

# Thèses de doctorat en sciences soutenues en 2013

## *Ph.D. Thesis presented in 2013*

Dans le cadre des programmes d'études en métrologie coordonnés par le Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), des travaux de thèses, en vue de l'obtention d'un doctorat en sciences, sont effectués dans les laboratoires nationaux de métrologie ou les laboratoires associés au LNE. Les thèses soutenues en 2013 sont présentées ici par laboratoire mentionnant, pour chaque thèse, l'auteur, le titre, l'établissement et la spécialité de rattachement, la date de soutenance et le résumé des travaux réalisés. A la suite des thèses, sont également reportés les thèmes de recherche qui ont fait l'objet d'une soutenance en 2013 pour l'obtention du diplôme d'habilitation à diriger des recherches (HDR) par des chercheurs du réseau de la métrologie française.

### LNE

**Thibaut CHARRON** – Pompes à électrons à base de nanofils de silicium pour la métrologie. – Université de Université Pierre et Marie Curie, Paris – *Physique du Solide* – 20 décembre 2013.

Cette thèse s'inscrit dans le cadre de la redéfinition des unités du système international d'unités à partir de constantes fondamentales. L'ampère serait ainsi redéfini à partir de la charge de l'électron et de la seconde. Pour mettre en pratique cette définition, les métrologues travaillent à la mise au point d'un étalon quantique de courant à partir d'un dispositif monoélectronique pouvant délivrer un courant d'une centaine de picoampère mesuré avec une incertitude de  $10^{-7}$ . Les dispositifs étudiés au cours de cette thèse sont des pompes à électrons fabriquées au CEA-LETI à partir de nanofils de silicium et qui fonctionnent sur le principe du blocage de Coulomb et de l'effet tunnel à un électron. Ils sont constitués de deux barrières tunnel dont la hauteur peut être contrôlée par l'effet de champ de deux grilles. L'application de signaux alternatifs sur ces grilles à une fréquence  $f$  permet de générer un courant quantifié :  $I = e \cdot f$ , mesuré à l'aide d'un comparateur cryogénique de courant (CCC), instrument métrologique permettant d'amplifier et de mesurer avec une grande exactitude les faibles courants. Les meilleurs résultats obtenus durant ces trois années sur des pompes à électrons silicium ont permis d'aboutir à la mesure, pour  $f = 50$  MHz, d'un courant stable sur une durée de 14

heures avec une incertitude relative de type A de quelques  $10^{-6}$ . Ces mesures ont été réalisées avec un CCC dans un mode de contre-réaction simplifié ne permettant que des mesures relatives du courant généré. À la fin de cette thèse, la modification du système de mesure a commencé dans le but de réaliser des mesures absolues du courant généré par une pompe à électrons.

**Loïc COQUELIN** – Contribution aux traitements des incertitudes : application à la métrologie des nanoparticules en phase aérosol. – Université de Paris-Sud/Supélec – *Traitement du Signal* – 4 octobre 2013.

Cette thèse a pour objectif de fournir aux utilisateurs de SMPS (*Scanning Mobility Particle Sizer*) une méthodologie pour calculer les incertitudes associées à l'estimation de la granulométrie en nombre des aérosols. Le résultat de mesure est le comptage des particules de l'aérosol en fonction du temps. Estimer la granulométrie en nombre de l'aérosol à partir des mesures CNC revient à considérer un problème inverse sous incertitudes.

Une revue des modèles existants pour représenter les comptages CNC en fonction de la granulométrie en nombre de l'aérosol a été faite et montre l'existence de théories concurrentielles pour modéliser la physique intervenant lors du processus de mesure. Le modèle physique proposé a été créé pour représenter avec précision les phénomènes physiques intervenant lors de la mesure et de sorte que le temps requis pour un appel à ce modèle soit court.

