

Thèses de doctorat en sciences soutenues en 2012

Ph.D. Thesis presented in 2012

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 2012 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 2012 pour l'obtention du diplôme d'habilitation à diriger des recherches (HDR) par des chercheurs du réseau de la métrologie française.

LNE-CETIAT

Sid-Ali MOKDAD – Contribution à la détermination de la courbe de pression de vapeur saturante de l'eau pure dans la plage de -80 °C à $+100\text{ °C}$, avec une très haute exactitude. – Conservatoire national des arts et métiers, Paris – *Laser, Métrologie, Communications* – 28 septembre 2012.

La détermination des propriétés physiques de l'eau pure, notamment la pression de vapeur saturante en fonction de la température, est un enjeu majeur en humidité et identifié comme tel par le sous-groupe Humidité du Comité consultatif de thermométrie (CCT-WG6) afin d'améliorer les incertitudes des références nationales en humidité.

A cette fin, le LNE-CETIAT et le LNE-Cnam ont développé conjointement un dispositif expérimental permettant d'accéder au couple température/pression de la vapeur saturante de l'eau pure. Le principe repose sur une mesure statique de la pression et de la température dans une cellule d'équilibre associée à un calorimètre quasi adiabatique. La gamme de températures d'équilibre couverte s'étend de $193,15\text{ K}$ à $373,15\text{ K}$, et correspond à une pression de vapeur saturante allant de $0,06\text{ Pa}$ à 10^5 Pa .

La thèse présente la description, la réalisation et la caractérisation métrologique de ce nouveau dispositif expérimental. Les résultats des mesures expérimentales

sont comparés à ceux de travaux théoriques et expérimentaux les plus récents. Le budget d'incertitude final prend en compte la contribution de la mesure de pression, de la mesure de température et des effets parasites telles que la transpiration thermique et la pression aérostatique. Grâce aux différentes solutions mises en œuvre, la contribution des mesures de température dans le bilan d'incertitude global est réduite. La part prépondérante de l'incertitude reste essentiellement liée à la mesure de pression.

LNE-LCM

Andrea CAPPELLA – Caractérisation thermique à haute température de couches minces pour mémoires à changement de phase depuis l'état solide jusqu'à l'état liquide. – Université de Bordeaux – *Mécanique & Énergétique* – 14 mars 2012.

La forte variation des propriétés électriques, thermiques et optiques des chalcogénures en fonction de leurs structures en a fait l'un des matériaux les plus largement étudiés pendant les dernières années. Les transitions de phase structurelles sont engendrées par la chaleur, notamment le retour à la phase amorphe depuis la phase cristalline se fait uniquement en passant, très rapidement, à travers la phase fondue. Cependant, aucune caractérisation thermique n'a été menée au-delà de sa température de fusion et à l'échelle micrométrique.

Les travaux de thèse portent sur la caractérisation thermique à l'échelle micrométrique d'un alliage à base de tellure lorsque ce matériau se trouve à l'état fondu, à haute température.

À cette fin, une cellule innovante d'emprisonnement du matériau fondu a été conçue et mise en place. Des structures de tellure au volume d'environ un microlitre ont été déposées sur un substrat de silicium utilisant la technique MOCVD (*Metal Organic Chemical Vapor Deposition*). Ces structures ont été recouvertes par la suite d'une couche de protection capable de les emprisonner dans une matrice : silice amorphe déposée par EBPVD (*Electron Beam Physical Vapor Deposition*) et alumine amorphe déposée par ALD (*Atomic Layer Deposition*). La technique de la radiométrie photothermique modulée a été utilisée pour étudier les propriétés thermiques de ce type de cellules et de ces constituants. La résistance thermique de dépôt a été ainsi estimée en utilisant un modèle d'étude des transferts de la chaleur utilisant le formalisme des impédances thermiques. Ceci a permis dans le cas de l'alumine amorphe de déterminer sa conductivité thermique et la résistance thermique de contact avec le substrat jusqu'à 600 °C. Un long processus de conception, de mesure et d'analyse a été nécessaire afin d'obtenir une cellule capable de résister aux contraintes des hautes températures. À l'heure actuelle, seule la caractérisation thermique jusqu'à 300 °C a été possible à cause de l'instabilité mécanique de ce dépôt hétérogène. Ceci a été confirmé par des caractérisations physico-chimiques par techniques XRR (*X-Ray Reflectivity*), XRD (*X-Ray Diffraction*) et SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

Georges FAHD – Création d'une chaîne de référence pour la mesure de la pression artérielle. – Université Aix-Marseille – *Mécanique, Physique, Micro- et Nanoélectronique* – 10 avril 2012.

