimisés selon la tenue aux radiations.

Pour le cas de la distribution des cristaux selon la tenue au radiation, comme dans la Figure 4.22 (a), c'est-à-dire avec l'utilisation de la méthode de contrôle de la tenue au radiation par la mesure de l'absorption des échantillons extraits des parties hautes des cristaux non optimisés, prenant  $\sigma = \sigma_7$  et  $G_0 = 5,85$  nous obtenons pour les 300 cristaux étudiés l'estimation de la quantité moyenne de cristaux non conformes, qui peut être installés dans le calorimètre  $N_1 = 132 \pm 8$  et l'estimation de la quantité moyenne de bons cristaux, qui peuvent être rejetés  $M_1 = 140 \pm 9$ .

En prenant en considération que le nombre des cristaux dans le calorimètre égale 83000, nous obtenons pour tout le calorimètre  $N_I = 37254 \pm 2390$  et  $M_I = 39448 \pm 2530$ . Cela signifie que sans optimisation faite de la tenue aux radiations des cristaux, même avec le contrôle de tous les cristaux selon les échantillons, il est en principe impossible de fabriquer un calorimètre avec la stabilité demandée dans les conditions d'irradiation.

Après l'optimisation de la tenue aux radiations des cristaux, c'est-à-dire dans le cas de la distribution, comme dans la Figure 4.22 (b), avec l'utilisation de la méthode de contrôle de la tenue aux radiations selon la mesure de l'absorption induite des échantillons extraits des parties hautes des cristaux, prenant  $\sigma = \sigma_7$  et  $G_0 = 0,46$ , nous obtenons pour les 300 cristaux l'estimation de la quantité moyenne de cristaux non conformes, qui peuvent être installés dans le calorimètre  $N_2 = 1,15 \pm 0,07$  et l'estimation de la quantité moyenne de bons cristaux, qui peuvent être rejetés  $M_2 = 0,77 \pm 0,05$ , et pour tout calorimètre l'estimation donne  $N_2 = 320 \pm 21$  et  $M_2 = 213 \pm 14$ .

Avec l'utilisation de la méthode du contrôle de la tenue aux radiations selon la mesure de l'absorption des cristaux longs, prenant  $\sigma = \sigma_8$  et  $G_0 = 1,22$ , où

$$\sigma_8 = \sqrt{\sigma_2^2 + \sigma_5^2 + \sigma_6^2} = 1.73\% \quad (4.10)$$

nous obtenons analogiquement pour les 300 cristaux l'estimation de la quantité moyenne de cristaux non conformes, qui peut être installés dans le calorimètre  $N_3 = 0,9 \pm 0,06$  et l'estimation de la quantité moyenne de bons cristaux, qui peuvent être rejetés  $M_3 = 0,62 \pm 0,04$ . Pour tout le calorimètre nous obtenons l'estimation  $N_3 = 250 \pm 16$  et  $M_3 = 172 \pm 11$ .

Ainsi les estimations montrent que les meilleurs résultats pour la prévention de l'installation de cristaux non conformes dans le calorimètre sont obtenus par un contrôle de l'absorption induite des cristaux longs. Cependant, il faut remarquer que le contrôle avec les

échantillons donne aussi de bons résultats, la quantité de cristaux non conformes fera de l'ordre de 300. Cela signifie la réduction de l'efficacité du détecteur comprenant 83000 cristaux de 0,4 %, ce qui est acceptable.

Ainsi, du contrôle du dommage par radiation de tous les cristaux par les méthodes proposées, il est possible de passer vers le contrôle par échantillonnage de la tenue aux radiations des cristaux, tout en conservant les paramètres obtenus de la distribution des cristaux selon leur tenue aux radiations.

En gardant la technologie dans les cadres assurant la distribution type, montrée dans la Figure 4.22 (b), il semble possible de faire un calorimètre avec un contenu minimal de cristaux non conformes et l'utilisation maximale de bons cristaux.

## CONCLUSION

Au cours de ce travail de thèse les propriétés des cristaux de tungstate de plomb et les possibilités de leur application ont été étudiées en vue de leur application à la calorimétrie électromagnétique, dans les conditions extrêmes dans l'environnement en radiations des nouveaux collisionneurs. Les résultats de ce travail peuvent être formulés brièvement comme il suit :

1. Un modèle sur l'origine des scintillations dans des cristaux de tungstate de plomb et sur les processus qui affectent leur paramètres scintillants, y compris les processus influant sur leur tenue aux irradiations et la présence de composantes lentes dans les scintillations a été mis au point. On a montré que dans le cristal il y a au moins trois types des centres fluorescents : le groupe régulier  $\text{WO}_4^{2-}$ , le groupe irrégulier  $\text{WO}_3$  avec une lacune d'oxygène et le groupe irrégulier  $\text{WO}_3$  avec l'ion d'oxygène déplacé vers une position d'inter-site (défaut de Frenkel). On a montré que les groupes réguliers  $\text{WO}_4^{2-}$  apportent la contribution principale à la scintillation, et que les centres basés sur des défauts comme  $\text{WO}_3$  amènent à l'extinction de la scintillation de ceux-ci. On a montré que la quantité de lumière émise par les cristaux de PWO peut être augmentée au moins par un facteur 2 par la minimisation dans le cristal de la quantité de groupes irréguliers basés sur des lacunes anioniques.

On a montré qu'avec la phase de scheelite pure dans les cristaux synthétiques de tungstène de plomb se présentent des lacunes cationiques fixées dans la superstructure à la position des ions du plomb. Une telle phase est appelée par nous comme « voisine au scheelite ». En fait, les cristaux de PWO, produits par la méthode de Czochralski, sont des solutions solides de deux phases.

