



Liberté Égalité Fraternité



RAPPORT RECHERCHE 2021

LNE | RAPPORT RECHERCHE 2021

# EDITORIAL



« NOTRE SOUHAIT EST DE CONFORTER LA PLACE DE LA FRANCE AU SEIN DE LA MÉTROLOGIE EUROPÉENNE, AFIN D'Y MAINTENIR SON INFLUENCE. »

THOMAS GRENON, DIRECTEUR GÉNÉRAL

mpulser une métrologie française forte, proche de l'innovation, est au cœur de nos ambitions depuis quelques années. Nous l'avons réaffirmé en 2021, à travers l'adoption de notre Programme à moyen terme 2021-2025 - et à travers des projets hautement symboliques, valorisés dans ce rapport. Dans un monde en évolution rapide, il s'agit d'être un précurseur pour soutenir la compétitivité de notre pays, contribuer à la transition écologique, et prévenir de nouvelles crises sanitaires.

Notre souhait est aussi de conforter la place de la France au sein de la métrologie européenne, afin d'y maintenir son influence. A ce titre, l'année écoulée nous a donné entière satisfaction puisque le LNE a pris la présidence du Comité de l'EPM, l'European Partnership on Metrology. Ce nouveau programme, qui succède à EMPIR, va capitaliser sur les efforts de coordination menés dans le cadre des réseaux de métrologie euro-

péens, pour construire une métrologie intégrée et pérenne à l'échelle du continent. Nous sommes d'ailleurs partie prenante de plusieurs de ces réseaux, sur des thématiques cruciales : Mathmet, Climate and Ocean Observation, Energy Gases, Traceability in Laboratory Medicine, Advanced Manufacturing et Quantum Technologies.

Sur le volet des technologies quantiques, justement, la métrologie française assoit ses positions, à travers divers projets de recherche fondamentale : SEQUOIA, pour explorer le potentiel du graphène ou encore PhotOQuanT, pour développer un capteur quantique de mesure de température thermodynamique. Mais surtout, dans le cadre de la Stratégie nationale sur les technologies quantiques, le LNE va déployer une plateforme de métrologie quantique au sein du RNMF. De quoi concrétiser une révolution qui a germé il y a 100 ans, et propulser la France aux premiers rangs des nations maîtrisant ces technologies.

LNE I RAPPORT RECHERCH

# SOMMAIRE

• Éditorial	
Carte d'identité du LNE et du Réseau national de la métrologie française	
• Programme EPM an 1, la métrologie européenne à l'aube d'une nouvelle ère	
• Réalisation du Farad : le nouveau «Lampard» du LNE est prêt !	1
• Lauréats du Prix LNE de la Recherche 2021	1
• Institut I NF-Nanotech : les spécialistes de la mesure au service de la révolution des nanotechnologies	1



#### COMPÉTITIVITÉ INDUSTRIELLE

<ul> <li>Mesure des propriétés thermophysiques : la traçabilité au SI assurée à ultra haute température</li> </ul>	19
• Le LNE incontournable au sein de l'EMN «Advanced Manufacturing»	21
<ul> <li>Nanometrologia : la nanométrologie en mode automatique</li> </ul>	21
• Caractérisation d'antennes RF : elle est désormais deux fois plus rapide	22
• LEIA 2 : une plateforme pour évaluer les robots intelligents	22
<ul> <li>Le LNE poursuit son développement d'une nanométrologie électrique</li> </ul>	23
• La cylindricité a désormais son étalon primaire	23
<ul> <li>La parole à Stéphane Amiel (Safran Tech) pour le projet CanalSafe</li> </ul>	25



#### TRANSITION ÉCOLOGIQUE

• Mesure de l'acidité : les solutions du LNE pour les milieux complexes	27
• Étalonnage en pression dynamique : les hautes fréquences en ligne de mire	29
• Une méthodologie statistique au service de la fiabilité des mesures radiologiques	29
• Qualité de l'eau : de la mesure en continu à la précision métrologique	30
• Fête de la science 2021 : la métrologie au coeur de l'action sur les questions environnementales	31



#### SANTÉ ET SÉCURITÉ DES CITOYENS

• Renouvellement de l'UMT ACTIA SafeMat :

recyclage et réutilisation des matériaux au contact alimentaire	33
La détermination expérimentale des spectres des faisceaux X de basse et moyenne énergie du LNE-LNHB achevée	35
• La parole à Giovanni Brambilla (Formulaction) pour le projet NanoAgglo	37



#### MÉTROLOGIE FONDAMENTALE

La comparaison d'horloges à l'heure numérique	39
T4K, la traçabilité des mesures de température assurée jusqu'à 10 mK	40
Radionucléides : leur désintégration passée au peigne fin	41
ECHNOLOGIES QUANTIQUES	
Le LNE, acteur-clé dans le déploiement de la Statégie nationale quantique	42
Le LNE sur tous les fronts européens des technologies quantiques	43
Mesure de température : la précision quantique à portée de main	44

 Le graphène : un matériau essentiel pour la métrologie électrique et prometteur pour les technologies quantiques 6 LNE | RAPPORT RECHERCHE 202

### CARTE D'IDENTITÉ

La montée exponentielle des nouvelles technologies et de leur utilisation au quotidien, la poursuite des politiques de développement durable et de santé publique, aussi bien au niveau européen que national, requièrent encore et toujours de plus en plus de mesures fiables, incontestables, sur lesquelles il est possible de se reposer pour prendre des décisions, à quelque niveau que ce soit. Gestion de la pollution et de la transition énergétique pour une réduction majeure des gaz à effet de serre, suivi de l'évolution du climat, santé et biologie, technologies quantiques, industrie du futur, modélisation et numérisation, intelligence artificielle, contact alimentaire, nouveaux matériaux, constituent autant de thématique de recherche sur lesquelles se penche la recherche du LNE.

Pilote de la Métrologie française, le LNE coordonne les recherches du Réseau national de métrologie française (RNMF) structuré autour de 10 laboratoires de métrologie. Ces laboratoires sont officiellement désignés auprès des instances européennes et internationales sur un ou plusieurs domaines spécifiques. De la mise en pratique des unités du Système international d'unités (SI) jusqu'au développement de bancs d'étalonnage par rapport aux étalons nationaux, ces laboratoires ont pour missions de réaliser et d'améliorer les références nationales de métrologie, de participer aux comparaisons internationales des étalons nationaux ainsi que de disséminer ces références aux utilisateurs.



En août 2021, le LNE et l'Université Paris-Saclay, associant l'Institut des sciences et industries du vivant et de l'environnement, CentraleSupélec, l'École normale supérieure Paris-Saclay et l'Institut d'Optique Graduate School, ont signé un accord-cadre pour renforcer leurs actions de collaboration notamment dans les domaines de la recherche, de la valorisation et de la formation.

En matière de recherche et de valorisation, les liens seront renforcés par le partage des ressources et la mutualisation de moyens expérimentaux comme la création de laboratoires en cotutelle et l'implication conjointe des personnels. En matière d'enseignement, le LNE s'impliquera notamment dans des cycles de formations et dans l'encadrement d'étudiants (notamment en formation doctorale) de l'Université Paris-Saclay et des établissements associés.

LNE I RAPPORT RECHERCHE 2021 7

#### LA RECHERCHE AU LNE EN 2021

25 % du budget global du LNE

132 docteurs et ingénieurs

24 doctorants

110
publications dans des revues
à comités de lecture

Un portefeuille de 18 brevets

#### LA RECHERCHE DU RNMF EN 2021

Plus de **290** scientifiques

**157** 

projets de recherche dont **74** JRP

(EURAMET Joint Research Projects)

160

publications dans des revues à comités de lecture

64

thèses en préparation

dont 11 soutenues en 2021

#### LE RÉSEAU NATIONAL DE LA MÉTROLOGIE FRANÇAISE (RNMF)

#### **LNE-LCM**

Le laboratoire commun de métrologie (LCM) entre le LNE et le Conservatoire national des arts et métiers (Cnam) intervient pour la métrologie des longueurs et grandeurs dimensionnelles, des rayonnements optiques, de la température et des grandeurs thermiques, de la masse et des grandeurs apparentées (pression, force, couple, acoustique, accélérométrie, viscosité).

#### LNE

Le LNE est en charge des domaines de métrologie relatifs à l'électricité et magnétisme, la chimie et biologie et aux outils mathématiques et statistiques, en sus des activités menées dans le cadre du LCM.

#### LNE-LNHB

Le Laboratoire national Henri Becquerel du Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives [CEA] à Saclay est chargé de la réalisation des références métrologiques dans le domaine des rayonnements ionisants, la dosimétrie et la mesure de la radioactivité.

#### LNE-SYRTE

Le laboratoire des Systèmes de Référence Temps-Espace, situé à l'Observatoire de Paris, est responsable des références nationales de temps et de fréquence et de gravimétrie.

#### **LNE-CETIAT**

Le Centre Technique des Industries Aérauliques et Thermiques à Villeurbanne est chargé des références nationales pour l'hygrométrie, la débitmétrie liquide-eau et l'anémométrie.

#### **LNE-ENSAM**

Le laboratoire de métrologie dynamique au sein de l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris est en charge des références de pression en régime dynamique.

#### **LNE-IRSN**

Le laboratoire de métrologie et de dosimétrie des neutrons (LMDN) de l'Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire à Cadarache est en charge des références nationales pour la dosimétrie des neutrons.

#### LNE-LADG

Le Laboratoire Associé de Débitmétrie Gazeuse, au sein de la société Cesame-Exadebit à Poitiers, est responsable des références nationales de débitmétrie des gaz à haute pression.

#### LNE-LTFB

Le Laboratoire Temps-Fréquence de Besançon, au sein de l'Université Bourgogne-Franche-Comté, est en charge de la dissémination des références nationales de temps et de fréquence, notamment pour les mesures d'intervalle de temps, les étalonnages en fréquence et pour le bruit de phase dans le domaine RF.

#### **LNE-TRAPIL**

Le laboratoire de débitmétrie liquide de la Société Trapil à Genevilliers est responsable des références nationales de débitmétrie des hydrocarbures liquides.