Les autotensiomètres (AT) sont parmi les dispositifs les plus utilisés en clinique et à domicile pour la mesure de la pression artérielle (PA). Ces appareils utilisent deux algorithmes heuristiques (HB, *Height-Based* et SB, *Slope-Based*) pour déterminer les pressions artérielles systoliques (PAS) et diastoliques (PAD) à partir de l'enregistrement de la pression oscillométrique dans le brassard. La mise sur le marché de ces appareils est actuellement assujettie à la directive 93/42/CEE, relative aux dispositifs médicaux, qui impose une étude clinique basée sur une comparaison avec des mesures de la PA par auscultation. Cette méthode, qui consiste à détecter des sons de Korotkoff dans l'artère auscultée, présente l'inconvénient d'être dépendante du praticien et engendre une incertitude sur la mesure de la PAS et de la PAD. Il est donc nécessaire de s'assurer de la fiabilité de ces instruments en proposant un dispositif expérimental de référence permettant en outre de pallier l'étude clinique qui s'avère longue et coûteuse. Cette thèse est dédiée à la mise en place de ce dispositif ou d'une chaîne de référence, qui associe un banc d'essai permettant la validation des autotensiomètres et une base de données de mesure de PA. Une étude clinique a été réalisée à l'hôpital

Nord de Marseille à l'issue d'un examen de coronarographie. L'étude, réalisée sur 115 patients, compare des mesures de pression invasives (mesures de référence) à des mesures de pression non-invasives : des mesures auscultatoires, des mesures *via* un autotensiomètre commercial et des mesures oscillométriques. Ces dernières ont été réalisées concomitamment avec la PA invasive. L'ensemble de ces mesures et étalonnages effectués en amont a permis d'élaborer une base de données conforme aux exigences des normes NF1060-4 et ANSI/AMMI. Le fonctionnement de l'ensemble de la chaîne de référence a été testé sur des AT du commerce. Par ailleurs, un travail plus en amont sur le fonctionnement des AT a été entrepris. Ce travail porte sur les algorithmes de calcul de la PA et sur la sensibilité de la mesure de la PA à divers paramètres. En effet, la méthode HB, majoritairement employée, s'avère extrêmement sensible à la valeur des coefficients de pondération utilisés dans l'algorithme pour mesurer la PAS et la PAD. L'étude statistique mise en œuvre montre en outre qu'il est impossible, avec des coefficients constants, de couvrir avec une incertitude raisonnable une gamme de mesures de la PA allant de l'hypotension à l'hypertension. Enfin une étude théorique du transfert de la pression oscillométrique dans le brassard à partir de l'artère humérale a été réalisée. Elle permet de déterminer les paramètres influençant la détermination de la PA induite dans le brassard.

Arnaud GUILLOU – Détermination de la constante de Boltzmann au plus haut niveau d'exactitude par spectroscopie acoustique dans un résonateur quasi sphérique. Vers une nouvelle définition de l'unité internationale de température. – Conservatoire National des Arts et Métiers, Paris – *Laser, Métrologie et Communication* – 15 octobre 2012.

Depuis 2005, il existe un intérêt important dans la communauté internationale de métrologie pour de nouvelles déterminations précises de la constante de Boltzmann, k , le but étant de redéfinir en 2015 l'unité internationale de température, le kelvin. Actuellement, cinq techniques sont utilisées pour déterminer k avec comme objectif d'atteindre une incertitude relative inférieure à 1×10^{-6} . La méthode retenue pour cette thèse est la technique acoustique.

La constante de Boltzmann est liée à la vitesse du son u dans un gaz parfait par l'équation du viriel acoustique. La méthode décrite dans cette thèse consiste à mesurer u en utilisant un résonateur de forme quasi sphérique et de volume intérieur de 0,5 L, rempli d'argon. Ces mesures sont effectuées sur une isotherme à la température du point triple de l'eau, $T = 273,16$ K, pour des pressions statiques P allant de 0,05 MPa à 0,7 MPa. La constante de Boltzmann est ensuite déterminée en estimant u à pression nulle par une régression polynomiale.