On a montré, que les pertes de la quantité de lumière émise dans les cristaux de tungstène de plomb sous radiation ont lieu par suite du dommage de la transmission optique du cristal, avec cela la source principale de l'absorption induite sont des centres di-trou basés sur des lacunes cationiques. Pour la suppression des mécanismes de dommage sous radiation on a proposé et testé une méthode de compensation des défauts avec l'aide de dopages supplémentaires par des dopants non-isomorphiques La, Lu, Y, Nb, ainsi que par dopage avec quelques dopants conjoints énumérés ci-dessus. On a vu que la suppression par un facteur 10 de l'absorption induite dans la bande spectrale de scintillation 350-600 nm est obtenue à la concentration des activateurs de 70 à 100 ppm.

On a montré que la présence des ions de molybdène dans les cristaux de PWO est la source principale de postluminescence, des composantes lentes de scintillations et d'extinction de luminescence des centres réguliers. En plus, aux concentrations de molybdène de l'ordre de

100 ppm une composante lente avec un temps caractéristique d'émission de 200 à 300 ns et une postluminescence avec un temps dans la région de la milliseconde sont présentes dans la scintillation. Avec l'augmentation de la concentration du molybdène jusqu'à un niveau de 1000 ppm, la postluminescence liée à la présence de molybdène passe dans le domaine des microsecondes, c'est-à-dire devient une composante lente supplémentaire de scintillation, et l'extinction de la scintillation devient considérable. En raison de l'extinction de la luminescence des groupes réguliers par les complexes de  $\text{MoO}_4^{2-}$ , la part de composantes rapide, dans la scintillation des cristaux dopées par le Mo, diminue.

2. Dans le cadre du modèle d'un calorimètre homogène avec des paramètres des détecteurs identiques on a établi l'influence des valeurs de la quantité de lumière émise, de la non-uniformité longitudinale de la quantité de lumière émise, de la chute de la quantité de lumière émise sous radiation des cristaux PWO, pour la résolution énergétique de calorimètre électromagnétique, ainsi que l'influence des paramètres de cinétique de scintillations à l'empilement énergétique du signal. On a établi les limites admissibles du changement des propriétés scintillantes des cristaux de PWO en cours d'exploitation du calorimètre électromagnétique. On a montré que, pour obtenir une valeur de la composante photostatistique de la résolution énergétique de 2,3% il faut au moins une quantité de lumière émise de 8 phe/MeV (PM XP2262). En conséquence, en tenant compte du changement admissible de la quantité de lumière émise sous radiation à cause de chute de la transmission optique, la quantité de lumière émise des cristaux doit faire 10 phe/MeV (PM XP2262). Une absorption correspondante induite des longs cristaux admissible est  $\Delta k_{\text{full}} = 1,14 \text{ m}^{-1}$  dans la bande des longueurs d'ondes de scintillation (350 - 600 nm). Pour la minimisation du niveau d'empilement énergétique du signal, la présence des composantes lentes dans la scintillation ( $t_3 = 200 - 300 \text{ ns}$ ), conditionnée par la présence involontaire des ions de molybdène est déterminant. Leur dépôt intégral ne doit pas excéder 0,5%. En se basant sur des calculs et les mesures de cinétique de scintillation des cristaux dopés avec du molybdène, on a établi que le contenu admissible de molybdène dans les cristaux pour le calorimètre du projet CMS ne doit pas être plus de 5 ppm.

3. Pour l'optimisation de la collection de lumière et l'enregistrement du signal par un photodétecteur de petite surface dans le cas de l'utilisation d'un scintillateur biréfringent de grand indice de réfraction, de grandes dimensions, de forme complexe et émettant une petite quantité de lumière, l'utilisation de la concentration du flot fluorescent avec l'aide de déplaceur de spectre a été proposée. On a établi que avec cela la collection de lumière sur la photodiode d'avalanche peut être augmentée par le facteur de 5. Pour la réduction de la non-uniformité de la collection de lumière il est proposé d'utiliser d'emballage avec deux couches

différentes comme Tedlar<sup>®</sup>-Mylar<sup>®</sup>. On a étudié l'effet de concentration de la lumière sortant du cristal, et en particulier, le déplacement du centre vers la périphérie du maximum du flot de la lumière sortant du cristal, dans le cas d'utilisation d'un emballage absorbant de la zone autour de la fenêtre de sortie du cristal.

4. On a élaboré la base physique de la méthodologie de la sélection des cristaux scintillants pendant leur production en série pour leur utilisation dans un calorimètre électromagnétique. Les méthodes proposées permettent de remplacer les études complexes par la composition de mesures rapides qui garantissent la sélection des cristaux de PWO d'une haute qualité pendant leur production en série.

Pour le contrôle de la tenue aux radiations des cristaux, la corrélation trouvée entre le changement de la quantité de lumière émise sous l'effet de radiation par la gerbe des électrons par des cristaux longs et l'absorption optique induite par des radiations gamma de basse énergie ( $\sim$  MeV) des cristaux longs, ainsi que la corrélation entre l'absorption optique induite par radiation de gamma de basse énergie des cristaux longs et des échantillons extraits des parties hautes des cristaux, où la concentration des défauts est minimale.

En se basant sur ces corrélations on a élaboré un schéma du contrôle des paramètres des cristaux PWO à plusieurs niveaux au cours de la production en série. Le schéma prévoit des mesures des paramètres des cristaux sur tout le cycle technologique : depuis la réception par l'usine des matières premières jusqu'à l'installation définitive du cristal dans le calorimètre électromagnétique.