### PROGRAMME EPM AN 1, LA MÉTROLOGIE EUROPÉENNE À L'AUBE D'UNE NOUVELLE ÈRE



2021 A VU LA MISE SUR ORBITE DU NOUVEAU PROGRAMME EUROPÉEN EN MÉTROLOGIE. DERNIER DES PROGRAMMES FINANCÉS PAR LA COMMISSION, IL JETTE LES BASES D'UNE MÉTROLOGIE INTÉGRÉE ET PÉRENNE À L'ÉCHELLE DU CONTINENT.



e 1er décembre 2021, le nouveau I programme européen en métro- Logie, EPM (European Partnership on Metrology), a démarré officiellement. Dans le cadre du 9e Programme-cadre pour la recherche et l'innovation de la Commission européenne (CE), Horizon Europe, il prend la suite du programme EMPIR, dont l'ultime appel d'offres a été lancé en 2020. Au fil des différents programmes de la CE depuis 2008, la métrologie européenne est parvenue à un haut degré de coopération. Avec l'EPM, qui sera le dernier du genre, elle entre dans une ère de maturité qui verra la mise en place d'une plus grande coordination de la métrologie à l'échelle du vieux continent. Avec un objectif affiché : mettre la science de la mesure au service des grands défis économiques.

Historiquement, le rôle des laboratoires nationaux de métrologie est la réalisation des étalons primaires, et le transfert de leur performance aux utilisateurs. Ainsi, comme l'explique Maguelonne Chambon, directrice de la recherche scientifique et technologique du LNE et présidente du Comité de l'EPM (voir interview), «jusqu'à il y a une quinzaine d'années, les projets en métrologie se faisaient plus autour d'une unité ou d'une grandeur.» Pour autant, depuis la signature de la «Convention du mètre», en 1875, il ne fait aucun doute que le développement de la métrologie est intimement lié à celui des activités humaines dans tous les domaines. «Programme après programme, cette dimension s'est

environnementaux et sociétaux de notre | de plus en plus clairement affichée, et elle sera au cœur de la philosophie de l'EPM dont l'ambition est de partir des besoins concrets des utilisateurs afin de répondre à des problématiques sociétales qui sont souvent transversales». poursuit la scientifique.

Concrètement, l'EPM sera doté d'un budget de 600 millions d'euros, financé à parts égales entre la Commission européenne et les états participants. «Tout n'est pas encore complètement finalisé, mais il est probable que plus de 25 pays participeront in fine», précise la présidente. Par ailleurs, l'ambition de l'EPM de répondre aux plus près des besoins a été concrétisée par la création d'un groupe de pilotage consultatif composé d'une guinzaine de personnalités hautement qualifiées, extérieures au monde



de la métrologie, dont le rôle sera de | précise Maguelonne Chambon. conseiller le Comité de l'EPM dans ses orientations stratégiques pour les appels à projet.

Sur le fond, ceux-ci devront apporter des réponses dans un grand nombre de domaines. Au niveau fondamental, suite à la refonte du Système international (SI), en 2018, une prochaine étape sera d'accompagner la modification, d'ici une dizaine d'années, de la définition de l'unité fondamentale de temps, la seconde. Pour les autres sujets, l'EPM se positionne sur l'ensemble des défis économiques et sociétaux auxquels fait face le continent européen. Afin de doper la compétitivité des entreprises, une attention particulière sera portée sur les technologies quantiques, les nanotechnologies, le numérique, l'intelligence artificielle et la santé. Cette thématique fera également partie du second grand volet de l'EPM, consacré à la transition écologique et plus généralement à l'environnement et l'énergie.

A peine l'EPM mis sur pied, un premier appel d'offres a déjà été lancé pour un budget de 25 millions d'euros. Les projets financés, au nombre de 13, concernent la transition énergétique et le suivi de l'environnement pour 9 d'entre eux, et les aspects normatifs pour les 4 autres. De fait, le rapprochement entre les mondes de la métrologie d'une part, de la normalisation d'autre part, figure également dans la feuille de route de l'EPM. «Pour ce premier volet normatif, nous finançons des projets très différents qui vont de la mesure de la luminescence sur les routes au développement de méthodes pour certifier la conformité du bio-méthane, en passant par la mise au point d'étalons sans fil»,

Concernant la deuxième année, dont l'enveloppe budgétaire s'élèvera à 43 millions d'euros, l'accent sera mis sur le numérique, la santé : diagnostic, thérapie, qualité de vie... et également sur la métrologie intégrée : «A terme, il s'agit aussi de coordonner le développement d'infrastructures métrologiques, tels des nouveaux moyens et bancs d'étalonnage, à l'échelle européenne», précise la métrologue.

Cette idée de coordination de la métrologie à l'échelle du continent est de fait au centre des préoccupations de l'EPM qui devra à l'avenir interagir plus intensément avec les utilisateurs et les donneurs d'ordre. Ainsi, à son terme, en 2030, les entités qui l'animent et en bénéficient devront avoir mis sur pied les structures permettant de pérenniser les synergies que les différents programmes ont fait naître.

C'est notamment le sens des Réseaux européens pour la métrologie, les EMN (European Metrology Networks), lancés en 2019 par EURAMET. Leur rôle : analyser les besoins et mettre en place les stratégies coordonnées entre les différents acteurs et utilisateurs de la métrologie sur les aspects de recherche, d'infrastructure, de transfert de connaissance et de services. «Main dans la main avec les EMN, l'EPM, de par sa structuration, celle des projets qu'il met en œuvre et les thématiques qu'il va pousser, ouvre la voie à la mise en place d'une métrologie européenne intégrée et pérenne.» A peine lancé, le nouveau programme européen dessine déjà la métrologie de demain.



#### 🔫 Trois questions à...

#### MAGUELONNE CHAMBON, DIRECTRICE DE LA RECHERCHE

SCIENTIFIQUE ET TECHNOLOGIQUE DU LNE ET PRÉSIDENTE DU COMITÉ DE L'EPM.

#### Que représente votre nomination à la présidence du Comité de l'EPM?

M.C.: C'est le résultat d'années de travail et d'investissement des chercheurs du LNE et de ceux des laboratoires du Réseau national de la métrologie française au sein des programmes européens en métrologie.

#### C'est une grosse responsabilité...

M.C.: Cette présidence va demander un investissement conséquent. Mais fort d'une participation de plus de 10 ans au sein des Comités des différents programmes européens en métrologie successifs, et avec le support du LNE, je ne pars pas à l'aventure! Cette nomination nous place dans une position stratégique dans la mesure où c'est le Comité de l'EPM qui gère les thématiques retenues pour les appels à projets et suit ces derniers au cours du temps.

#### Votre nomination renforce le poids de la métrologie française en

M.C.: La France est le troisième contributeur aux programmes en métrologie financés par la Commission, et nos équipes ont montré leur capacité à faire aboutir d'importants projets et à aborder de nouvelles thématiques. Ma nomination est une illustration de l'excellence et du caractère incontournable de la métrologie française au sein de l'Europe.

« CONCRÈTEMENT, L'EPM SERA DOTÉ D'UN BUDGET DE 600 MILLIONS D'EUROS, FINANCÉ À PARTS ÉGALES ENTRE LA COMMISSION EUROPÉENNE ET LES ÉTATS PARTICIPANTS. »

### **RÉALISATION DU FARAD:** LE NOUVEAU «LAMPARD» DU LNE EST PRÊT!

L'ÉTALON DE CAPACITÉ CALCULABLE DE THOMPSON-LAMPARD DU LNE VA PERMETTRE DE RÉALISER LE FARAD AVEC UNE INCERTITUDE RELATIVE PROCHE DE 10-8. LES PREMIÈRES MESURES RÉALISÉES L'ANNÉE PASSÉE CLOSENT UNE AVENTURE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE DE PLUS DE 15 ANS.



#### «LE LNE POSSÈDE UNE LONGUE EXPÉRIENCE DU MAINTIEN DES UNITÉS ÉLECTRIQUES ET A DÉVELOPPE PLUSIEURS VERSIONS D'ÉTALONS CALCULABLES DEPUIS LES ANNÉES 1960.»

tte fois ça y est, le LNE dispose de son nouveau «Lampard»! Précisé-✓ ment d'un nouvel étalon de capacité calculable de Thompson-Lampard grâce auguel réaliser le farad, l'unité de capacité électrique, est possible avec une incertitude de l'ordre de 10<sup>-8</sup>. Ce faisant, aux termes de plus de 15 ans de développement, les métrologues français entrent dans le club très fermé des équipes capables d'une telle prouesse. Mieux, le LNE devient ainsi l'un des rares endroits au monde où sont mises en œuvre les deux solutions préconisées par le CIPM pour réaliser le farad (l'autre solution est fondée sur une tracabilité à l'effet Hall quantique), confirmant sa place parmi les leaders dans le monde de la métrologie

Le nouvel étalon est fondé sur un théorème d'électrostatique énoncé en 1956 par deux physiciens australiens A. Thompson et D. Lampard. Le théorème stipule qu'un système de 4 électrodes cylindriques parfaitement parallèles, de longueur infinie et placées dans le vide, réalise un ensemble de condensateurs croisés dont les capacités linéiques ne dépendent que de la permittivité du vide. Déterminer celles-ci se ramène alors à une mesure de longueur, reliant ainsi le farad au mètre.

En pratique, un étalon calculable prend la forme d'un système d'électrodes tel que défini par Thompson et Lampard, à partir duquel il est possible d'étalonner un condensateur dont on souhaite déterminer la capacité électrique. Précisément, l'ensemble est intégré dans un montage électrique permettant de comparer un rapport de tension délivré par un transformateur étalon à un rapport faisant intervenir les capacités du Lampard et celle du condensateur à caractériser. En réalisant deux configurations du Lampard - par le déplacement d'une électrode mobile placée au centre de la cavité formée par les autres électrodes – et ce faisant, deux valeurs de sa capacité, on détermine alors la capacité inconnue en mesurant le déplacement de l'électrode mobile par interférométrie laser. CQFD.