Dans cette thèse, un modèle de propagation des ondes acoustiques dans un résonateur quasi sphérique a été défini. Aussi, les moyens techniques utilisés pour contrôler soigneusement les paramètres de l'expérience

qui ont un effet sur les mesures de u (comme la température, la pression statique, la composition du gaz, etc.) sont présentés. De nouvelles techniques expérimentales et des nouveaux moyens d'analyse des données sont proposés, comme la mesure du rayon du résonateur par spectroscopie électromagnétique, mais aussi l'utilisation de la variance d'Allan comme un outil efficace pour étudier la présence d'impuretés lors d'une expérience de longue durée. Les effets systématiques sont analysés puis corrigés. Pour certains, la correction est estimée grâce à un modèle analytique, comme l'effet lié aux couches limites thermiques. Pour d'autres, des corrections basées sur des fonctions empiriques sont proposées ; c'est le cas pour l'effet du débit de gaz continu sur les mesures de u , effet qui est caractérisé expérimentalement dans cette thèse.

Enfin, l'analyse des données acquises en 2009 au LCM/LNE-CNAM sur deux isothermes effectuées avec de l'argon est présentée. Celle-ci a permis d'obtenir la valeur $k = 1,380\ 647\ 5(16) \times 10^{-23} \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}$, c'est-à-dire avec une incertitude relative de $1,14 \times 10^{-6}$.

Yacouba SANOGO – Conception et réalisation de capteurs biochimiques sans marqueur fluorescent à base de microrésonateurs polymères en régime optofluidique. – ENS Cachan – *Sciences Physiques* – 10 décembre 2012.

Les besoins de mesures dans les domaines de la santé et de l'environnement nécessitent le développement de capteurs toujours plus compacts, sélectifs, ultrasensibles, rapides et à bas coût. Les biocapteurs photoniques de type microrésonateur cyclique planaire en polymère en forme d'hippodrome répondent à ces impératifs lorsqu'ils sont couplés verticalement à un guide rectiligne servant d'entrée et de sortie pour la lumière. Ils permettent en effet, *via* une fonctionnalisation adéquate de leur surface, de pouvoir détecter sélectivement de très faibles concentrations de biomolécules, mais nécessitent pour cela le développement et la mise au point de méthodes d'interrogation optiques spécifiques.

Ce travail propose une nouvelle approche pour la caractérisation et l'interrogation de ces microrésonateurs, basée sur l'utilisation d'un interféromètre optique à faible cohérence sensible à la phase (*PS-OLCI: Phase-Sensitive Optical Low Coherence Interferometer*), qui avait été développé initialement pour caractériser métrologiquement des composants fibrés utilisés dans le domaine des télécommunications. Des microrésonateurs monomodes possédant des facteurs de qualité allant jusqu'à 38 200 ont été conçus et réalisés à l'aide de procédés classiques de photolithographie et de gravure sèche (plasma d'oxygène). L'interféromètre de Michelson du LNE, pièce centrale du dispositif PS-OLCI, a ensuite été adapté pour cette nouvelle application. Son association à un composant optofluidique, constitué de microrésonateurs et d'un circuit microfluidique en polymères, a permis de détecter des teneurs de glucose de l'ordre de $50 \mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ et $2 \mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ dans l'eau, selon que l'intensité ou la phase des signaux PS-OLCI étaient respectivement exploitées. Ces performances ont

démonstré la capacité du capteur à déceler des biomolécules en faible concentration ainsi que la pertinence de la mesure de la phase, d'où l'intérêt du dispositif PS-OLCI. La fonctionnalisation de la surface des guides polymères a ensuite été explorée pour palier au manque de sélectivité de la méthode de détection volumique. Le cas d'une protéine, la streptavidine, a ainsi été considéré. Les performances obtenues, $0,02 \text{ pg}\cdot\text{mm}^{-2}$, apparaissent au moins dix fois meilleures que celles obtenues à l'aide de la technique de résonance plasmonique de surface considérée à ce jour comme la technique de référence en biodétection sans marqueur.

Ces travaux de thèse contribuent à démontrer que les capteurs à base de microrésonateurs optiques sont des candidats potentiels très prometteurs pour la détection de très faibles concentrations de biomolécules pour l'analyse biochimique.

LNE-LNHB

Cindy LE BRET – Développement de bolomètres magnétiques pour la spectrométrie bêta. – Université Paris Sud – *Physique nucléaire* – 7 septembre 2012.