L'analyse des distributions expérimentales selon la tenue aux radiations des cristaux produits avant et après l'optimisation de la technologie, a permis d'estimer les probabilités de l'installation de cristaux non conformes dans le calorimètre et la probabilité de rejets de bons cristaux par l'application des méthodes de contrôle proposées. Pour le calorimètre électromagnétique du projet CMS avec un nombre total de cristaux 83000, pour les cristaux, optimisés pour la tenue aux radiations, le nombre des cristaux non conformes, susceptibles d'être installés dans le calorimètre est estimé à  $320 \pm 21$ , et la quantité moyenne de bons cristaux, qui peuvent être rejetés est estimée à  $213 \pm 14$ . On a montré, qu'il est possible de passer du contrôle du dommage par radiation de tous les cristaux, au contrôle sélectif de la tenue au radiation des cristaux, c'est-à-dire de préserver les paramètres obtenues de la distribution des cristaux suivant leur tenue aux radiations.

## BIBLIOGRAPHIE

---

- 1 *Standard Model and related topics*. In Physical review D., Particles and fields, Part 1, Review of particle physics, Vol. 54, No.1, (1996) p.77-102.
- 2 *The Compact Muon Solenoid, Technical Proposal*, CERN/LHCC 94-38 (15 December 1994).
- 3 T. Virdee, *PP physics at the LHC*, CMS TN-1995/168 (1995).
- 4 John F. Gunion, Howard E. Haber, Gordon Kane, Sally Dawson, *The Higgs Hunter's Guide*, Addison-Wesley Publishing Company (1990) 425 p.
- 5 D. Denegri, *The CMS detector and physics at the LHC*, CERN-PPE/95-183, CMS TN/95-167 (November 16<sup>th</sup> 1995).
- 6 D. Bomeštar, *SM Higgs Search at LHC*, CMS TN/95-156 (November 1995).
- 7 I. Iashvili, *Prospects for SUSY Searches at LHC*, CMS CR-1998/013 (1998).
- 8 R. Kinnunen, D. Denegri, *Expected SM/SUSY Higgs observability in CMS*, CMS NOTE-1997/057 (1997).
- 9 G. Baur, K. Hencken, D. Trautmann, S. Sadovsky, Yu. Kharlov, *Photon-photon physics with heavy ions at CMS*, CMS NOTE-1998/009 (1998).
- 10 François Charles, *Inclusive search for light gravitino with the CMS detector*, CMS Note 1997/079 (15 September 1997).
- 11 J.-L. Faure, B. Ille, M. Lebeau, P. Lecoq, J.-M. LeGoff, D. Ferrere, M. Schneegans, C. Seez, T.S. Virdee, *High resolution electromagnetic calorimeters in CMS*, CMS TN-1992/043 (1992).
- 12 D. Barney, *A pedagogical introduction to the CMS electromagnetic calorimeter*, CMS CR-1998/004 (1998).
- 13 *CMS. The electromagnetic calorimeter technical design report*, CERN/LHCC 97-33, CMS TDR4 (15 December 1997).
- 14 *Staging of the CMS Detector*, CERN/LHCC 93-22 (19 March 1993).
- 15 F.A. Kröger, *Some aspects of the luminescence of solids*, Elsevier, Amsterdam (1948) Chap. 3.
- 16 W. van Loo, *Luminescence of lead molybdate and lead tungstate*, Phys. Stat. Sol., 28 (1975) 225-227.
- 17 M. Kobayashi, M. Ishii, Y. Usuki and H. Yahagi, *Scintillation characteristics of PbWO<sub>4</sub> single crystals at room temperature*, Nucl. Instr. and Meth. A 333 (1993) 429-431.
- 18 V.G. Baryshevsky, M.V. Korzhik, V.I. Moroz, V.B. Pavlenko, A.S. Lobko,