Pour effectuer l'estimation de la granulométrie en nombre, un nouveau critère qui couple les techniques de régularisation et de la décomposition sur une base d'ondelettes est décrit. Lorsque la granulométrie à estimer présente à la fois des profils à variations lentes et des profils à variations rapides, un *a priori* homogène sur toute la gamme de reconstruction ne convient plus. La nouveauté des travaux présentés réside dans l'estimation de ce type de granulométries. L'approche multi-échelle proposée pour la définition du nouveau critère de régularisation est une alternative qui permet d'ajuster les poids de la régularisation sur chaque échelle du signal. La méthode développée est comparée avec une régularisation classique avec un *a priori* homogène de douceur. Les résultats montrent que les estimations proposées par la méthode décrite sont meilleures que les estimations classiques, aussi bien en termes de variance que de biais.

La propagation de l'incertitude à travers le modèle d'inversion des données est également abordée et la méthodologie est finalement éprouvée sur des mesures réelles d'aérosols constitués de gouttelettes de SiO<sub>2</sub> et de DEHP (huile). Les résultats révèlent que la principale source d'incertitude provient du manque de connaissance pour la définition du modèle physique. En effet, les mesures SMPS sont reproductibles en conditions contrôlées de laboratoire, ce qui rend la dispersion expérimentale moins influente sur la variance de l'estimation finale.

**Maud HEUILLET** – Le développement de méthodes de référence pour les biomarqueurs du bilan lipidique : Application au contrôle qualité en biologie clinique. – Université de Bourgogne – *Sciences de la vie* – 13 décembre 2013.

En biologie clinique, il est crucial de disposer de mesures fiables et comparables dans le temps et entre les laboratoires, afin de permettre un dépistage et un suivi appropriés des patients. Pour cela, il est indispensable d'établir leur traçabilité métrologique aux unités du Système international d'unités (SI) notamment par des méthodes de mesure primaire ou des matériaux de référence certifiés (MRC) d'ordre supérieur.

Ces travaux de thèse ont consisté à développer et valider des méthodes de référence pour le cholestérol total, les triglycérides, le HDL-cholestérol et le LDL-cholestérol. Leur valeur ajoutée par rapport à une valeur consensuelle a été démontrée lors d'évaluations externes de la qualité. Elles ont également permis de certifier un MRC qui pourra être utilisé pour le contrôle qualité et/ou l'étalonnage des méthodes de routine. La commutabilité de ce MRC a été démontrée pour la plupart des méthodes de routine et les différents biomarqueurs, ce qui a permis de l'utiliser pour évaluer la justesse de ces méthodes. Il est apparu que les méthodes de routine avaient généralement tendance à sous-estimer la concentration en triglycérides (en particulier aux valeurs basses) et à surestimer nettement la concentration de cholestérol total et de LDL-cholestérol (en particulier aux concentrations proches du seuil de décision clinique), ce qui se traduit par une

augmentation du nombre de faux-positifs (patients traités à tort). Une approche de correction matricielle a également été proposée afin de permettre l'utilisation de matériaux non commutables pour évaluer la justesse. *In fine* ces travaux ont démontré l'importance de disposer de méthodes de référence ainsi que de MRC commutables.

**Wei TIAN** – Développement d'un banc de mesure de la forme d'onde de signaux dynamiques complexes par échantillonnage électro-optique. – Université de Nantes Angers Le Mans (L'UNAM), Angers – *Physique* – 21 janvier 2013.

Une méthode a été proposée et l'expérience a été réalisée pour caractériser la forme d'onde jusqu'à 100 GHz par échantillonnage électro-optique. L'échantillonnage électro-optique permet de déterminer l'impulsion ultra rapide générée par une photodiode dans une ligne coplanaire. Dans le système réalisé, l'impulsion électrique est échantillonnée par un train d'impulsions laser ultracourtes par effet électro-optique. Le faisceau du laser est séparé en deux parties. Une partie du laser excite la photodiode qui génère les impulsions électriques se propageant sur une ligne coplanaire fabriquée sur un substrat en verre. L'autre partie du laser subit un délai optique variable et traverse un matériau électro-optique placé sur la ligne coplanaire. Le champ électrique entre les conducteurs de la ligne coplanaire, modifie la polarisation du laser par l'effet électro-optique. Le changement de polarisation peut être converti en une variation d'amplitude qui peut être mesurée. Pour un retard fixe, les impulsions d'échantillonnage interceptent de manière répétitive une petite portion de la forme d'onde de l'impulsion électrique. Une variation du retard est effectuée pour enregistrer l'évolution temporelle de la forme d'onde de l'impulsion électrique. Un logiciel de simulation électromagnétique 3D a été utilisé pour optimiser la structure électro-optique constituée d'une ligne coplanaire sur laquelle est posée une lame électro-optique. 144 lignes coplanaires ont été fabriquées sur un substrat de verre et un kit d'étalonnage a été réalisé pour étalonner l'analyseur de réseau vectoriel utilisé pour trouver la structure optimale en conditions réelles. Cette structure a été ensuite utilisée pour reconstruire la forme d'onde de l'impulsion électrique générée par la photodiode.