L'objectif de ce travail est de démontrer le potentiel des calorimètres métalliques magnétiques pour la spectrométrie beta via une mesure du spectre du ^{63}Ni . Ce nucléide fait partie des émetteurs beta pour lesquels la théorie est connue et les calculs crédibles. Nous proposons une méthode d'observation expérimentale du spectre, à basse énergie surtout, permettant de valider les calculs théoriques. Un traitement des données spécifique à l'établissement d'un spectre continu a été établi et optimisé, prenant en compte les paramètres d'une mesure cryogénique avec un calorimètre métallique magnétique et les exigences de la spectrométrie beta.

Deux types de sources ont été réalisés, un dépôt sous forme de sel de nickel à partir d'une goutte séchée de solution de NiCl_2 et un dépôt métallique de nickel issu d'une électrodéposition. Les sources électrodéposées se sont révélées être le type de source adéquate pour la spectrométrie du ^{63}Ni . Les performances des calorimètres métalliques magnétiques, parmi lesquelles le fort rendement de détection ou le faible seuil en énergie, permettent d'obtenir des résultats suffisamment précis pour la validation expérimentale des calculs théoriques.

Florestan OGHEARD – Développement d'un système de mesure directe du débit d'émission de sources neutroniques. – Université Paris Sud – *Physique nucléaire* – 11 septembre 2012.

La méthode de mesure de référence du débit d'émission de sources neutroniques se fonde sur la technique du bain de manganèse. Elle est destinée à étalonner des sources de neutrons utilisant des radionucléides ($^{241}\text{AmBe}$, $^{239}\text{PuBe}$, $^{252}\text{Cf}\dots$) en termes de débit d'émission neutronique sous 4π sr. Ce dispositif est

complété par un banc de mesure de l'anisotropie d'émission utilisant un support rotatif et un compteur long de type BF₃. La source à mesurer est immergée dans une solution de sulfate de manganèse et les neutrons émis sont capturés par les constituants du bain.

Dans une configuration classique (sphère de bain de manganèse de 1 m de diamètre et solution concentrée), environ la moitié de ces neutrons conduisent à la création de ⁵⁶Mn par réaction (n, γ) sur ⁵⁵Mn. Le radionucléide ⁵⁶Mn a une période radioactive d'environ 2,6 heures et le bain de manganèse atteint son activité de saturation en ⁵⁶Mn quand le nombre d'atomes radioactifs créés par unité de temps devient égal au nombre d'atomes se désintégrant pendant ce même temps. Le débit d'émission de la source peut alors être déduit de l'activité en ⁵⁶Mn de la solution à saturation, via une modélisation ad hoc des réactions nucléaires se produisant dans le bain.

Cette installation a été récemment rénovée au LNE-LNHB afin de respecter les règles de sécurité et de radioprotection en vigueur. Cette rénovation a été l'occasion de moderniser et de remettre à niveau les méthodes de mesure et de modélisation du bain et d'entreprendre une étude sur le développement d'un détecteur original pour la mesure directe en ligne de l'activité du manganèse. Ce détecteur est fondé sur la méthode de mesure par coïncidences β-γ. La voie bêta est constituée de deux photomultiplicateurs permettant de détecter l'émission de lumière due à l'effet Cerenkov et la voie gamma utilise un détecteur à scintillateur solide. L'intérêt de cette méthode de mesure est qu'elle permet d'avoir accès à l'activité du bain sans nécessiter d'étalonnage préalable, contrairement à la méthode classique qui utilise un compteur gamma et nécessite la fabrication d'une source de haute activité.

Le principe de mesure a été validé à l'aide d'un prototype de détecteur et d'une modélisation effectuée à l'aide du code de calcul stochastique GEANT4. Le détecteur définitif a été réalisé et les mesures obtenues ont été comparées à celles données par une méthode primaire présente au laboratoire. Par ailleurs, des modélisations du bain de manganèse effectuées sous GEANT4, MCNPX et FLUKA, ont été comparées afin de choisir le code le plus fiable. Cette comparaison a permis d'identifier des lacunes notamment dans le code GEANT4 ainsi que des facteurs d'incertitude nécessitant une attention particulière, tels que la modélisation de l'émission neutronique et le choix des sections efficaces.

Nicolas PERICHON – Référence dosimétrique en termes de dose absorbée dans l'eau pour les RX de moyenne énergie. – Université de Paris Sud – *Physique* – 10 septembre 2012.