- 
- A.A. Fyodorov, V.A. Kachanov, V.L. Solovjanov, B.I. Zadneprovsky, V.A. Nefyodov, P.V. Nefyodov, B.A. Dorogovin, and L.L. Nagornaja, *Single crystal of tungsten compounds as promising materials for the absorption detectors of e.m. calorimeter*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 322 (1992) 231-234.
- 19 O.V. Buyanov, R. Chipaux, A.A. Fyodorov, V.A. Kachanov, V.Yu. Khodyrev, M.V. Korzhik, J.L. Faure, J.-P. Peigneux, M. Poulet, Yu.D. Prokoshkin, P. Rebourgeard, V.V. Rykalin, P.M. Shagin, P.A. Semenov, A.V. Singovsky, V.L. Solovianov, *A first electromagnetic calorimeter prototype of PbWO<sub>4</sub> crystals*, Nucl. Instr. and Meth. A 349 (1994) 62.
- 20 E. Auffray, I. Dafinei, P. Lecoq, M. Schneegans, M.V. Korzhik, V.B. Pavlenko, A.A. Fedorov, O.V. Missevith, A.N. Annencov, V.L. Kostylev, V. D. Ligon, *Lead tungstate (PbWO<sub>4</sub>) scintillators for LHC EM calorimetry*, CMS TN/94-308 (1994).
- 21 *CRISMATEC, Scintillation detectors*, Catalog, Saint-Gobain Céramiques Industrielles (1992) 111 p.
- 22 *Photomultiplier tubes. Principles & applications*, Philips Photonics (1994).
- 23 V.G. Baryshevsky, A.P. Bogatko, G.Yu. Drobyshev, M.V. Korzhik, A.M. Kuzmich, A.S. Lobko, V.I. Moroz, S.A. Smirnova, and A.A. Fyodorov, *Single crystal scintillator YAIO<sub>3</sub>:Ce<sup>3+</sup> for spectrometry of alpha-radiation*, Russian J. Izvestia Akad. Nauk Belarusi, Phys. Energ., 2 (1992) 5-7.
- 24 G.Yu. Drobyshev, M.V. Korzhik, O.V. Missevich, A.A. Fyodorov and S.V. Podurovskii, *Application of YAIO<sub>3</sub>:Ce scintillators to detect X-rays and soft -radiation*, Instrum. Exp. Tech. (USSR), 36 (1993) 456-459.
- 25 V.G. Baryshevsky, G.Yu. Drobyshev, M.V. Korzhik, V.I. Moroz, V.B. Pavlenko, A.A. Fyodorov, C.W.E. van Eijk, P. Dorenbos, S.A. Smirnova, O.A. Egorytcheva, O.G. Savinova, and B.I. Minkov, *Rare-earth aluminum perovskite scintillators in heavy scintillators for scientific and industrial applications*, P. Lecoq, editor, Editions Frontières, Gif-sur-Yvette (1993) p. 195-199.
- 26 A.A. Fyodorov, M.V. Korzhik, S.A. Smirnova, and G.Yu. Drobyshev, *YAIO<sub>3</sub>:RE<sup>3+</sup> scintillators: application for ionizing radiation detection*, IEEE Nucl. Sci. Symp. Conf. Rec., V. 1, 93CH3374-6, (1993) 668-672.
- 27 Eckart Lorenz, *Status of BGO development and perspectives of BGO calorimeters in high energy physics*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res., 225 (1984) 500-504.
- 28 E. Auffray, M. Lebeau, P. Lecoq, M. Schneegans, *Specifications for lead tungstate crystals preproduction*, CMS Note-1998/038 (1998).

- 
- 29 M.V. Korzhik, V.B. Pavlenko, T.N. Timoschenko, V.A. Kachanov, A.V. Singovsky, A.N. Annenkov, V. D. Ligun, I.M. Solskii, J.P. Peigneux, *Spectroscopy and origin of radiation centers and scintillation in PbWO<sub>4</sub> single crystals*. Phys. Stat. Sol. (a), 154, (1996) 779-787.
- 30 Shiva Technologies Europe, 31520 Ramonville-Ste-Agne, France.
- 31 A. Hofstaetter, R. Oeder, A. Scharmann, D. Schwabe, B. Vitt, *Paramagnetic resonance and thermoluminescence of the PbWO<sub>4</sub>/PbMoO<sub>4</sub> mixed crystal system*, Phys. Stat. Sol. (b), 89 (1978) 375.
- 32 A. Hofstaetter, A. Scharmann, D. Schwabe, B. Vitt, Z. Phys., B30 (1978) 305.
- 33 M. Böhm, O. Erb, A. Scharmann, Phys. Stat. Sol. (a), 84, (1984) 291.
- 34 A. Borisevich, O. Kondratiev, M. Korzhik, V.B. Pavlenko, T.N. Timoschenko, *Correlation of PbWO<sub>4</sub> scintillation and thermo-stimulated luminescence (TSL) data*, in Optical inorganic dielectric materials and devices, SPIE proceedings, V. 2967 (1996) 105-110.
- 35 E. Auffray-Hillemans, S. Boccardo, A. Borisevich, O. Kondratiev, M. Korzhik, P. Lecoq, *Thermo-stimulated luminescence properties of lead tungstate crystals*, (to be published).
- 36 *PAW++ User's guide*, CERN program library long write-up, Q121 (July 95).
- 37 Glenn F. Knoll, *Radiation detection and measurements*, John Wiley & Sons, Inc. (1989), Second edition, P.754, Pulse height spectra, Pages 110-112.
- 38 G.Yu. Drobychev, J.-P. Mendiburu, J.-P. Peigneux, P. Rivoalan, *Measurements of Light Collection of CMS PbWO<sub>4</sub> Crystals. Comparison with the CRISTAL Monte-Carlo Simulation Program and Further Evaluation*, CMS NOTE-1998/035 (1998).
- 39 A.N. Annenkov, E. Auffray, R. Chipaux, G.Yu. Drobychev, A.A. Fedorov, M. Geleoc, N.A. Golubev, M.V. Korzhik, P. Lecoq, A.A. Lednev, A.B. Ligun, O.V. Missevitch, V.B. Pavlenko, J.-P. Peigneux, A.V. Singovski, *Systematic Study of the PbWO<sub>4</sub> Crystal Short-Term Instability Under Irradiation*, Radiation Measurements, 29, 1 (1998) 27-38.
- 40 A.N. Annenkov, E. Auffray, R. Chipaux, G.Yu. Drobychev, A. Fedorov, M. Geleoc, N.A. Golubev, M.V. Korzhik, P. Lecoq, A.A. Lednev, A.B. Ligun, O.V. Missevich, V.B. Pavlenko, J.-P. Peigneux, A.V. Singovski, *Control of lead tungstate crystals radiation hardness through optical transmission measurements*, VII International Conference on Calorimetry in High Energy Physics, November 9-14, 1997, University of Arizona Tucson, Arizona, USA.
- 41 E. Auffray, P. Lecoq, M. Korzhik, A. Annenkov, O. Jarolimek, M. Nikl, S. Baccaro,