Le LNE possède une longue expérience de matérialisation des unités électriques et a développé plusieurs versions d'étalon calculable de capacité depuis les années 1960. Au cours de la décennie qui a suivi, le LNE a mis au point un étalon à 5 électrodes, configuration originale permettant de multiplier le nombre de condensateurs croisés traversant la cavité inter-électrode. Au début des années 2000, avec le « Lampard » alors | constantes de la mécanique quantique,

I en fonction, le laboratoire affichait une incertitude relative autour de 5×10-8 sur la mesure de capacité. Mais, comme l'indique Olivier Thévenot en charge du développement du nouvel étalon, «nous savions que nous ne pouvions pas faire mieux avec cette version dont nous avions une parfaite maîtrise». Or ce n'était plus suffisant dans la perspective de la révision du SI, alors en préparation.

Une révision du SI sera finalement adoptée en 2018 par la CGPM. Et depuis les sept unités de base du SI sont définies à partir de constantes de la physique dont les valeurs numériques ont été préalablement fixées exactement.

Dans le contexte des travaux préparatoires de cette révision, les métrologues du LNE envisagent alors de mesurer la constante de von Klitzing reliée à deux

#### ÉTALON CALCULABLE DE LAMPARD : UNE EXPÉRIENCE DE MÉTROLOGIE TOUS AZIMUTS

La réalisation d'un étalon calculable de Thompson-Lampard vise à réaliser l'unité électrique de capacité, le farad. Mais pour y parvenir, c'est une compétence pluridisciplinaire que les spécialistes du LNE ont dû mobiliser. Ainsi, pour atteindre l'objectif d'une incertitude relative de 10-8, ils ont dû maîtriser des contraintes mécaniques hors normes sur le polissage et l'ajustement des électrodes de leur condensateur ; réaliser des instruments de mesure électrique, notamment un transformateur étalon, au meilleur état de l'art mondial ; mettre au point un système optique permettant d'assurer, in situ, la traçabilité au mètre de leur mesure de déplacement de la garde mobile ; prendre en compte les contraintes liées aux techniques du vide ; et assurer le développement de logiciels pour l'automatisation de l'expérience en s'assurant, s'agissant d'un développement au long cours, de faire communiquer des équipements dont certains ont jusqu'à 40 ans d'âge!

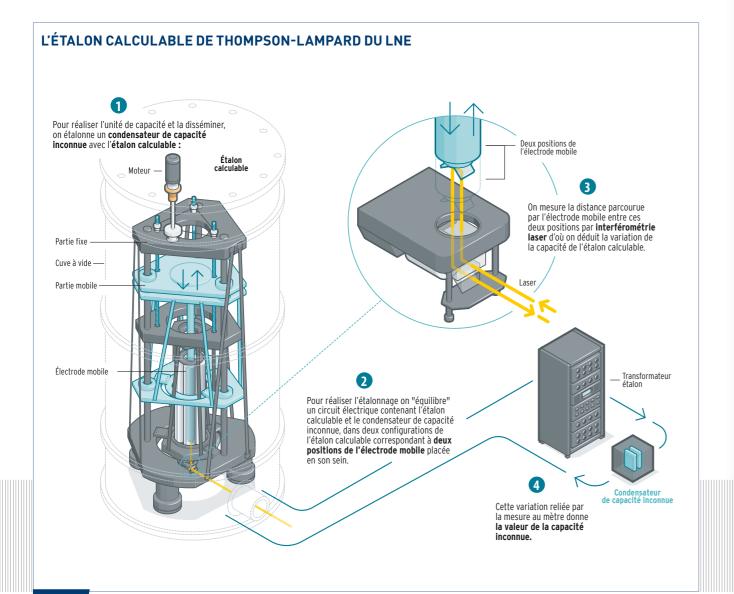
la charge électrique élémentaire et la constante de Planck, avec une incertitude cible de 1×10<sup>-8</sup>. Or une telle mesure est réalisable à partir d'un étalon de capacité calculable pour peu que celui-ci réalise le farad avec la même incertitude relative. «En 2005, les instances de gouvernance de la Métrologie française ont décidé de se lancer dans l'aventure de la réalisation au LNE d'un nouveau Lampard», se souvient le chercheur.

Aventure, c'est bien le mot, une épopée même. Car la réduction de l'incertitude d'un facteur 5 à réaliser représente pour les métrologues du LNE un défi pluridisciplinaire absolument hors pair (voir encadré), pour lequel ils vont devoir à bien des égards partir de zéro, et dont la composante principale s'avère rapidement être d'ordre mécanique. De fait, les calculs

montrent que la valeur cible ne pourra être atteinte qu'à la condition de maîtriser la géométrie des électrodes cylindriques à mieux que 100 nm. De même, il faudra pouvoir assurer leur parallélisme, et donc leur positionnement, avec la même précision. Mais aussi s'assurer que ce positionnement est conservé dans le temps, une fois l'instrument réglé. Et on ne parle là que des aspects mécaniques quand la mise en œuvre de l'étalon calculable implique également des développements en métrologie électrique, une instrumentation optique pour la mesure de distance, l'ensemble devant fonctionner sous vide. «Lorsque nous avons démarré le projet, nous avions une bonne idée des défis que nous aurions à relever, évoque Olivier Thévenot. Et face à des problèmes que nous n'avions pas toujours pu anticiper, nous avons dû plusieurs fois changer

notre manière de faire. »

Ainsi, au cours de plus de 15 années de travail (voir la frise chronologique), les chercheurs et techniciens ont mis au point deux techniques de polissage sur inox et ont aussi développé une instrumentation originale de mesure capacitive permettant de caractériser la géométrie des électrodes à la précision requise. Concernant le réglage du parallélisme, ils ont imaginé une solution permettant de déplacer les deux extrémités de chaque électrode indépendamment l'une de l'autre avec une incertitude de quelques dizaines de nanomètres. Comme le précise Kamel Dougdag, ingénieur projet en mécanique au LNE, «cela permet d'assurer le parallélisme des électrodes à l'intérieur de la cavité qu'elles définissent, y compris dans le cas où elles présenteraient un léger défaut de conicité». À quoi



traçabilité au mètre de la mesure de dis-

tance, ils ont réalisé un interféromètre

laser dont la fréquence est asservie sur

L'année dernière, l'étalon calculable a

été mis sous vide pour la première fois.

«Ça a été un moment fort de vérifier que

les réglages géométriques du conden-

sateur, réalisés initialement à pression

atmosphérique, étaient bien conser-

vés sous vide», se félicite l'ingénieur.

Comme le résume Almazbek Imanaliev,

«nous savons maintenant que tous les

problèmes mécaniques ont été résolus.

Nous sommes donc prêts pour les pre-

mières mesures de capacité mettant en

œuvre tout le système de mesure asso-

Une fois le Lampard remis sous vide, le

LNE disposera alors d'une nouvelle voie

une raie atomique de l'iode.

#### L'ÉTALON CALCULABLE EN 5 DATES

Décision de développer un nouvel étalon de Thompson-Lampard au LNE

Début de la fabrication des électrodes en inox

#### 2018

Fin de la Premier fabrication des montage de l'étalon avec cina électrodes des électrodes avec les spécifications factices attendues

Première mise sous vide et premières mesures de capacité

2021

#### Trois questions à...

#### **OLIVIER THÉVENOT,**

RESPONSABLE DU DÉVELOPPEMENT DE L'ÉTALON CALCULABLE DE CAPACITÉ.

#### A quoi pensez-vous en reconsidérant cette aventure?

**0.T.**: Je pense à la persévérance dont il a fallu faire preuve pour aboutir. Clairement, il y a eu des hauts et des bas, des moments où l'on y a cru, et d'autres où nous avons beaucoup douté et où il a fallu faire preuve d'énormément d'abnégation pour continuer à avancer.

À cet égard, je voudrais dire toute ma gratitude au Comité scientifique « Électricité-Magnétisme » et autres instances dirigeantes du Réseau national de la métrologie française (RNMF), qui ont su nous encourager et nous redonner le sens de l'objectif dans les moments difficiles.

#### Quelles ont été les étapes les plus marquantes?

**0.T.:** La réalisation de la première électrode a sans doute été l'étape la plus cruciale. Lorsque nous avons recu le barreau d'inox, il présentait des défauts de l'ordre de 3 um. Atteindre 300 nm a été relativement rapide, mais il nous a ensuite fallu presque un an pour descendre à 100 nm. C'était une marche immense à franchir mais ça a été un jalon essentiel car alors nous avons montré que le projet était réalisable. L'assemblage complet de l'étalon, même si les électrodes définitives n'étaient pas finalisées a également été un moment fort. On a alors apporté la preuve que l'on pouvait atteindre l'incertitude requise sur le positionnement.

#### Qu'allez-vous faire maintenant?

**0.T.:** L'assemblage de l'étalon et sa mise sous vide marquent la fin d'une aventure. Néanmoins, alors que nous allons maintenant commencer les mesures électriques, c'est une autre aventure qui commence qui nous réservera j'en suis certain d'autres surprises!

s'ajoute un système de mesure capacitive embarqué permettant de vérifier l'alignement et un système de bridage ne modifiant pas les réglages une fois ceux-ci effectués! Enfin, pour assurer la stabilité dans le temps de cette structure métrologique, celle-ci a été dissociée mécaniquement de sa structure porteuse, de quoi isoler l'étalon de toute perturbation extérieure pendant la mesure. Raffinement supplémentaire : Almazbek Imanaliev, chercheur en instrumentation qui a rejoint l'équipe en 2019, a mis en place une méthode de mesure permettant de vérifier le bon alignement de l'ensemble par l'intérieur, y compris lors du fonctionnement sous vide.

tation de mesure, les métrologues ont dû revoir entièrement la partie électrique de leur infrastructure. En particulier, ils ont concu un nouveau transformateur étalon pour délivrer le rapport de tensions permettant de relier la mesure de distance à la valeur de la capacité étalon. «Nous avons amélioré la qualité de tous les enroulements des bobines, redimensionné l'ensemble et ajouté des écrans électromagnétiques, le tout permettant d'obtenir une incertitude relative de 10-9 pour la contribution du transformateur à l'incertitude globale», précise Olivier Thévenot. Et pour finir, afin d'assurer la ders mondiaux en métrologie électrique.