## LNE-IRSN

**Julien TAFORÉAU** – Un spectromètre à pixels actifs pour la métrologie des champs neutroniques. – Université de Strasbourg – *Physique des particules élémentaires* – 30 septembre 2013.

La métrologie fondamentale est la garante de la pérennité des systèmes de mesure et est en charge de fournir les étalons de références. En ce qui concerne la métrologie des rayonnements ionisants, et en particulier la métrologie des neutrons, des détecteurs étalons sont

utilisés pour caractériser les champs de références, en énergie et en fluence. Les dosimètres ou détecteurs de particules sont étalonnés. Cette thèse a consisté au développement d'un spectromètre neutron candidat au statut d'étalon primaire pour la caractérisation de champs neutroniques dans la gamme 5 MeV – 20 MeV. Le spectromètre utilise le principe du télescope à protons de recul comme moyen de détection ; la technologie CMOS, au travers de trois capteurs de positions, a été mise à profit pour réaliser la trajectographie du proton de recul. Un détecteur Si(Li) est en charge de la mesure de l'énergie résiduelle du proton. Les simulations des dispositifs, réalisées sous MCNPX, ont permis d'estimer les performances du dispositif et de valider la procédure de reconstruction de l'énergie des champs neutroniques. Une étape essentielle de caractérisation des éléments du télescope et en particulier des capteurs CMOS a été également proposée afin de garantir la validité de mesures expérimentales postérieures. Les tests réalisés aussi bien en champs mono-énergétiques qu'en champs étendus témoignent des très bonnes performances du système. La quantification des incertitudes indique une mesure de l'énergie avec une exactitude de 1,5 % pour une résolution de moins de 6 %. La mesure de la fluence neutronique est quant à elle réalisée avec une incertitude de 4 % à 6 %.

## LNE-LCM

**Alain VISSIERE** – Mesure de cylindricité de très haute exactitude : développement d'une nouvelle machine de référence. – Arts et Métiers ParisTech – *Génie mécanique* – 13 décembre 2013.

Le laboratoire commun de métrologie LNE-CNAM (LCM) souhaite affiner sa maîtrise des références de pression afin de réaliser des appareillages de tout premier rang au niveau international. L'incertitude relative visée sur les références de pression est de l'ordre de  $10^{-6}$ . Cet objectif se traduit par une problématique de métrologie dimensionnelle où une mesure de la forme des pistons/cylindres utilisés dans les balances manométriques doit être menée. La mesure de cylindricité est également impliquée dans un très grand nombre d'applications industrielles comme la qualification d'étalons de référence destinés à la qualification d'appareillages de mesure. Ce travail de recherche, réalisé dans le cadre d'une convention CIFRE avec la société GEOMNIA, concerne la réalisation d'un instrument de référence de très haute précision permettant la mesure de forme de cylindres creux ou pleins. Il propose un saut technologique pour satisfaire une incertitude sur la mesure de l'écart de cylindricité de l'ordre de 10 nm dans un volume de mesure cylindrique de diamètre 350 mm et de hauteur 150 mm. La mesure de forme est habituellement pratiquée en déplaçant un capteur par rapport à la surface à mesurer par un guidage de haute précision. Il n'est cependant pas possible de réaliser un guidage entre deux solides avec une précision permettant de garantir les incertitudes souhaitées, même en utilisant les techniques de correction d'erreurs dont la précision est limitée par le défaut de

répétabilité des guidages. Pour satisfaire à ce niveau d'incertitude, cette thèse propose une démarche basée sur le concept de structure métrologique dissociée. La mesure d'une pièce consiste alors à comparer sa forme à celle d'une pièce cylindrique de référence. Cette dernière doit seulement présenter une stabilité de forme parfaite. La cartographie d'écart de forme de la référence cylindrique doit cependant être identifiée avec la même incertitude visée.