- 
- A. Cecilia, M. Diemoz, I. Dafinei, ***Improvement of several properties of lead tungstate crystals with different dopant ions***, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 402 (1998) 75-84.
- 42 A. Annenkov, V. Ligun, E. Auffray, P.Lecoq, S. Gninenko, N. Golubev, A. Fedorov, M. Korzhik, A. Lobko, O. Missevitch, J.P. Peigneux, Yu.D. Prokoskin, A. Singovski, ***Radiation damage kinetics in PWO crystals***, CMS NOTE-1997/008 (1997).
- 43 E. Auffray, K.Deiters, P. Lecoq, P. Sempere-Roldan, J.-P. Peigneux, D. Renker, A.V. Singovski. ***Comparison of different irradiation procedures for recently optimized Russian PbWO<sub>4</sub> crystals***, CMS NOTE 98/069 (1998).
- 44 R. Chipaux and O. Toson, ***Resistance of lead tungstate and cerium fluoride to low rate gamma irradiation or fast neutrons exposure***, CMS TN/95-126 (1995).
- 45 S. Agosteo et al., ***A facility for the test of large area muon chambers at high rates***, In preparation.
- 46 E. Auffray, G. Chevenier, R. Chipaux, G.Yu. Drobychev, G. Dromby, A.A. Fedorov, M. Freire, M. Geleoc, O.V. Kondratiev, M.V. Korzhik, P. Lecoq, J.-M. Le Goff, P. Letournel, A.R. Lopatic, O.V. Missevitch, A. Oriboni, A.V. Oskine, B.M. Panov, J.-P. Peigneux, M. Schneegans, A.V. Singovski, R.F. Zouevski, ***Certifying procedures for lead tungstate crystal parameters during mass production for the CMS ECAL***, IEEE'98 Abstr., N20-31 Toronto, Canada, November 8-14, 1998.
- 47 A. Lopatik, A. Fyodorov, M. Korzhik, O. Missevich, ***LED light pulser for high precision monitoring of the scintillation calorimeter energy scale***, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 413 (1998) 352-356.
- 48 P.W. Richter, G.J. Kruger C.W.F.T.Pistorius. ***PbWO<sub>4</sub>-III (A high pressure form)***, Acta Crystallogr., B32 (1976) 928.
- 49 T. Fujita, I. Kawada and K. Kato, ***Raspite from Broken Hill***, Acta Crystallogr., B33 (1977) 162.
- 50 J.M. Moreau, Ph. Galez, J.P. Peigneux, M.V. Korzhik, ***Structural characterization of PbWO<sub>4</sub> and related new phase Pb<sub>7</sub>W<sub>8</sub>O<sub>(32-x)</sub>***. Journal of Alloys and Compounds, 238 (1996) 46.
- 51 J.M. Moreau, R.E Gladyshevskii, Ph. Gales, J.P. Peigneux, M.V. Korzhik, ***A new structural model for Pb-deficient PbWO<sub>4</sub>***, Journal of Alloys and Compounds, 284 (1999) 104-107.
- 52 W. van Loo, J. Solid State Chem., 14, (1975) 359.
- 53 R. Oeder, A. Scharmann, D. Schwabe, B. Vitt, ***Growth and properties of PbWO<sub>4</sub> and***

- 
- Pb(WO<sub>4</sub>)<sub>1-x</sub>(MoO<sub>4</sub>)<sub>x</sub> mixed crystals***, J. Cryst. Growth 43 (1978) 537.
- 54 W. van Loo, ***Luminescence of lead molybdate and lead tungstate***, Phys.Stat.Sol. (a), 27, (1975) 565-574.
- 55 A.N. Annenkov, A.A. Fedorov, Ph. Galez, V.A. Kachanov, M.V. Korzhik, V.D. Ligun, J.M. Moreau, V.N. Nefedov, V.B. Pavlenko, J.P. Peigneux, T.N. Timoshchenko, B.A. Zadneprovskii, ***The influence of additional dopant on the spectroscopic and scintillation parameters of PbWO<sub>4</sub> crystals***, phys. stat. sol. (a), 156 (1996) 493-503.
- 56 P. Lecoq, I. Dafinei, E. Auffray, M. Schneegans, M.V. Korzhik, O.V. Missevitch, V.B. Pavlenko, A.A. Fedorov, A.N. Annenkov, V.L. Kostylev, V.D. Ligun, ***Lead tungstate (PbWO<sub>4</sub>) scintillators for LHC EM calorimetry***, Nucl. Instr. Meth., A 365 (1995) 291.
- 57 A. Fyodorov, M.V. Korzhik, O. Missevitch, V. Pavlenko, V. Kachanov, A. Singovsky, A.N. Annenkov, V.A. Ligun, J.-P. Peigneux, J.-P. Vialle, J.-L. Faure, F. Binon, ***Progress in PWO scintillating crystal***, Radiat. Meas., 26, No.1 (1996) 107-115.
- 58 A.N. Annenkov, V.G. Vasilchenko, M.V. Korzhik, V.D. Ligun, A.S. Lobko, V.B. Pavlenko, T.N. Timoschenko, ***Luminescence of the PbWO<sub>4</sub> single crystals***, Journal of Applied Spectroscopy, 61 (1994) 83-88, in Russian.
- 59 M. Nikl, K. Nitsch, S. Baccaro, A. Cecilla, M. Montecchi, B. Borgia, I. Dafinei, M. Diemoz, M. Martini, E. Risetta, G. Spinolo, A. Vedda, M. Kobayashi, M. Ishii, Y. Usuki, O. Jarolimek and P. Reiche, ***Radiation induced formation of color centres in PbWO<sub>4</sub> single crystal***, J. Appl. Phys., 82 (11) (1997) 5758.
- 60 M. Martini, E. Rosetta et al., ***Thermally stimulated luminescence of PbWO<sub>4</sub> crystals***, J. Lumin. 72-74 (1997) 689.
- 61 M. Böhm, A.E. Borisevich, G.Yu. Drobychev, A. Hofstaetter, O.V. Kondratiev, M.V. Korzhik, M. Luh,, B.K. Meyer, J.-P. Peigneux, A. Scharmann, ***Influence of Mo impurity on the spectroscopic and scintillation properties of PbWO<sub>4</sub> crystals***, Phys. Stat. Sol. A, 167, N1 (1998) 243-252
- 62 D.E. Onopko, S.A. Titov, ***Charge-transfer spectra of tetrahedral tungsten complexes***, Opt. Spektrosk., 50 (1980) 1195.
- 63 R. Kebabcioglu and A. Müller, Chemi. Phys. Lett., 8, (1970) 59.
- 64 R. Grasser, A. Scharmann, ***On the luminescence of tungstates and molybdates - recent results***, Proc. Second International Meeting on Luminescence – 35 Years Luminescence in Greifswald, 1989, p. 1239.
- 65 A. Annenkov, E. Auffray, M. Korzhik, P. Lecoq, J.-P. Peigneux, ***On the origin of the***