Les références actuelles, pour les rayons X de moyenne énergie en radiothérapie, sont établies au LNHB en termes de kerma dans l'air. La dose absorbée dans l'eau, grandeur d'intérêt pour la radiothérapie, est déduite de ces valeurs par transfert conformément aux protocoles internationaux. Ce travail de thèse a permis d'établir les références en termes de dose absorbée dans l'eau dans les

conditions de référence des protocoles en utilisant la méthode de calorimétrie dans l'eau. La calorimétrie est la mesure de la dose absorbée à partir de l'élévation de température. Un « calorimètre eau » a été conçu et réalisé afin d'effectuer des mesures à 2 cm de profondeur : conditions de référence définies par le protocole AIEA TARS-398. Les débits de dose absorbée dans l'eau ainsi déterminés ont été comparés aux valeurs issues de l'application des protocoles fondés sur le kerma dans l'air. Un écart maximum inférieur à 2,1 % a été trouvé par rapport à la calorimétrie. L'incertitude type associée aux valeurs calorimétriques étant inférieure à 0,8 % et celle associée aux valeurs issues des protocoles étant de l'ordre de 3,0 %, les résultats sont compatibles aux incertitudes des méthodes près. Grâce à ces nouvelles références, la détermination de la dose absorbée dans l'eau dans ce type de faisceau pourra désormais être réalisée en appliquant le protocole AIEA TARS-398, conduisant ainsi à une forte réduction des incertitudes (facteur 3 par rapport au protocole AIEA TARS-277). Actuellement, aucun autre laboratoire primaire ne possède un tel instrument permettant l'établissement direct de ces références dans les conditions recommandées par les protocoles.

LNE-SYRTE

Vincent DUGRAIN – Métrologie avec des atomes piégés sur puce dans le régime non-dégénéré et dégénéré. – Université Paris 6 Pierre et Marie Curie – *Physique* – 21 décembre 2012.

Le piégeage d'atomes sur puce ouvre de nouvelles possibilités pour la métrologie temps-fréquence et l'interférométrie atomique intégrée. L'expérience TACC (*Trapped Atomic Clock on a Chip*) a pour but d'étudier le potentiel des gaz quantiques, dégénérés ou non, pour la métrologie, et d'élaborer de nouveaux outils pour la manipulation des atomes. Elle vise notamment la réalisation d'un étalon secondaire de fréquence avec une stabilité de quelques 10⁻¹³ à une seconde. La thèse s'inscrit dans ce contexte, présentant les résultats de quelques expériences de métrologie réalisées avec des nuages thermiques ou des condensats de Bose-Einstein. Dans un premier temps, il a été démontré une stabilité de 5,8×10⁻¹⁵ à une seconde, les bruits techniques limitant cette stabilité étant caractérisés. Ensuite, une étude de la cohérence des condensats et en particulier l'effet des interactions a été présenté. Les données sont comparées à un modèle numérique. Dans un deuxième temps, sont présentés quelques outils développés pour la production et la manipulation d'atomes sur puce. Il est d'abord démontré la réalisation d'un puissancemètre atomique pour la micro-onde et estimé les limites actuelles de ses performances. Puis que des champs micro-onde ayant des gradients élevés permettent la manipulation cohérente de l'état externe des atomes. Enfin, un nouveau dispositif pour la production d'un nuage d'atomes froids à haute cadence est présenté et caractérisé, basé sur la modulation rapide de la pression de rubidium dans une cellule.

Aurélien HEES – Signature d'observables en théories alternatives de la gravitation. – Université catholique de Louvain – *Sciences et Technologies* – 18 octobre 2012.

La Relativité Générale n'est probablement pas la théorie ultime de la gravitation. Cette affirmation est motivée par des considérations théoriques liées à la recherche d'une théorie quantique de la gravitation et aux tentatives d'unification des interactions fondamentales. Une autre motivation provient des observations cosmologiques expliquées par l'introduction de matière noire et d'énergie sombre non observées directement à ce jour. La thèse se propose de déduire des signatures observables expérimentalement provenant de théories alternatives de la gravitation. Dans cette optique, il a été développé des outils qui permettent de simuler des observations dans des théories alternatives de la gravitation pour deux échelles différentes : dans le cadre du système solaire et dans le cadre de la cosmologie. Dans le cadre du système solaire, des logiciels ont été développés permettant de simuler des observations spatiales de Range, Doppler et de type astrométrique. Au niveau cosmologique, le développement d'un logiciel a permis de simuler des observations de distance-luminosité de Supernovae Ia. Ces outils permettent de dériver les signatures caractéristiques des théories alternatives. Ainsi, ces différents outils ont été appliqués à quelques théories alternatives de la gravitation et ont permis de répondre à cette question : quel est l'impact d'une modification de la théorie de la gravitation sur des observations et est-il possible de la détecter ?