Le travail de recherche développé propose une analyse détaillée des machines actuelles et de leurs limitations. Suite à cette analyse, une architecture de machine a été proposée pour lever ces limitations. Cette architecture tient compte des écarts « secondaires » liés à la position des capteurs et des effets de second ordre, pour satisfaire la précision visée. Une procédure complète d'étalonnage de la machine a été élaborée en s'inspirant des méthodes de séparation d'erreurs. Cette procédure originale permet de séparer les défauts de forme du cylindre de référence de ceux d'une pièce de qualification cylindrique mesurée simultanément. La méthode employée ne présente pas de limitations en termes d'exactitude. Cette procédure a été validée expérimentalement. Une analyse des effets liés à la mesure de surfaces cylindriques par des capteurs capacitifs a été menée. Ces essais ont conduit au développement de stratégies d'étalonnage de ces capteurs *in situ* utilisant des interféromètres à laser intégrés dans la machine. La traçabilité métrologique des résultats des mesures est ainsi garantie. Deux bancs de tests ont été développés pour caractériser les diverses influences et valider les procédures d'étalonnage des capteurs. La conception détaillée de l'instrument est issue de la synthèse des réflexions menées sur l'architecture, sur l'étalonnage et sur la maîtrise de la mesure de déplacements par capteurs capacitifs. Ce travail a abouti à la réalisation de ce nouvel instrument de référence.

**Padipat WONGTHEP** – Étude du régime d'écoulement du fluide dans le jeu d'un ensemble piston-cylindre en vue de l'optimisation du calcul du coefficient de déformation. – École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers – *Mécanique* – 10 octobre 2013.

Les balances manométriques sont utilisées en métrologie des pressions statiques. Des projets européens tel que le projet Euromet n° 463 ont mis en évidence des écarts systématiques entre les mesures expérimentales et les calculs des paramètres nécessaires à la caractérisation des balances de référence. La vitesse de chute du piston est l'un d'eux, pourtant essentiel dans la procédure d'étalonnage. L'objectif de ces travaux de thèse était l'ajustement des méthodes d'estimation de cette vitesse de chute. Cela permettra d'améliorer la caractérisation du jeu interne de la balance, de déterminer plus précisément la section effective de ce jeu et par conséquent d'améliorer l'incertitude portant sur le coefficient de déformation, paramètre clé de l'étalonnage par comparaison. Jusqu'à présent le modèle de calcul de l'écoulement du fluide dans la balance était quasi unidimensionnel. Il assimilait le jeu entre le piston et le cylindre à deux parois parallèles. Dans

cette étude, les équations de l'écoulement du fluide sont modifiées pour évaluer l'influence du modèle du jeu annulaire. Les corrections dues à la vitesse de chute du piston sont également prises en compte. Les calculs des déformations des structures sont réalisés en utilisant la méthode des éléments finis. Les travaux expérimentaux portent sur des ensembles piston-cylindre 50 MPa, 200 MPa et 1 000 MPa du Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE). Une confrontation calcul-expérience est réalisée en prenant en compte les paramètres de variabilités tels que la géométrie ou les propriétés du fluide.

## LNE-LTFB

**Xiaochi LIU** – *High contrast coherent population trapping resonances in Cs vapour cell with a simple achitecture laser system.* – Université de Franche-Comté – *Science pour l'ingénieur* – 11 décembre 2013.