Par ailleurs, s'agissant de l'instru-men-

pour réaliser le farad, plus directe qu'en reliant l'unité de capacité électrique à l'effet Hall quantique. Quant au niveau d'incertitude atteint, il placera le laboratoire français aux côtés des laboratoires nationaux de métrologie australien, chinois et américain, seuls capables de réaliser aujourd'hui le farad avec une incertitude relative de quelques 10<sup>-8</sup>, avec un étalon de type Lampard. De quoi assurer durablement la place du LNE parmi les lea-

#### LE DÉVELOPPEMENT DE L'ÉTALON CALCULABLE DE THOMPSON-LAMPARD AU LNE. C'EST:

1×10<sup>-8</sup> d'incertitude relative sur la mise en pratique du farad selon la définition du SI.

**100 nm** de taille maximale des défauts de rectitude des électrodes. atteinte par polissage mécanique, une prouesse!

100 nm de précision sur le positionnement des électrodes.

10<sup>-9</sup> d'incertitude sur le rapport de tension électrique fourni par le transformateur étalon.

### PRIX LNE DE LA RECHERCHE 2021:

CHRISTOPHE BOBIN, JÉRÔME BOBIN ET ANNE DE VISMES OTT RÉCOMPENSÉS POUR LEURS TRAVAUX SUR L'IDENTIFICATION ET LA QUANTIFICATION DES RADIONUCLÉIDES.

Le LNE vous a décerné son Prix de la recherche pour le développement d'une approche métrologique unique pour le démélange spectral et l'identification des radionucléides. Pouvez-vous nous dire de quoi il s'agit et la genèse de ce projet?

Christophe Bobin: En 2015, dans le cadre du projet ANR NANTISTA sur le développement de systèmes portables de détection automatique de radionucléides, j'ai pris conscience d'un besoin d'appareils permettant à des non-spécialistes de réaliser des mesures fiables. c'est-à-dire suffisamment robustes malgré une faible statistique, des détecteurs de faible résolution et des moyens d'analyse embarqués limités. La littérature faisait alors état de nombreux travaux en la matière, mais avec peu de contenu métrologique.

Anne de Vismes Ott : Comme chercheuse à l'IRSN, je travaille en spectrométrie gamma pour l'analyse d'échantillons pour la mesure de la radioactivité dans l'environnement.



Dans ce contexte, les signaux que nous | spectres d'une si faible statistique de cherchons à mesurer sont souvent très faibles, avec une problématique centrée sur la réduction du bruit de fond et l'abaissement des seuils de décision et des limites de détection. Or dans le cas de mélanges de spectres, il nous était apparu que les techniques que nous utilisions avaient atteint leurs limites et qu'il était nécessaire de travailler sur le spectre lui-même.

Jérôme Bobin : Pour ma part, je suis étranger au monde de la métrologie et des mesures de radioactivité. Chercheur au CEA, je suis spécialiste de traitement du signal à l'IRFU.

Concrètement, je développe des méthodes mathématiques en science des données et pour l'apprentissage machine, le plus souvent appliquées à l'astrophysique. Par un concours de circonstances, j'ai été amené à rencontrer Anne par l'intermédiaire de Christophe qui, dans le cadre du projet NANTISTA, collaborait aussi avec l'IRSN. En discutant, nous avons constaté qu'il pourrait être intéressant de travailler ensemble au développement de nouveaux algorithmes pour le démélange spectral appliqué à la spectroscopie gamma. Concrètement, cette collaboration a pris la forme d'une thèse de doctorat menée entre 2017 et 2020 par Jiaxin Xu. avec moi comme directeur, Anne comme encadrante et Christophe en tant que membre du comité de suivi ; puis des recherches postdoctorales de Rémi André.

#### Quelle a alors été votre approche ?

Anne de Vismes Ott: Schématiquement, les approches classiques d'analyse de spectres dans lesquels sont mélangées les émissions de plusieurs radionucléides sont fondées sur l'identification de pics caractéristiques de tel ou tel élément. Or dans notre cas, on parle de

comptage que ces pics caractéristiques ne sont parfois même pas identifiables à

Christophe Bobin : À partir de là, notre approche a consisté à essayer de tirer parti de toute l'information disponible, y compris celle se trouvant a priori cachée dans un intense bruit de fond expérimental, dans le but de fournir une analyse quantitative assortie d'une incertitude.

Jérôme Bobin : Pour ce faire, l'important est en amont de modéliser les don-



nées le mieux possible, en particulier le bruit statistique qui leur est associé. C'est un peu technique, mais en général, on modélise cette partie aléatoire des données par un bruit gaussien. C'est une approximation pratique qui donne de bons résultats dans le cas où l'on dispose d'une bonne statistique.

En revanche, dans les cas qui nous concernent, cette approximation achoppe. Aussi nous avons dû tenir compte de la véritable nature du bruit expérimental, qui en l'occurrence est un bruit poissonien. plus complexe à modéliser.



Une fois les données correctement modélisées, nous avons opté pour une approche de type «problème inverse». Elle consiste à construire un estimateur mathématique qui fait le lien entre les données et les paramètres du modèle, ceux-ci représentant les activités des différents radionucléides présentes dans les spectres.

L'intérêt de cette approche est qu'elle permet de réaliser conjointement l'identification des radioéléments contribuant au spectre, et leurs activités respectives. Par rapport aux approches plus classiques, elle limite les faux en détection et permet d'assortir les résultats d'une incertitude. On peut enfin la mettre en œuvre dans différents algorithmes selon le matériel sur lequel elle est implémen-

#### Quels résultats concrets avez-vous obtenus avec cette nouvelle approche?

Anne de Vismes Ott : Nous avons travaillé sur des spectres de mélange obtenus par simulation numérique, ainsi que sur des spectres obtenus par mesure sur des échantillons d'aérosols prélevés dans le cadre de la surveillance de l'environnement. Ces spectres contiennent les signaux d'émission d'une dizaine de radioéléments, et nous avons testé notre capacité à en extraire la signature du césium 137 dont l'activité dans l'air est typiquement autour de 0,1 µBq par mètre cube d'air, ce qui représente quelques millibecquerels à mesurer dans l'échantillon. Avec une méthode d'analyse classique, il faut environ une semaine pour que la décroissance du radon permette de détecter la présence du césium dans un spectre d'émission. Grâce à notre

approche, nous avons réduit ce temps à | vaux portent sur le traitement simultané environ quatre jours. Par ailleurs nous sommes passés d'un taux de mesures significatives de 80 % à 100 %.

Christophe Bobin : Dans le cas de mesures in situ, nous avons démontré la capacité de nos algorithmes à fournir des résultats fiables à partir de mesures de seulement quelques secondes. C'est potentiellement très intéressant pour les fabricants dont les appareils de mesure doivent permettre une prise de décision rapide, par exemple dans le contexte d'un contrôle aux frontières ou bien pour la surveillance de l'environnement. Plus précisément, la force de nos algorithmes réside dans leur capacité à traiter les problèmes de faux positif dont le taux, contrairement au cas des approches classiques, est indépendant de la nature du mélange de spectres et de la qualité de la statistique.

#### Quelles suites vont avoir ces développements?

Christophe Bobin: Je travaille avec un industriel sur la mise en œuvre de nos algorithmes avec leurs appareils de détection in situ portables. Après avoir traité la problématique de variabilité statistique des spectres, nous devons traiter la variabilité dite de terrain, notamment liée à l'interaction des photons de l'environnement.

Anne de Vismes Ott : Depuis octobre 2020, j'encadre la thèse de Paul Malfrait, sous la direction de Jérôme, dont les tra-

de spectres multiples pour l'appliquer aux besoins d'analyse en ligne. Nous allons également nous intéresser à la variabilité des signatures spectrales à analyser selon le type de détecteurs, la nature des échantillons, et à la variabilité du bruit de fond et leur influence sur les performances du traitement par démélange spectral.

#### Que représente pour vous ce prix du

Christophe Bobin : Pour moi qui suis métrologue, c'est une reconnaissance importante de mon travail, de celui de mon groupe et de mon laboratoire le

Anne de Vismes Ott : Je suis métrologue, mais nos exigences en matière métrologique à l'IRSN sont évidemment moindres que celles du LNE. Aussi ie suis très fière de voir notre travail reconnu par l'univers de la métrologie. Cela montre qu'avec ce projet très interdisciplinaire, nous sommes partis sur la bonne voie!

Jérôme Bobin : Ce prix récompense trois années de travail sur un projet qui sort des sentiers battus. On a souvent tendance à considérer que les spécialistes du traitement des données ont des solutions clé en main. Ce n'est pas vrai. lci, nous avons démontré tout l'intérêt de travailler sur le long terme pour développer des outils adaptés à un problème





Créé en 2009, le prix LNE de la recherche a tour à tour récompensé des chercheurs sur des thématiques et des sujets aussi variés que les nanotechnologies, la santé, l'environnement, les télécommunications, l'énergie, le transport les technologies de l'information, ou encore les matériaux. En plus de 10 ans, le LNE a récompensé plus d'une quinzaine de chercheurs ayant tous su allier science et pragmatisme, pour des travaux de recherche ayant un impact fort que ce soit pour la science, l'industrie ou la société.

### INSTITUT **LNE-NANOTECH:**

#### LES SPÉCIALISTES DE LA MESURE AU SERVICE DE LA RÉVOLUTION DES NANOTECHNOLOGIES

L'ÉMERGENCE DES NANOTECHNOLOGIES CONSTITUE UNE RUPTURE TECHNOLOGIQUE MAJEURE. POUR L'ACCOMPAGNER, L'INSTITUT LNE-NANOTECH PROPOSE UNE OFFRE GLOBALE AUX ACTEURS CONCERNÉS PAR LA MESURE À L'ÉCHELLE NANOMÉTRIQUE.



nanotechnologies s'affichent tel un de la transition écologique et énergétique. Pour accompagner leur essor, le LNE a créé en 2017 l'institut LNE-Nanotech. Sans mur et délocalisé, il regroupe sous une seule bannière la totalité des infrastruc-

sur les nanotechnologies. La nouvelle entité permet ainsi de traiter l'ensemble des problématiques posées par le développement de l'univers «nano», qu'il s'agisse d'évaluation des performances pour soutenir l'innovation, de sécurité ou d'encadrement réglementaire.