Amale KANJ – Etude et développement de la méthode TWSTFT phase pour des comparaisons hautes performances d'étalons primaires de fréquence. – Université Paris 6 Pierre et Marie Curie – *Physique* – 19 décembre 2012.

La technique TWSTFT (*Two-Way Satellite Time and Frequency Transfer*) a démontré des performances remarquables par sa contribution dans l'organisation du TAI/UTC, en termes de stabilité des liens micro-ondes et d'incertitude combinée sur l'écart entre [UTC-UTC(k)]. Cependant, l'étroitesse de la bande passante des codes utilisés ne permet pas la comparaison à moins d'un jour des étalons primaires de fréquence, et le recours à l'utilisation de la phase des porteuses est une piste privilégiée. Le travail de la thèse a consisté à étudier et développer la méthode *two-way phase*, choisie selon un ensemble de critères cohérents comme la disponibilité et la configuration adaptée de deux stations terriennes, la distribution adaptée des signaux d'horloges de hautes performances, la disposition d'un simulateur de satellite caractérisé et l'utilisation d'une même bande de fréquence satellite. La technique utilisée s'appuie simultanément sur des mesures *two-way* entre stations distantes et sur des mesures de *ranging* effectuées par chaque station, l'ensemble étant basé sur le principe de propagation liée à la vitesse de phase. De plus, une analyse expérimentale par le code (et par la phase) est effectuée et des solutions efficaces conduisant à la réduction du bruit des liens sont

proposées. Les principaux résultats de mesures obtenus par la mise en œuvre de cette technique au laboratoire montrent une stabilité de fréquence de 1×10^{-12} à 1 s et de 3×10^{-14} à 100 s, avec deux stations alimentées par un même maser à hydrogène actif de très hautes performances. Ce travail s'est achevé par la contribution dans l'application de la technique de transfert de temps *two-way* sur un lien fibré long de 540 km en collaboration avec le LPL, révélant des résultats très prometteurs.

Olga KOZLOVA – Caractérisation d'une horloge à piégeage cohérent de population dans une vapeur thermique de césium. Principaux effets pouvant affecter la stabilité de fréquence à moyen-long terme. – Université Paris 6 Pierre et Marie Curie – *Physique* – 16 janvier 2012.

L'objet de la thèse est la caractérisation d'une horloge à piégeage cohérent de population dans une vapeur thermique d'atomes de césium contenue dans une cellule avec gaz tampon et l'étude des principaux effets pouvant affecter la stabilité de fréquence à moyen-long terme. La particularité de l'horloge à piégeage cohérent de population développée est la combinaison de deux techniques originales : utilisation d'un schéma d'excitation en double- Λ et interrogation pulsée. Cela permet d'obtenir un signal étroit, une grande amplitude et des déplacements de fréquence liés à l'intensité laser réduits. La stabilité de fréquence à moyen-long terme des horloges à cellule est généralement limitée par les déplacements induits par les collisions avec le gaz tampon et par des effets liés à l'intensité laser. Une partie importante du travail réalisé est consacrée à l'étude des déplacements collisionnels en présence de gaz tampon (néon, azote, et argon) et à leur dépendance thermique. Les valeurs des coefficients de la dépendance thermique, mal connues ou inconnues jusqu'à présent, ont été établies, ce qui a permis de réaliser une cellule optimale contenant un mélange de gaz tampon ayant une sensibilité thermique nulle autour de température de fonctionnement. Suite à l'étude de l'amplitude du signal et des temps de relaxation, les valeurs optimales des paramètres de fonctionnement en horloge (séquence d'interrogation, champ magnétique, la température de la cellule, pression du mélange, etc.) ont été déterminées pour cette cellule. L'étude des effets liés à l'intensité laser a permis de déterminer les paramètres sensibles (rapport des intensités laser, température) et de mettre en place des stabilisations nécessaires pour les réduire. Finalement, la stabilité de fréquence à moyen-long terme a été améliorée d'un facteur 40 pour atteindre $2,5 \times 10^{-14}$ à 1 h en valeur relative.