- 
- transmission damage in lead tungstate crystals under irradiation*, Phys. Stat. Sol. (a), 170 (1998) 47- 62.
- 66 M.J. Norgett, A.M. Stoneham, A.P. Pathak, J. Physics: Solid State Physics, 10, (1977) 555.
- 67 A.M.Stoneham, *Theory of defects in solids*, Clarendon Press, Oxford, 1995
- 68 P. Weightman, B. Henderson, D. Dugdale, *An EPR study of divacancy centres in CaWO<sub>4</sub>*, Phys. Stat. Sol. (b), 58 (1973) 321.
- 69 A. Annenkov, E. Auffray, S. Baccaro, A. Cecilia, I. Dafinei, M. Diemoz, O. Jarolimek, M.V. Korzhik, P. Lecoq, M. Nikl, *Improvement of several properties of lead tungstate crystals with different dopant ions*, Nucl. Instr. and Meth. A 402 (1998) 75.
- 70 M. Kobayashi, Y. Usuki, M. Ishii et al., *Improvement of transmission and decay time of PbWO<sub>4</sub> scintillating crystals by La-doping*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 399 (1997) 261-268.
- 71 E. Auffray, I. Dafinei, F. Gautheron, O. Lafond-Puyet, P. Lecoq and M. Schneegans, *Scintillation characteristics and radiation hardness of PWO scintillators to be used at the CMS electromagnetic calorimeter at CERN*, SCINT'95 and Delf Univ. Press, The Netherlands (1996).
- 72 R.Y. Zhu, D.A. Ma, H.B. Newman, C.L. Woody, J.A. Kierstead, S.P. Stoll, P.W. Levy, *A Study on the Properties of Lead Tungstate Crystals*, Nucl. Instr. and Meth. A 376 (1996) 319-334.
- 73 R. Novotny, W. Doring, V. Metag, *Response of a PbWO<sub>4</sub> – scintillator array to electrons in energy regime below 1 GeV*, IEEE 1996, Anaheim, USA, 3-9 November 1996.
- 74 M.V. Korzhik, V.B. Pavlenko, V.A. Kachanov, J.-P. Peigneux, M. Poulet, *The scintillation mechanism in PbWO<sub>4</sub> crystals*, Materials Research Soc., Symp. Proc., 348 (1994) 285.
- 75 A.N. Annenkov, E. Auffray, A.E. Borisevich, G.Yu. Drobyshev, A.A. Fedorov, O.V. Kondratiev, M.V. Korzhik, P.Lecoq, V.D. Ligun, O.V. Missevitch, V.B. Pavlenko, J.-P. Peigneux, Yu.D. Prokoshkin, A.V. Singovski, R.F. Zouevski, *Slow components and afterglow in PWO crystal scintillations*, Nucl. Instr. Meth. A 403 (1998) 302-312.
- 76 M. Nikl, K. Nitsch, K. Polak, E. Mihokova, I. Dafinei, E. Auffray, P. Lecoq, P. Reiche, R. Uecker, G.P. Pazzi, *Slow components in the photoluminescence and scintillation decays of PbWO<sub>4</sub> single crystals*, Phys. Stat. Sol. (b), 195 (1996) 311-323.
- 77 I. Dafinei, E. Auffray, P. Lecoq, M. Shneegans, *Lead tungstate for high energy*