Dès les années 2000, le LNE a développé les instruments de référence pour faire accéder le nano-monde à la précision métrologique. Comme le précise Georges Favre, directeur de l'institut, «les nano-objets et les nano-composants ont cela de particulier que leur caractérisation nécessite la mise en œuvre conjointe de différentes techniques et méthodes complémentaires.» Au LNE, cet impératif prend au fil des années la forme des plateformes CARMEN (propriétés physico-chimiques), puis MONA (propriétés des aérosols) ou NAEL (propriétés électriques) que viennent compléter différents outils disponibles dans différentes équipes du LNE. Il est ainsi possible d'établir la fiche d'identité des nano-objets, quelle que soit la forme sous laquelle ils se présentent (poudre, dispersion, aérosol) et la complexité du milieu (produit manufacturé, milieu biologique, matrice environnementale, suie...). «De façon naturelle, il nous est alors apparu que pour répondre aux besoins complexes des acteurs académiques, économiques et sociétaux, il serait de l'institut LNE-Nanotech.»

Matériaux, énergie, médecine... les Cette offre concerne bien sûr les problématiques de métrologie fondamentale associées aux nanotechnologies. Mais en élément clé de la société connectée et intégrant les différents moyens du laboratoire par-delà les frontières disciplinaires et/ou méthodologiques, LNE-Nanotech est également en mesure de se saisir de toute la chaîne allant de la métrologie pure à la normalisation, en passant par la dissémination de référence et de méthodes. «Que ce soit pour un industriel, une start-up, un acteur institutionnel ou académique. L'institut LNE-Nanotech se positionne aussi bien tures et des expertises du laboratoire sur les aspects de maîtrise des matières premières et de développement de procédés, que d'évaluation des performances ou des risques, et d'appui à l'établissement de normes, indispensables à la mise en place du cadre réglementaire», complète le directeur.



Mieux, LNE-Nanotech joue aussi un rôle moteur dans l'émergence d'une communauté des acteurs concernés par la mesure à l'échelle nanométrique. C'est ainsi le sens de la création dès cette année du Centre d'innovation NanoMesureFrance, cofinancé par l'État et la Région Ile-de-France, sous l'animation scientifique du LNE. «L'objectif est de permettre aux

industriels, start-up, laboratoires académiques ou privés, fabricants d'instruments, prestataires de services... d'échanger sur leurs besoins et leurs compétences dans les domaines de la caractérisation et de l'évaluation des performances/ exposition, et de créer des synergies pour répondre à l'ensemble des défis liés à l'essor des nanomatériaux», explique François-Xavier Ouf, coordinateur R&D de NanoMesureFrance au sein du LNE. Et le scientifique d'ajouter : «Charge à NanoMesureFrance de faire remonter et de hiérarchiser les besoins, et à l'institut intéressant d'imaginer une structure pour mettre en commun LNE-Nanotech d'apporter des réponses ou solutions concrètes et coordonner l'offre du LNE sur la caractérisation des avec son réseau de partenaires». De quoi rendre définitivement nanomatériaux, poursuit le scientifique. C'est la raison d'être le LNE un acteur incontournable de la révolution des nanotechnologies.

#### ALEXANDRA DELVALLÉE

L'institut LNE-Nanotech favorise la mise en place d'un vocabulaire, de définitions, de références et de bonnes pratiques partagés entre des équipes de culture différente. Concernant les nano-objets, pour la caractérisa-



tion desquels le croisement de techniques complémentaires est incontournable, c'est indispensable. Par exemple, dans le cadre du projet Graal, sur la caractérisation métrologique pluridisciplinaire de matériaux et produits à base de graphène, les mêmes échantillons sont caractérisés par différentes techniques de microscopie à sonde locale. Cela pose d'importantes contraintes, en particulier pour la préparation des échantillons, que seul le travail au sein d'un même institut permet de traiter plus facile-

#### **NOLWENN FLEURENCE**

À l'échelle nanométrique, certaines propriétés d'un matériau peuvent être différentes de celles à l'échelle macroscopique. Elles peuvent, par exemple, dépendre du type dominant de transfert thermique au sein du matériau



qui est fonction de la structure du matériau mais aussi de sa taille. Ainsi, il est souvent nécessaire de renseigner conjointement différentes propriétés pour conclure. C'est tout l'intérêt de l'institut LNE-Nanotech qui rend naturel pour des équipes différentes le fait de proposer une offre globale dans le cadre d'un projet de recherche par exemple. Ainsi, pour le projet européen NanoWires, qui aborde la caractérisation de dispositifs de récupération d'énergie à base de nanofils, les équipes de caractérisation structurale de matériaux, de métrologie thermique et de métrologie électrique ont répondu ensemble à l'appel à projets. L'existence de l'Institut donne à nos partenaires une meilleure visibilité des expertises complémentaires que nous pouvons mobiliser.»

#### **NICOLAS FELTIN**

L'institut LNE-Nanotech favorise un tra-vail transverse, à la fois entre les différents départements du LNE, mais également entre la métrologie et les essais. Ce faisant, nous nous connaissons mieux et travailler ensemble



est plus facile. C'est fondamental dans la mesure où travailler à l'échelle nanométrique est plus complexe et les problémes existants à cette échelle requièrent une complémentarité d'approche. Nous pouvons ainsi nous engager sur des sujets plus complexes et au plus proche des besoins de nos partenaires plus facilement que si chacun se focalisait sur sa grandeur. Nous avons ainsi eu l'occasion d'accompagner plusieurs entreprises au cours des dernières années en mettant en commun nos compétences en microscopie à force atomique, en microscopie électronique à balayage, en analyse chimique ou en ayant recours à des techniques peu courantes par voie aérosol afin d'identifier l'approche la plus pertinente pour répondre aux problématiques de nos partenaires. Nous sommes le seul institut national de métrologie à proposer une réponse globale sur les nanomatériaux. »

#### **FRANÇOIS PIQUEMAL**

L'institut LNE-Nanotech formalise des contacts et des échanges que nous avions déjà entre équipes du LNE. Il est moteur pour s'engager dans des projets où la réponse doit être plurielle, notamment dans le cas de



projets partenariaux. L'Institut induit une forme de spontanéité à travailler ensemble, et ce dès les étapes de veille et de recherche de contrats ou de collaborations. Par exemple, l'année dernière, Georges Favre a été sollicité par des centres de recherche grenoblois ou francilien sur des guestions qui mêlaient des aspects dimensionnels et électriques. Ça a été tout naturel pour lui de m'en parler et pour nous deux de rencontrer ensemble nos interlocuteurs. L'Institut est par ailleurs très actif sur les aspects normatifs et prénormatifs. Il nous incite positivement à intégrer dans nos réponses cette dimension importante pour les acteurs économiques comme les citovens.»

#### **FÉLICIEN SCHOPFER**

Sur un matériau possédant d'aussi nombreuses propriétés physiques et chimiques intéressantes que le graphène, nos partenaires ont besoin de la coordination de moyens proposée par LNE-Nanotech. Par



exemple nous collaborons depuis plusieurs années avec la startup italienne Graphene-XT pour laquelle nous avons d'abord réalisé de la caractérisation structurale de flocons de graphène en phase liquide, puis de la caractérisation thermigue de films minces et maintenant thermomécanique et chimique de lubrifiants. L'expérience ainsi acquise doit pouvoir être mise à profit dans le futur pour accompagner des startups françaises dans le domaine, comme Carbon Waters ou BlackLeaf. On peut également citer les pouvoirs publics ou certains industriels qui ont fait appel l'année dernière à notre expertise dans le domaine de la métrologie des aérosols et en microscopie pour caractériser le contenu en nanoparticules de graphène dans des masques FFP2. L'institut LNE-Nanotech instaure du reste un circuit court entre métrologie fondamentale, caractérisation, essais, et prestations de mesure correspondantes auprès de clients, tout en traitant de la normalisation.»

«DÈS LES ANNÉES 2000, LE LNE A DÉVELOPPÉ LES INSTRUMENTS DE RÉFÉRENCE POUR FAIRE ACCÉDER LE NANO-MONDE À LA PRÉCISION MÉTROLOGIQUE. »

E I RAPPORT RECHERCHE 2021

# MESURE DES PROPRIÉTÉS THERMOPHYSIQUES: LA TRAÇABILITÉ AU SI ASSURÉE À ULTRÁ HAUTE TEMPÉRATURE

DANS LE CADRE DU PROJET EUROPÉEN HI-TRACE, LE LNE A AMÉLIORÉ LES PERFORMANCES DE SES BANCS DE RÉFÉRENCE POUR LA MESURE DE DIFFUSIVITÉ THERMIQUE ET DE CAPACITÉ THERMIQUE MASSIQUE. ILS PERMETTENT DÉSORMAIS DES MESURES TRACABLES AU SI JUSQU'À 3 000 °C.

e nombreux industriels, notamment des secteurs aérospatial ou nucléaire, ont besoin de connaître les propriétés thermophysiques de matériaux à des températures comprises entre 1 500 °C et 3 000 °C. Pour autant, jusqu'à récemment, il n'existait aucune possibilité de garantir la traçabilité au SI des mesures réalisées dans cette plage de température, faute d'infrastructure métrologique adaptée. La mettre sur pied était l'enjeu du projet européen Hi-TRACE, clos en 2021 sous la coordination du LNE, grâce auquel la traçabilité métrologique des mesures de capacité thermique massique, de diffusivité thermique et d'émissivité spectrale est désormais garantie jusqu'à 3 000 °C.

#### UN NOUVEAU BANC POUR UNE PLUS LARGE GAMME DE TEMPÉRATURE

Comme l'explique Bruno Hay, au LNE, «avant Hi-TRACE, aucun laboratoire national de métrologie ne proposait de dispositifs de mesure de propriétés thermophysiques fonctionnant dans cette gamme de température. Par exemple, au LNE, notre banc de mesure de la diffusivité thermique, grandeur relative à la vitesse de propagation par conduction de la chaleur dans un matériau, pourtant le plus performant en Europe, était limité à une température maximale de 2 000 °C.»