Sinda MEJRI – Horloge à réseau optique de mercure neutre : Détermination de la longueur d'onde magique pour la transition d'horloge ultraviolette $1S_0-3P_0$. – Université Paris 6 Pierre et Marie Curie – *Physique* – 23 février 2012.

Une horloge à réseau optique combine les avantages de piégeage des horloges à ions et les horloges à atomes

neutres. En effet cette configuration idéale permet de réaliser un régime de confinement fort comme le régime Lamb-Dicke tout en travaillant avec un grand nombre d'atomes. Contrairement aux horloges à ions, une horloge à réseau optique nécessite des puissances lasers importantes pour placer les atomes dans le régime Lamb-Dicke, ce qui induit généralement un décalage différentiel des niveaux d'horloge. Cependant le concept de la longueur d'onde magique a permis de supprimer, au premier ordre, les perturbations induites par le piège. Le mémoire présente les dernières avancées de l'horloge à réseau optique à atomes de mercure du LNE-SYRTE. Ainsi, il passe en revue les performances actuelles des différentes horloges optiques actuellement développées, l'accent étant mis sur le concept d'horloge à réseau optique et sur les particularités de l'atome de mercure qui le rendent un excellent candidat pour la réalisation d'une horloge à réseau optique. La deuxième partie est consacrée à la caractérisation du piège magnéto-optique (PMO) via un système de détection assez sensible, ce qui a permis d'évaluer la température des différents isotopes présents dans le PMO ainsi que la mise en évidence d'un refroidissement subDoppler des isotopes fermioniques. Il s'en suit la réalisation du piégeage des atomes de mercure qui est une tâche redoutable vu la gamme de longueurs d'ondes magiques prédites par la théorie (362 ± 5) nm. La troisième partie présente les aspects expérimentaux de la réalisation et la mise en place de la source laser nécessaire au piégeage des atomes de mercure fonctionnant à la longueur d'onde magique prédite par la théorie suivi d'une description de la cavité de surtension mise en place pour la réalisation du réseau optique. Tout ce travail a permis de réaliser la première spectroscopie de la transition $1S_0 \rightarrow 3P_0$ dans le régime Lamb-Dicke pour l'isotope ^{199}Hg . Avec l'utilisation du système laser ultrastable lié à la référence primaire du LNE-SYRTE, il a été déterminé la fréquence centrale de la transition pour une large gamme de longueur d'onde et profondeurs du piège et l'analyse de ces mesures a permis de réaliser la première détermination expérimentale de la longueur d'onde magique, démontrant ainsi la faisabilité d'une horloge optique à atomes de mercure de haute exactitude.

Sophie PELISSON – Etude d'états atomiques à proximité d'une surface massive – Application à l'expérience FORC-G. – Observatoire de Paris – *Astronomie et Astrophysique* – 25 octobre 2012.

Le mémoire présente la modélisation théorique de l'expérience FORCA-G (FORce de CASimir et Gravitation à courte distance) actuellement en cours de développement à l'Observatoire de Paris. L'objet de cette expérience est la mesure des interactions à courte portée entre un atome et une surface massive. Les interactions recherchées sont du type électrodynamique quantique (effet Casimir-Polder) et gravitationnelle. Le travail a consisté à calculer les états des atomes dans le contexte de l'expérience afin de prévoir les signaux et les performances de l'expérience. Ceci a permis l'optimisation du schéma expérimental pour la mesure à la fois de l'effet Casimir-Polder à une précision non encore atteinte ainsi

que pour la recherche de déviations à la loi de Newton prédites par les théories d'unification.

LNE-LTFB

Maxim GORYACHEV – Résonateurs à ondes acoustiques de volume et oscillateurs hyper stables à température cryogénique. – Université de Franche Comté – *Science pour l'Ingénieur* – 3 novembre 2011.