- 
- calorimetry*, Mat. Res. Soc., Symp. Proc., V 348 (1994) 99.
- 78 O.V. Missevich, G.Yu. Drobychev, M.V. Korzhik, A.V. Oskine, R.F. Zouevski, ***Fast method of PWO scintillation light collection time calculation***, To be published in Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res.
- 79 C. Laviron and P. Lecoq, ***Light collection on Large BGO crystals***, CERN/EF 84-3 (29 February 1984).
- 80 M. Schneegans, ***Progress in L3/BGO Calorimeter***. Nucl. Instr. Meth. A 257 (1987) 528-537.
- 81 G.Yu. Drobychev, A.A. Fyodorov, V.A. Katchanov, M.V. Korzhik, O.V. Missevich, and J.P. Peigneux, ***Optimization of the lead tungstate crystal/photodetector system for high-energy physics***, IEEE Trans. on Nucl. Sci., 42, No.4 (1995) 341-344.
- 82 R.Y. Zhu, D.A. Ma, H.B. Newman, C.L. Woody, J.A. Kierstead, S.P. Stoll, P.W. Levy, ***A study on the properties of lead tungstate crystals***, CMS TN/95-157 (1995).
- 83 S. Baccaro, B. Bordgia, F. Cavallari, I. Dafinei, M. Diemoz, A. Festinesi, E. Longo, M. Montecchi, G. Organtini, A. Piegari, ***Detection of photons generated in PbWO<sub>4</sub> scintillator crystals***, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 406 (1998) 276-286.
- 84 H. Hillemanns, T. Kirn, J. Schwenke, M. Häring, ***Results of light collection measurements in PSI***, CMS Note 1998/005 (1998).
- 85 T. Kirn, M. Häring, D. Schmitz, W. Schulz. ***Absorption length, radiation hardness and ageing of different optical glues***, CMS Note 1999/003 (1999).
- 86 R. Novotny, W. Döring, K. Mengel, R. Beck, H. Ströher, ***Response function of PbWO<sub>4</sub> detectors to electrons and photons between 50 and 855 MeV energy***, SCINT'97, Editors: Yin Zhiwen, Li Peijun, Feng Xiqi, Xue Zhilin - Proceedings of the International Conference on Inorganic Scintillators and Their Applications, Shanghai Institute of Ceramics, September 22 - 25, Shanghai, China (1997) p. 187-190.
- 87 F.-X. Gentit, ***The Monte-Carlo program CRISTAL***, CMS TN/96-143 (1996).  
See also: F.-X. Gentit, ***CRISTAL Monte-Carlo light propagation simulation program***, and ***LITRANI***, <http://www-dapnia.cea.fr/Spp/Experiences/CMS/cristal/index.html>
- 88 ***Dow Corning Q2-3067 Optical Couplant***, Dow Corning Corporation, Midland, Mich. 48640, USA
- 89 P. Beckman, ***Scattering of light by rough surfaces***, Progress in Optics, No.6 (1967) p. 53-69.
- 90 J.R. Votaw, R.J. Nickles, C.C. Martin, ***Optimal detector geometry to maximize light output and timing characteristics of fast scintillators***, IEEE Transactions on Nuclear

- 
- Science, V.35, No. 1 (1988) p.712-716.
- 91 G. Knoll, T. Knoll, T. Henderson, *Light collection in scintillation detector composites for neutron detection*, IEEE Transactions on Nuclear Science, V.35, No. 1 (1988) 872-875.
- 92 C. Carrier, R. Lecomte, *Theoretical modeling of light transport in rectangular parallelepipedic scintillators*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 292 (1990) 685-692.
- 93 C. Carrier, R. Lecomte, *Effect of geometrical modification and crystal defects on light collection in ideal rectangular parallelepipedic BGO scintillators*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 294 (1990) 355-364.
- 94 J. Bea, A. Gadea, L.M. Garcia-Raffi, J. Rico, B. Rubio, J.L. Tain, *Simulation of light collection in scintillators with rough surfaces*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res., A 350. (1994) 184-191.
- 95 Simon R. Cherry, Yiping Shao, Martin P. Tornai, Stefan Siegel, Anthony R. Ricci, Michael E. Phelps, *Collection of scintillation light from small BGO crystals*, IEEE Transactions on Nuclear Science, V.42, No.4 (1995) 1058-1063.
- 96 Takehiro Tomitani, *A model of optical reflection on rough surfaces and its application to Monte Carlo simulation of light transport*, IEEE Transactions on Nuclear Science, V.43, No. 3 (1996) 1544-1548.
- 97 R. Chipaux, M. Géléoc, *Modelisation and simulation of the light collection in the CMS lead tungstate crystals*, CMS Note 1998/091 (1998).
- 98 H. Newman, *Precision Crystal electromagnetic calorimeters at high energy accelerators and colliders*, Heavy scintillators for scientific and industrial applications, Edited by F. de Notaristefani, P. Lecoq, M. Schneegans, Edition Frontieres (1993) 5-42.
- 99 A. Karar, Y. Musienko, R. Tanaka, J.C. Vanel, B. Ille, D. Si Mohand, J.P. Bard, J.P. Pansart, J.M. Reymond, J. Tartas, E. Guschin, Th. Flugel, D. Renker, J.E. Bateman, S.R. Burge, R. Stephenson, P. Cushman, R. Rusack, S. Reucroft, D. Ruuska, *Investigation of avalanche photodiodes for EM calorimeter at LHC*, CMS TN/1995-135 (1995).
- 100 P. Denes, *New crystal calorimeters for colliders*, Frascati Physics Series, Vol. VI, Editors A. Antonelli, S. Bianco, A. Calcaterra, F.L. Fabbri, VI Int.Conf. on Calorimetry in HEP, Frascati, June 8-14 (1996) 85-97.
- 101 C. Seez, T. Virdee, *The Higgs two photon decay in CMS: An update*, CMS TN/94-289 (1994).
- 102 U. Amaldi, *Fluctuations in calorimetry measurements*, Physica Scripta, V.23 (1981)

---

409-424.