Les travaux de cette thèse ont porté sur l'étude de la spectroscopie CPT de cellules de vapeur de césium. À partir d'une horloge atomique CPT classique générant des signaux à faibles contrastes CPT, un nouveau dispositif expérimental a été développé afin de détecter de meilleurs contrastes sur les résonances CPT en utilisant la technique dites du *push-pull optical pumping* (PPOP). Une analyse théorique de la technique PPOP a été réalisée et a permis sa comparaison avec la technique standard dites du schéma d'interaction ligne par ligne (*line per line interaction scheme*). La technique PPOP a permis de montrer un signal de la résonance CPT ayant un contraste de 78 % en régime continue, ce qui représente une amélioration de presque deux ordres de grandeurs comparée à la technique standard.

L'impact de quelques paramètres expérimentaux agissant sur la largeur de la résonance CPT a également été étudié. Afin de réduire cette largeur, une nouvelle architecture originale du système laser a été développée et a combiné pour la première fois la technique PPOP et l'interrogation Ramsey pour la détection de franges étroites de CPT-Ramsey avec un fort contraste, ouvrant ainsi la voie vers le développement de nouvelles horloges CPT de très hautes performances.

## LNE-SYRTE

**Matthieu MEUNIER** – Etude d'un gyromètre à onde de matière de très grande aire. – Université Pierre et Marie Curie – *Physique Quantique* – 9 décembre 2013.

Le travail de thèse a été la caractérisation d'un nouveau gyromètre à ondes de matière de très grande sensibilité. L'utilisation d'une seule source d'atomes de césium refroidis par laser dans une configuration de type fontaine permet d'atteindre des temps d'interaction proches de 1 s.

La manipulation cohérente des atomes a été réalisée par des transitions Raman stimulées : une nouvelle séquence d'interrogation à quatre impulsions, insensible à l'accélération continue, a permis d'atteindre une aire macroscopique de 2,4 cm<sup>2</sup> sensible à l'effet Sagnac et le meilleur niveau des gyromètres à atomes froids. La taille de l'instrument le rend particulièrement sensible aux vibrations : une isolation passive acoustique et sismique a été développée pour découpler le capteur de son environnement. La mesure de l'accélération résiduelle des miroirs permet de corriger *a posteriori* la phase atomique, et améliore ainsi la sensibilité de l'instrument.

Une nouvelle technique de mesure sans temps mort a été démontrée : celle-ci permet d'améliorer d'un ordre de grandeur la sensibilité d'un interféromètre de type horloge, et présente de potentielles applications pour d'autres classes de capteurs inertiels atomiques ainsi que pour la navigation inertielle.

**Bruno PELLE** – Interféromètres atomiques dans un réseau optique. – Université Pierre et Marie Curie – *Physique Quantique* – 16 octobre 2013.

Le projet ForCa-G (Force de Casimir et Gravitation à courte distance) a pour objectif la réalisation de mesures de forces à faible distance entre des atomes et un miroir en utilisant des techniques d'interférométrie atomique. Dans cette région, la force prédominante devient celle de Casimir-Polder qui est une force de type électromagnétique s'exerçant entre un atome neutre et une surface. De plus, une mesure précise de cette force permettrait la poursuite de la recherche d'éventuelles déviations à la loi de Newton à courte distance, prédites dans le cadre de théories de l'unification des quatre interactions fondamentales.

Le travail réalisé durant cette thèse constitue une démonstration de principe de ce projet, en utilisant des atomes situés loin du miroir. Ceux-ci sont préalablement refroidis afin d'être piégés dans une multitude de puits de potentiel générés par une onde stationnaire optique. L'incrément en énergie potentielle de pesanteur est alors mesuré, puis représenté par la fréquence de Bloch  $\nu_B$ .

Pour cela, le principe de superposition d'états quantiques est utilisé afin de générer un état d'ubiquité permettant aux atomes d'être dans deux puits différents du réseau au même instant. Enfin, de l'évolution de leur phase atomique, la différence de potentiel expérimentée par les atomes dans cet interféromètre atomique est déterminée.