La thèse présente des résultats de recherche sur des résonateurs acoustiques à ondes de volume travaillant à des températures cryogéniques (de 3 K à 15 K dans un réfrigérateur à tube pulsé) ainsi que sur les systèmes construits autour de ces composants. Le premier aspect concerne le fonctionnement de différents composants, dont le résonateur. Le comportement de ce dernier a fait l'objet d'une étude plus systématique sur la gamme de fréquence [1 MHz – 90 MHz]. Des facteurs de qualité de 417×10^6 et des produits $Q \cdot f$ (facteur de qualité Q , à la fréquence f) pouvant atteindre $3,07 \times 10^{16}$ Hz ont été mesurés pour les résonateurs à quartz, valeurs exceptionnelles qui sont des records mondiaux pour cette classe de composants. Il est montré que le facteur de qualité ne dépend pas de la fréquence à ces températures, conformément à la théorie de Landau-Rumer. Les problèmes et avantages de travailler à de telles températures sont évalués. Les limitations qui s'y rattachent sont discutées. D'autres composants passifs ou actifs, tels que des transistors, sont aussi étudiés. Le choix des composants appropriés est fait sur la base de comparaisons de leur comportement à 4 K. Les résultats sont confirmés par une modélisation d'amplificateurs cryogéniques, réalisée avec succès. Le deuxième aspect mis en lumière dans ce travail est la modélisation et la simulation des composants et des systèmes étudiés. La thèse présente un modèle rigoureux du bruit de phase des composants à onde acoustique de volume prenant en compte les non linéarités et basé sur la méthode de la moyenne. Ce modèle du résonateur, de type MIMO (*multiple-input and multiple-output*) est utilisé pour en déduire l'impact des différents paramètres d'un oscillateur sur son bruit de phase et expliquer les résultats expérimentaux. Les modèles établis pour les différents autres composants sont aussi utilisés pour simuler et optimiser des amplificateurs et oscillateurs cryogéniques. Le troisième aspect concerne des sources de fréquence basées sur ces résonateurs à ondes de volume cryogéniques : référence passive et oscillateur cryogéniques. Les systèmes réalisés ont permis de mesurer et caractériser le bruit du résonateur dans des conditions spécifiques. Certaines sources de bruit ont ainsi été identifiées. Les systèmes à boucle d'asservissement testés ont une stabilité relative de fréquence de 4×10^{-13} à 100 s et restent à mieux que 1×10^{-12} entre 1 s et 2 000 s. L'oscillateur réalisé a une stabilité de $1,5 \times 10^{-12}$ à 200 s et meilleure que 1×10^{-11} pour des temps d'intégration plus grands que 80 ms. Les limitations de ces systèmes sont discutées sur la base des données obtenues.

Synthèses des travaux présentées en 2012 pour l'obtention du diplôme d'habilitation à diriger des recherches (HDR)

LNE

Paola FISICARO – Développement de références métrologiques dans les domaines de l'électrochimie et de la chimie bio-inorganique. – Université de Pau et des Pays de l'Adour – *Chimie* – 2 avril 2012.

Les travaux de recherche présentés pour l'habilitation à diriger des recherches abordent diverses thématiques autour de la métrologie chimique et ont été menés entre l'Université de Turin, l'INRIM et le LNE. Le fil conducteur de ces travaux consiste en l'amélioration des références dans les domaines de l'électrochimie et de l'analyse inorganique. D'ailleurs les résultats obtenus concernent aussi bien des problématiques liées à l'environnement, à l'énergie ou à la santé.

La notion de métrologie dans le domaine de la chimie est récente par rapport aux grandeurs physiques. En effet l'unité SI de la quantité de matière, la mole, a été définie en 1971 par la Conférence générale des poids et mesures (CGPM) et le Comité Consultatif pour la Quantité de Matière (CCQM) a été créé seulement en 1993. Il reste encore beaucoup de travail à accomplir pour apporter de la métrologie dans le monde de l'analyse chimique. Dans le

domaine de l'électrochimie, par exemple, les travaux proposés ont porté dans un premier temps sur le développement d'un banc primaire pour la caractérisation et la certification de solutions étalons pour la mesure de pH, puis sur la réalisation de la chaîne de traçabilité pour la mesure de pH dans des milieux complexes, comme l'eau de mer et les milieux hydro-alcooliques. Les résultats obtenus sur ces sujets contribuent notamment à l'harmonisation des protocoles de caractérisation des biocarburants, facilitant ainsi les échanges commerciaux associés.

La problématique du développement de méthodes de référence pour le dosage de différentes espèces organo-métalliques constitue le second pan de ces travaux, avec des applications aussi bien à l'analyse de spéciation dans le domaine des matrices alimentaires que des matrices biologiques. Des résultats pour la mesure par dilution isotopique et ICP-MS de la spéciation de différentes formes du sélénium et du mercure sont présentés à la fois pour des applications à l'environnement et au secteur biomédical. Ces actions trouvent leur pleine justification avec l'entrée en vigueur ces dernières années de différentes directives et règlements européens, qui nécessitent de pouvoir caractériser les différentes formes chimiques sous lesquelles apparaît un élément.