Précisément, ce banc consiste en un four inductif dans lequel un échantillon est excité thermiquement sur une face par une brève impulsion laser, l'évolution de la température de la face opposée étant mesurée simultanément en fonction du temps. On en déduit alors la diffusivité thermique du matériau par identification à un modèle théorique décrivant le transfert de chaleur dans l'échantillon.

Pour permettre des mesures fiables jusqu'à 3 000 °C, les métrologues ont entièrement revu leur installation : «Nous avons changé le générateur de courant électrique haute fréquence pour le chauffage, traité les perturbations électromagnétiques induites par ce générateur qui sont susceptibles d'affecter les mesures, adapté le système permettant de travailler sous atmosphère de gaz neutre afin de limiter l'oxydation et la contamination des échantillons, et conçu un système d'étalonnage in situ des pyromètres destinés à mesurer la température de l'échantillon», détaille le spécialiste.



Trois questions à...

#### **BRUNO HAY,**

RESPONSABLE DU PÔLE PHOTONIQUE-ÉNERGÉTIQUE

Au terme du projet Hi-TRACE, quelle est la place du LNE sur les mesures thermophysiques à ultra haute température ?

B.H.: À l'évidence, nous renforçons notre leadership en proposant une plateforme de mesure tout simplement unique au monde. Concernant les mesures de diffusivité thermique, notre installation n'a pas d'équivalent, tout en permettant également des mesures de capacité thermique massique, à quoi s'ajoutent les bancs dont nous disposions déjà pour les mesures d'émissivité.

#### Au-delà de ses résultats purement métrologiques, le projet Hi-TRACE a-t-il eu des retombées sur d'autres aspects ?

**B.H.:** En effet, nous avons rédigé un guide de bonnes pratiques sur les mesures de diffusivité thermique à haute température qui servira de base aux travaux du Groupe de travail sur les propriétés thermophysiques du Comité technique d'EURAMET pour la thermométrie. Par ailleurs, fait rare dans ce type de projet, Hi-TRACE nous a conduit à proposer la révision d'une norme sur la mesure de diffusivité thermique dans les céramiques.

#### À quoi s'ajoutent d'autres publications?

**B.H.**: Hi-TRACE a effectivement donné lieu à dix publications scientifiques dans des revues à comité de lecture. Nous avons également conçu cinq modules de e-learning sur les mesures de diffusivité thermique d'une part, et sur l'établissement rigoureux du budget d'incertitude associé d'autre part. Ces tutoriels, le guide de bonnes pratiques ainsi que les données expérimentales obtenues sont en accès libre sur la plateforme publique Zenodo hébergée par le CERN. Il est clair que cet ensemble renforce notre position, en particulier auprès de nos partenaires industriels.



20 LNE I RAPPORT RECHERCHE 2021



À quoi s'ajoute une caractérisation ultra fine de l'ensemble. Mieux, le banc du LNE a été aménagé pour permettre également des mesures de capacité thermique massique, grandeur qui renseigne sur la capacité d'un matériau à emmagasiner de la chaleur quand sa température augmente. Le nouveau dispositif est fondé sur le principe de la calorimétrie dite à chute : une fois chauffé dans un four, l'échantillon chute rapidement dans un calorimètre mesurant la chaleur dégagée lors de son refroidissement. Une fois la mesure répétée pour plusieurs températures initiales, un modèle permet d'extraire la grandeur d'intérêt.

De leur côté, les laboratoires nationaux de métrologie (LNM) allemand, serbe et anglais ont développé des bancs respectivement pour la mesure d'émissivité spectrale, de capacité thermique massique et de diffusivité thermique, cette dernière étant une installation adaptée d'un modèle du commerce. À la suite, une comparaison interlaboratoire de mesures de diffusivité thermique à très haute température, impliquant des LNM européens ainsi que plusieurs industriels, a été réalisée sur des

#### **CHIFFRES CLÉS**

Grâce à son nouveau banc de référence, le LNE a la possibilité de mesurer la diffusivité thermique de matériaux, entre la température ambiante et 3 000 °C. L'incertitude élargie sur ces mesures est comprise entre 3 % et 5 %.

échantillons de graphite, de tungstène et de molybdène préparés et caractérisés préalablement par le LNE. Premier constat, «nous avons observé une très bonne stabilité des propriétés de ces matériaux après plusieurs cycles en température, ce qui en fait de bons candidats pour devenir des matériaux de référence», se félicite Bruno Hay. Ces installations ont également été mises en œuvre pour la caractérisation de propriétés thermophysiques d'alliages métalliques et de matériaux composites à haute température

#### **UNE INSTALLATION UNIQUE AU MONDE**

Au-delà, l'ensemble des mesures de diffusivité thermique réalisées par les différents partenaires a révélé une dispersion relative comprise entre 4 % et 9 %. «ce qui est très satisfaisant», indique l'expert. Par ailleurs, afin de garantir l'exactitude de leurs mesures, les chercheurs du LNE ont procédé à une évaluation rigoureuse de leur incertitude. Résultat : l'incertitude relative est inférieure à 5 % entre 23 °C et 3 000 °C. «C'est tout simplement la première fois qu'un tel bilan est réalisé pour ce type de mesure, précise Bruno Hay qui ajoute : pour la mesure de diffusivité thermique, notre banc est sans équivalent dans le monde. Il est également le seul à offrir la possibilité de mesurer à la fois la diffusivité thermique et la capacité thermique massique d'un matériau à des températures aussi élevées.» Cette nouvelle infrastructure du LNE, avant même la fin du projet, a déjà été mise à profit par deux entreprises des secteurs spatial et métallurgique pour l'étude du comportement thermique de matériaux à très hautes températures.

### LE LNE INCONTOURNABLE AU SEIN DE L'EMN « ADVANCED MANUFACTURING »

epuis 2019, EURAMET a créé une série de réseaux européens de métrologie (EMN – European Metrology Network) afin de mettre en place des stratégies coordonnées entre les différents laboratoires nationaux de métrologie européens. Et ce afin de renforcer la pertinence de leurs actions et leur impact vis-à-vis des différents utilisateurs de la métrologie sur les aspects de recherche, d'infrastructure, de transfert de connaissance et de services. 2021 a ainsi vu l'approbation de l'EMN «Advanced Manufacturing» focalisé sur les problématiques liées à la complexité croissante à la fois des matériaux, en entrée et en sortie des chaînes de fabrication des produits, et des procédés de fabrication eux-mêmes. Précisément, cet EMN est structuré autour de trois axes d'études : Matériaux avancés, Systèmes de production intelligents et Produits et composants. Impliqué directemaent dans les deux dernièrs à travers ses travaux sur, d'une part, la fabrication additive, d'autre part, la métrologie dimensionnelle. le LNE est en outre responsable de l'axe «Matériaux avancés», qui englobe différentes typologies de nouveaux matériaux et fait la

part belle aux nanomatériaux de nouvelle génération. Comme l'indique Georges Favre, responsable des développements en nanométrologie au LNE et vice-président de l'EMN, «sur une thématique où un des enjeux forts sera de faire le lien entre la métrologie, l'harmonisation des méthodes de caractérisation et de test, et les aspects réglementaires, le LNE tire sa légitimité de sa double nature de laboratoire national de métrologie et de laboratoire d'essais.»

Porteur du projet de Centre d'innovation NanoMesureFrance, pour la structuration d'une filière industrielle sur les nanomatériaux au niveau national, et impliqué dans la création du Hub NanoFabNet, une structure internationale autour de la nano-fabrication durable, le LNE est par ailleurs incontournable sur la métrologie et la caractérisation des nanomatériaux, au cœur des problématiques de ce nouveau EMN.

#### NANOMETROLOGIA : LA NANOMÉTROLOGIE EN MODE AUTOMATIQUE

our déterminer la taille de nano-objets, les métrologues se fondent sur l'analyse d'images obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB). Désormais, les spécialistes du LNE sont en mesure de réaliser cette opération de manière automatisée grâce à NanoMetrologIA, une plateforme web déployée l'année passée au laboratoire.

Cette infrastructure est le fruit de développements menés par les spécialistes du département Science des données et incertitudes qui ont développé des algorithmes à base de réseaux de neurones et de modèles d'apprentissage profond capables d'une part d'identifier de façon automatique l'ensemble des particules présentes sur une image, que celles-ci soient isolées ou agrégées, et d'autre part de reconstruire le contour de chacune à partir d'une information souvent tronquée. Comme l'explique Loïc

Coquelin, chercheur en mathématiques au LNE, «à partir de là, la plateforme fournit de façon transparente pour l'utilisateur une série d'informations statistiques sur la taille et le niveau d'agrégation de ces particules.»

Dans un premier temps, les spécialistes ont développé leurs outils pour l'identification de nanoparticules de dioxyde de titane, très utilisées dans de nombreuses applications. La prochaine étape consistera à adapter ces outils de mesure par analyse d'images à une grande diversité d'échantillons et de particules. Par ailleurs, sur le plan théorique, des travaux sont déjà entrepris afin de quantifier l'incertitude associée à ces mesures. En attendant, avec NanoMetrologIA, une plateforme unique au monde, le LNE est plus que jamais en position de précurseur en métrologie des nanoparticules, actuellement en plein essor.



«LA PLATEFORME FOURNIT DE FAÇON TRANSPARENTE POUR L'UTILISATEUR UNE SÉRIE D'INFORMATIONS STATISTIQUES SUR LA TAILLE ET LE NIVEAU D'AGRÉGATION DE CES PARTICULES. »

LOÏC COQUELIN, INGÉNIEUR DE RECHERCHE, LNE

LNE | RAPPORT RECHERCHE 2021

#### CARACTÉRISATION D'ANTENNES RF: ELLE EST DÉSORMAIS DEUX FOIS PLUS RAPIDE

andes passantes ultra larges, antennes reprogrammables et/ou multifaisceaux... Il est de plus en plus difficile et chronophage de caractériser la structure rayonnante des antennes de télécommunication. Dans le cadre d'un projet de recherche partenariale qui a conduit, en 2021, à la soutenance d'une thèse de doctorat co-encadrée par le LNE, le CNES¹ et l'IETR², une nouvelle méthode a été proposée permettant d'optimiser le temps nécessaire à l'évaluation des paramètres d'une antenne radiofréquence (RF) et plus particulièrement de son diagramme de rayonnement.