- 103 Yu.D. Prokoshkin, *Hodoscope calorimeters as basic coordinate-energy detectors of particles in the experiments in 10 TeV range*, Proc. Of the Second ICFA Workshop on Possibilities and Limitations of Accelerators and Detectors, Les Diablerets, 4-10 October 1979. U.Amaldi (Ed.), CERN, (June 1980) 405-418.
- 104 F. Nessi-Tedaldi, *Overview of PbWO<sub>4</sub> Calorimeter in CMS*, Presented at “Beauty’97”, 5th International workshop on B-Physics at Hadron Machines, Los-Angeles. USA. 13-17 October 1997, CMS Conference Report, CMS CR 1998/003 (1998).
- 105 D.J. Graham, C. Seez, *Simulation of Longitudinal Light Collection Uniformity in PbWO<sub>4</sub> Crystals*, CMS Note 96/002 (1996).
- 106 *Passage of particles through matter*, In Physical review, D. Particles and fields, 1 July 1996, Part 1, Review of particle physics, Vol. 54. No.1 (1996) 132-139.
- 107 Ren-Yuan Zhu, *PbWO<sub>4</sub> Crystal Characterisation*, CMS ECAL Meeting, CERN, (August 9, 1995).
- 108 C. Seez, *Radiation Damage and Longitudinal Uniformity*, CMS IN/1997-022 (1997).
- 109 E. Lorenz, S. Natkaniec, D. Renker, B. Schwartz, *Fast readout of plastic and crystal scintillators by avalanche photodiodes*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 344 (1994) 64-72.
- 110 G. Drobychev, A. Fedorov, M. Korzhik, A. Khruschinsky, O. Missevitch, J.-P. Peigneux, A. Oriboni, M. Schneegans, *Studies and proposals for an automatic crystal control system*, CMS TN/97-036 (1997).
- 111 E. Fünfer, H. Neuert, *Zählrohre und szintillationszähler*, Verlag, G. Braun, Karlsruhe. 1959. (E. Funfer, H. Neyert, *Counters of Radiations*, Moscow (1961) 403 p., in Russian.)
- 112 Falk Fischer, *Verbesserungen der Wellenlängenschieber-Photodioden-Lichtauslesetechnik für Anwendungen auf dem Gebiet der Teilchenkalorimetrie*, Diplomarbeit der Fakultät für Physik der Technischen Universität München, MPI-PAE/Exp. El.153 (September 1985).
- 113 C. Licitra, *Contribution à l'étude de l'amélioration de la transmission de lumière des cristaux scintillateurs de tungstate de plomb au photodétecteur*, Rapport de stage, École nationale supérieure de physique de Marseille (1997).
- 114 A. Zaidel, *Technics and practice of spectroscopy*, Moskva, Nauka (1966) 386 p., in Russian.
- 115 W.W. Moses, *A method to increase optical timing spectra measurement rates using a multi-hit TDC*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A 336 (1993) 253-261.

- 
- 116 CE Johansson AB, S-631 81 Eskilstuna, Sweden.
- 117 G. Basti, B. Borgia, F. Cavallari, I. Dafinei, M. Diemoz, S. Guerra, E. Leopardi, E. Longo, E. Miholkova, G. Organini, *A proposal for an automatic crystal control system*, CMS Internal Note 033-1997 (1997).
- 118 E. Auffray, A.N. Annenkov, G.Yu. Drobychev, V.A. Evdokimov, A.A. Fedorov, M.V. Korzhik, V.L. Kostylev, P. Lecoq, O.V. Missevitch, A.V. Oskine, V.V. Panov, J.-P. Peigneux, M. Schneegans, R.F. Zouevski, *Methodology of certification of scintillators for large scale detectors*, The Fifth International Conference on Inorganic Scintillators and Their Applications, SCINT'99 Moscow, August 16-20, (1999) 12.
- 119 M. Lebeau, P. Lecoq, J.-P. Vialle, *A distributed control and data base system for the production of high quality crystal*, CMS TN/95-024 (1995).
- 120 J.-M. Le Goff, J.-P. Vialle, A. Bazan, T. Le Flour, S. Lieunard, D. Rousset, R. McClatchey, N. Baker, Z.Kovacs, H. Heath, E. Leonardi, G. Barone, G. Organtini. *C. R. I. S. T. A. L., Concurrent repository & information system for tracking assembly and production lifecycles - A data capture and production management tool for the assembly and construction of the CMS ECAL detector*, CMS Note/1996-003 (1996).
- 121 A.F. Cherniavskii, S.V. Beketov, A.V. Potapov, *Statistical methods for analysis of the stochastic signals in nuclear physics experiment*, Ed. A.N.Pisarevsky. Moscow, Atomizdat (1974) 352 p.
- 122 G.Yu. Drobychev, E. Auffray, M.V. Korzhik, O.V. Missevich, J.-P. Peigneux, M. Schneegans, R.F. Zouevski, *Analysis of ACCOS system results reproducibility and results of first pre-mass production PWO certification*, Preprint LAPP 1999-07 (1999).
- 123 G. Drobychev, *Banc de contrôle ACCOS. (ACCOS – un système automatique de contrôle des cristaux)*, Journées CMS-France de la Bussière (2-4 novembre 1998).
- 124 E. Auffray-Hillemans, G. Chevenier, M. Freire, P. Lecoq, J.-M. Le Goff, R. Marcos, G. Drobychev, O. Missévitch, A. Oskine, R. Zouevsky, J.-P. Peigneux, M. Schneegans, *Performance of ACCOS, an Automatic Crystal quality Control System for PWO*, CMS Note/1999-067 (1999).
- 125 G.Yu. Drobychev, A.N. Annenkov, E. Auffray-Hillemans, A.E. Borisevich, M.V. Korzhik, V.L. Kostylev, P. Lecoq, V.D. Ligoun, J.-P. Peigneux, *Results of PWO radiation hardness optimization*, CMS Note/1999-062 (1999).