Différents interféromètres atomiques dans ce réseau optique ont été étudiés, caractérisés en terme de sensibilité et d'effets systématiques sur la mesure de la fréquence de Bloch. Un des interféromètres étudiés, l'interféromètre Accordéon, a permis d'obtenir une sensibilité relative de  $\sigma(\delta\nu_B/\nu_B) = 9,0 \times 10^{-6}$  à 1 s, qui s'intègre jusqu'à  $\sigma(\delta\nu_B/\nu_B) = 1,9 \times 10^{-7}$  en 2 800 s. Cela constitue une mesure de l'accélération de la pesanteur  $g$  à l'état de l'art des gravimètres atomiques piégés.

# Synthèses des travaux présentées en 2013 pour l'obtention du diplôme d'habilitation à diriger des recherches (HDR)

## LNE

**François PIQUEMAL** – Métrologie électrique quantique, de l'impédance du vide à la charge élémentaire. – Ecole normale supérieure de Cachan – *Sciences pour l'ingénieur* – 13 avril 2013.

Les travaux de recherche présentés pour l'HDR se situent dans le domaine de la métrologie électrique quantique et sont des travaux auxquels l'auteur a contribué durant ces dix dernières années. Ils se répartissent en trois parties : les questions autour du Système international d'unités (SI) et le rôle central détenu par l'effet Josephson alternatif (EJ), l'effet Hall quantique (EHQ) et l'effet tunnel à un électron qui procurent aux grandeurs électriques des valeurs s'exprimant directement en termes de constante de Planck  $h$  et de charge élémentaire  $e$  ; l'exploitation des propriétés remarquables de la supraconductivité qui conduit à un outil métrologique formidable que constitue le comparateur cryogénique de courants (CCC) associé à un SQUID comme détecteur de flux magnétique ; et l'utilisation des propriétés scalaires qui caractérisent les dispositifs quantiques pour étendre leurs champs d'application métrologique.

Dans la première partie, sont présentés les arguments qui ont conduit à développer deux expériences considérées comme clés dans le cadre de la discussion actuelle autour de la modernisation du SI : vérification de la relation de von Klitzing «  $R_K = h/e^2$  » au moyen d'un étalon calculable de capacité et d'une chaîne de mesures d'impédances reliant cet étalon à l'effet Hall quantique ; cette expérience conduit aussi à la détermination de la constante de structure fine ; test de la cohérence entre l'effet Josephson, l'effet Hall quantique et l'effet tunnel à un électron par application de la loi d'Ohm sur les grandeurs électriques tension, résistance et courant issues de ces effets. Cette expérience de la fermeture du triangle métrologique contribue également à la détermination de la

charge élémentaire et à une mise en pratique naturelle de la future définition de l'ampère à partir des dispositifs à un électron.

La deuxième partie est consacrée aux travaux menés sur la réalisation de comparateurs cryogéniques de courants (CCC) spécifiques à l'amplification de très faibles courants tels que ceux délivrés par les dispositifs à un électron : principes sur lesquels repose cet instrument dont l'utilisation était jusque là restreinte à la métrologie de la résistance, quelques éléments de conception pour en faire un amplificateur de courant très bas bruit et de gain de grande exactitude en dressant un bilan sur les performances des principaux prototypes réalisés, principales mesures effectuées à partir de CCC sur les dispositifs monoélectroniques (essentiellement des pompes à électron) aboutissant à la première expérience de fermeture du triangle métrologique réalisée au LNE en 2009.

La troisième partie des travaux présentés porte sur la mise en réseau de dispositifs quantiques. Leur potentiel à devenir les prochains étalons et outils de référence, améliorant et simplifiant les chaînes de traçabilité au SI relatives aux grandeurs électriques, y est démontré.

## LNE-LNHB

**Marie-Noëlle AMIOT** – Mesures et simulations en métrologie de la mesure d'activité par scintillation liquide et chambre d'ionisation pressurisée. – Université Paris 11 – 21 novembre 2013.

Les travaux de recherche présentés pour l'HDR ont été menés durant ces vingt dernières années dans le domaine de la mesure en radioactivité, et portent en particulier sur les chambres d'ionisation à puits et les activimètres utilisés en médecine nucléaire pour le dosage des radionucléides injectés aux patients.