La méthode développée est fondée sur l'application des techniques de traitement de données parcimonieuses à la méthode de transformation champ proche – champ lointain. Elle consiste à réaliser des mesures du champ électrique de l'antenne à proximité de celle-ci et, à partir de ces mesures, de reconstruire le diagramme de rayonnement de l'antenne à une distance éloignée du point d'émission, là où les contraintes de mesure sont plus fortes.

L'objectif était de réduire le temps de mesure en diminuant fortement le nombre de points mesurés. Ainsi, les métrologues et leurs partenaires de recherche ont proposé un nouvel algorithme

numérique fondé sur la technique d'optimisation dite du «Basic pursuit denoising». Comme l'explique Jean-Marie Lerat, responsable des références électromagnétiques à haute fréquence au LNE, «sur la base d'hypothèses vérifiées a posteriori sur les liens entre différents paramètres du problème, cet algorithme permet de caractériser un champ d'antenne à partir d'un nombre réduit de points de mesure.»

Grâce à cette nouvelle méthode, les métrologues ont démontré un gain typique d'un facteur 2 sur le temps nécessaire pour déterminer la structure de champ de rayonnement d'une antenne, comparé à un échantillonnage respectant le critère de Nyquist comme réalisé actuellement. Cette étude a ouvert une piste de recherche importante sur le traitement des données de caractérisation d'antennes et pourra, à terme, être appliquée au LNE pour les étalonnages de gain et de diagramme d'antennes sur la base de mesures échantillonnées de façon parcimonieuse.

<sup>1</sup> CNES: Centre national d'études spatiales à Toulouse.

<sup>2</sup>IETR : Institut d'électronique et des technologies du numérique de l'Université Rennes 1

#### LEIA 2 : UNE PLATEFORME POUR ÉVALUER LES ROBOTS INTELLIGENTS

ans le cadre du plan France Relance, le LNE a obtenu en 2021 un financement de l'État pour la création de la première plateforme générique pour l'évaluation de l'intelligence artificielle.

Concrètement, ce laboratoire d'évaluation de l'intelligence artificielle, le LEIA 2, dont le déploiement débutera dans le courant de l'année 2022, prendra la forme d'une salle de 9 m de côté et de 7 m de hauteur, à l'intérieur de laquelle un écran cylindrique permettra de reconstituer des environnements artificiels pour évaluer les performances de différents types de robots intelligents. Le dispositif sera en outre complété par des mécanismes de sollicitation physique tels des bancs à moyeux ou des convoyeurs. Comme le précise Anne Kalouquine, chef

de projet pour la mise en place de ce futur laboratoire au LNE, «le LEIA 2 permettra de réaliser des tests intermédiaires entre de pures simulations et des essais physiques réels. Il s'insérera dans une offre globale incluant à terme deux autres plateformes: LEIA 1 pour la simulation et LEIA 3 pour les essais en situation réelle». Précisément, le LEIA 2 sera particulièrement adapté aux robots de taille moyenne ainsi qu'aux systèmes de reconnaissance visuelle, telles des caméras intelligentes.

À ce stade, plusieurs lettres d'engagement ont été prises auprès de fabricants ou d'intégrateurs de systèmes robotiques. Ces plateformes pourront également être utilisées pour des projets de recherche visant à étayer la normalisation des tests de performance des IA.



«LE LEIA 2 PERMETTRA DE RÉALISER DES TESTS INTERMÉDIAIRES ENTRE DE PURES SIMULATIONS ET DES ESSAIS PHYSIQUES RÉELS»

> ANNE KALOUGUINE, CHEF DE PROJET POUR LA MISE EN PLACE DU LEIA2

LNE | RAPPORT RECHERCHE 2021

#### LE LNE POURSUIT SON DÉVELOPPEMENT D'UNE NANOMÉTROLOGIE ÉLECTRIQUE

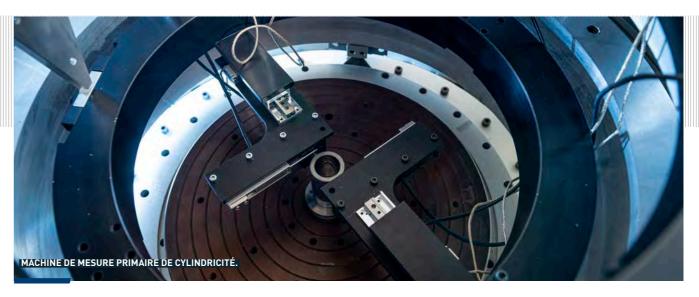
a caractérisation de microcomposants électroniques nécessite de pouvoir mesurer leurs propriétés électriques à l'échelle du nanomètre. Or l'infrastructure métrologique pour ce faire reste à mettre au point. C'est l'objectif du projet MetroSMM actuellement mené au LNE pour la mesure d'impédance à haute fréquence, notamment pour la mesure de capacité, à l'aide d'un microscope à sonde locale électrique micro-onde (SMM).

L'un des enjeux concerne la caractérisation fine des structures de référence qui servent pour le calibrage des SMM en termes de capacité, de même que l'étude de l'influence de l'environnement électromagnétique sur les mesures. Ce à quoi se sont employés les métrologues du LNE à partir de kits de calibrage composés de microcondensateurs développés par un industriel partenaire du projet.

Les chercheurs en métrologie électrique ont également mis au point une méthode dite de substitution qui permet de caractériser un échantillon inconnu par comparaison à des mesures réalisées sur la structure de référence dans un environnement de mesure comparable.

«Nous sommes ainsi parvenus à une incertitude de 3 % sur la mesure de capacité lorsque l'échantillon à caractériser était une structure de référence, et moins de 10 % sur la mesure de la constante diélectrique de matériaux ferroélectriques utilisés notamment en nanoélectronique», indique François Piquemal, responsable de cette activité de nanométrologie au LNE.

En parallèle, d'autres travaux complémentaires sont entrepris dans le cadre des projets européens ELENA, coordonné par le LNE, et NanoWires. Ce dernier concerne notamment la mesure de l'efficacité de nanofils photovoltaïques utilisés dans le domaine de la récupération d'énergie.



#### LA CYLINDRICITÉ A DÉSORMAIS SON ÉTALON PRIMAIRE

e nombreuses applications industrielles nécessitent de caractériser la cylindricité d'une pièce avec le meilleur niveau d'incertitude. Or les machines utilisées en routine pour ce faire sont peu précises, et il n'existait de plus aucune chaîne métrologique permettant de tracer ces mesures au Système international d'unités (SI). Pour y remédier, le LNE a démarré en 2008 le développement d'une machine de mesure primaire de cylindricité. Un travail au long cours achevé l'année passée.

Les machines conventionnelles permettent de comparer la forme de la pièce à une qualité de mouvement, ce qui dégrade l'incertitude de mesure. Pour y remédier, les mécaniciens métrologues du LNE ont adopté le principe dit de structure métrologique dissociée (DMT) pour la conception de leur instrument de référence.

Ainsi, celui-ci présente une dissociation mécanique entre la partie comprenant les éléments d'intérêt métrologique d'une part, et les éléments de la structure porteuse d'autre part. «De cette façon, la comparaison réalisée entre la pièce à caractériser et un cylindre de référence ne porte que sur les défauts intrinsèques des deux pièces», explique Hichem Nouira, chercheur au LNE.

Par ailleurs, les métrologues ont proposé une nouvelle méthode mathématique de séparation des défauts, et ont procédé à un raccordement au SI de la mesure en étalonnant les capteurs de mesure, in situ par interférométrie laser. La nouvelle installation a ainsi permis des mesures avec un écart type de 30 nm sur un cylindre étalon. D'autres tests d'évaluation se poursuivent avant une mise en œuvre de l'installation pour une nouvelle offre de mesure au LNE, prévue cette année.

I NE I RAPPORT RECHERCHE 2021



INGÉNIEUR DE RECHERCHE À SAFRAN TECH, CENTRE DE RECHERCHE ET TECHNOLOGIE DU GROUPE SAFRAN.

DANS LE CADRE DU PROJET DE RECHERCHE PARTENARIALE CANALSAFE, FINALISÉ EN 2021, LE LNE ET L'INSTITUT DE SOUDURE (IS) SE SONT ASSOCIÉS POUR RÉPONDRE AUX BESOINS EN MATIÈRE DE CONTRÔLE NON DESTRUCTIF DES SOCIÉTÉS ARIANEGROUP, SAFRAN ET THALES. PRÉCISÉMENT, IL S'AGISSAIT POUR CES INDUSTRIELS DE DÉVELOPPER DES SOLUTIONS INNOVANTES PERMETTANT D'INSPECTER LES CANAUX AU SEIN DE PIÈCES PRODUITES PAR FABRICATION ADDITIVE. EN COMPLÉMENT DE LA TECHNIQUE CONVENTIONNELLE PAR TOMOGRAPHIE, LES MÉTROLOGUES ONT PROPOSÉ UNE MÉTHODE DE SPECTROSCOPIE PAR RÉSONNANCE ULTRASONORE (RUS), PLUS FACILE À METTRE EN ŒUVRE.



#### Comment est née cette collaboration entre notamment Safran et le LNE?

Stéphane Amiel: Pour de nombreuses applications, les sociétés du groupe Safran élaborent par fabrication additive des pièces avec des canaux internes, typiquement pour des blocs hydrauliques. Classiquement, le contrôle qualité de ces pièces, qui peuvent présenter des défauts de fusion ou des rugosités de surface à l'origine d'une dégradation de leurs propriétés hydrodynamiques, s'effectue par tomographie X. Si cette technique permet d'imager précisément des défauts internes, elle est néanmoins coûteuse et longue à mettre en œuvre. Nous étions donc à la recherche de solutions alternatives. De son côté, le LNE développe d'importants travaux de métrologie associés à la fabrication additive, en même temps qu'il cherche à répondre à des problèmes concrets rencontrés par les industriels. C'est dans ce contexte qu'est né le projet CanalSafe.

#### « NOUS ÉTIONS À LA RECHERCHE DE SOLUTIONS ALTERNATIVES. »

#### Comment le projet s'est-il concrètement déroulé?

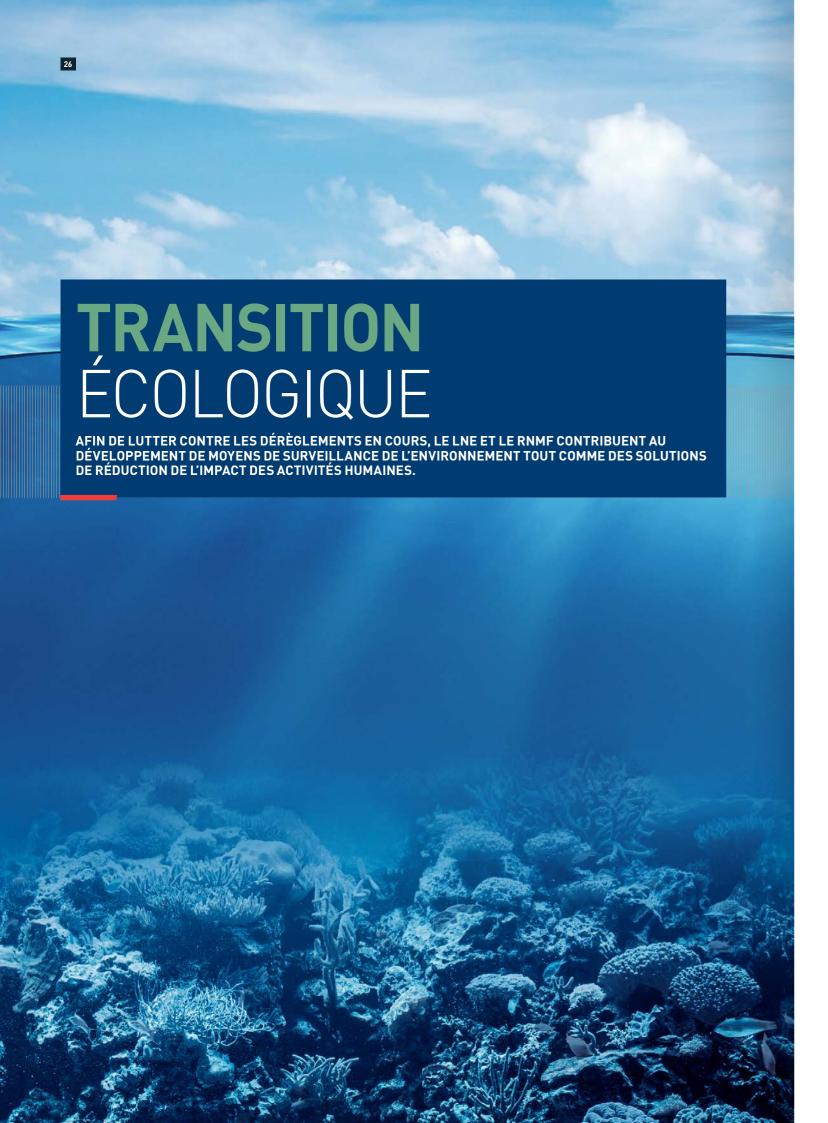
S.A.: Dans un premier temps, avec l'ensemble des partenaires, nous avons défini un ensemble de pièces représentatives. Ensuite, le LNE et l'Institut de Soudure, se sont appuyés sur leur expérience et une recherche documentaire spécifique afin d'identifier les différentes techniques de contrôle non destructif envisageables, en sus de la tomographie qui demeure la méthode de référence. À la suite, le LNE et l'IS ont réalisé des essais, éventuellement en sous-traitance lorsque nécessaire, ce qui a permis de retenir une méthode de contrôle par endoscopie, mise en œuvre à l'IS, et la spectroscopie par résonnance ultrasonore, utilisée au LNE. Cette technique consiste à faire vibrer une pièce en la soumettant à un choc mécanique (impulsion) et à enregistrer sa réponse acoustique, celle-ci étant modifiée par les défauts de la pièce par rapport à la réponse d'une pièce de référence. Cette méthode ne fournit évidemment pas autant d'informations que les méthodes par imagerie. En revanche, elle peut être mise en œuvre facilement et à moindre coût. Ainsi elle nous semble intéressante pour que nous puissions l'utiliser pour le contrôle qualité en routine, même si d'autres études sont nécessaires.

#### Quel bilan tirez-vous du projet CanalSafe?

**S.A.:** Le LNE, à travers ses compétences techniques et son large réseau de partenaires, propose une vision globale d'une problématique. Il nous a ainsi permis de nous initier à des techniques innovantes dont nous n'avions jusqu'alors pas la maîtrise. C'est pour nous très satisfaisant. À la suite de CanalSafe nous avons pris la décision de poursuivre notre collaboration, en particulier au sein de la plateforme Additive Factory Hub qui regroupe des acteurs académiques et des industriels autour de la fabrication additive.



INFIRAPPORT RECHERCHE 2021



### MESURE DE L'ACIDITÉ: LES SOLUTIONS DU LNE POUR LES MILIEUX COMPLEXES

COURANTE, LA MESURE DU pH N'EN EST PAS MOINS COMPLEXE. POUR LES BESOINS DE L'INDUSTRIE COMME DU SUIVI DE L'EFFET DU RÉCHAUFFEMENT DES OCÉANS SUR LEUR ACIDITÉ, LE LNE DÉVELOPPE DES INFRASTRUCTURES DE MÉTROLOGIE CHIMIQUE ADAPTÉES À TOUTES LES SOLUTIONS.

e pH, qui mesure l'acidité, est l'un des paramètres les plus mesurés dans les laboratoires d'analyse, et aussi l'un des plus importants. Dans le domaine des sciences de l'environnement par exemple, l'acidité des océans est un des indicateurs utilisés pour suivre les conséquences du réchauffement climatique. Pour autant, la mesure du pH nécessite de relever de nombreux défis. De fait, étant spécifiques à chaque solvant, les valeurs de pH mesurées dans différents milieux (solvants organiques ou mélange de solvants) sont en pratique impossible à comparer. En outre, dans le cas des solutions aqueuses à forte teneur en sel, il n'existe pas de matériaux de référence certifiés en pH permettant d'assurer la justesse et la traçabilité des mesures aux unités du Système international. Dans ce contexte, le LNE conduit depuis une dizaine d'années une activité nourrie sur cette problématique, ce dont témoignent les avancées réalisées l'année passée.

#### UNE MESURE DE L'ACIDITÉ UNIVERSELLE ET ABSOLUE

Ainsi, 2021 a notamment vu aboutir le projet européen UnipHied, coordonné par le LNE et impliquant huit laboratoires nationaux de métrologie, trois équipes de recherche universitaires et une industrielle. Objectif: doter le nouveau concept de pH universel, appelé aussi pH absolu ou pHabs, d'une infrastructure métrologique. Introduit en 2010, le pHabs repose sur une mesure de l'acidité, non pas en référence à l'activité des protons dans un solvant donné, mais par rapport à celle de protons en phase gazeuse à une température de 298,15 K et une pression de 1 bar, ces conditions définissant alors la référence universelle.

«Pour y parvenir, nous avons mis en œuvre une méthode différentielle qui implique l'utilisation d'un liquide ionique pour pouvoir éliminer presque entièrement les potentiels de jonction liquide qui constituent la principale source d'incertitude des mesures de pH», explique Daniela Stoica, coordinatrice du projet au LNE. Cette méthode a été utilisée dans les différents laboratoires partenaires et validée avec différents solvants (eau, éthanol et mélange d'eau et d'éthanol) représentatifs pour plusieurs applications. La chimiste poursuit : «précisément, nous avons développé une méthode de référence ainsi qu'une méthode alternative, plus simple, dans la perspective de faciliter l'adoption de ce nouveau concept de pH comme mesure de routine dans les laboratoires et ce, pour une grande variété des solvants.»



**₹** Trois questions à...

#### DANIELA STOICA,

INGÉNIEUR R&D ÉLECTROCHIMIE

#### Comment s'est construite l'expertise du LNE sur la métrologie du pH?

D.S.: Depuis une dizaine d'années, l'électrochimie, et la pH-métrie en particulier, est un axe fort de notre département. Nous jouons notre rôle de garant des références primaires en la matière. Ainsi, le LNE maintient ses aptitudes d'étalonnage et de mesure en contribuant activement aux travaux du BIPM. À travers les mesures primaires réalisées, dont la cellule de Harned, étalon national pour la mesure de l'acidité, est l'élément clé, nous démontrons l'équivalence internationale de nos résultats de mesure de pH. D'autre part, nous développons nos compétences et participons à des projets pour répondre aux besoins concrets des communautés utilisant la mesure du pH.

#### Pouvez-vous nous en donner quelques exemples?

D.S.: On peut citer les projets européens BIOFUELS et OCEAN, qui portaient sur le développement de références métrologiques pour les milieux complexes. Le premier portait sur les biocarburants, axé sur les besoins des industriels, le second sur l'acidité des océans, dans le contexte du suivi des changements liés à l'environnement. Au niveau national, nous avons aussi participé au projet ANR SAPHIRE portant sur la validation d'un capteur innovant de pH.

#### Comment se situe LNE au niveau européen sur les mesures de pH ?

D.S.: Il est incontournable! Ainsi le LNE pilote la thématique «Observation de l'océan» au sein du Réseau Européen de Métrologie (EMN) mis en place par EURAMET pour appliquer la métrologie au domaine de l'observation du climat et des océans. La participation à ce réseau s'inscrit dans la thématique de recherche «surveillance du climat» qui a été identifiée comme axe stratégique pour le LNE.

LNE I RAPPORT RECHERCHE 2021 LNE I RAPPORT RECHERCHE 2021 LNE I RAPPORT RECHERCHE 2021

#### LA MÉTROLOGIE AU SERVICE DES OCÉANOGRAPHES

En parallèle, les chercheurs du LNE apportent leur expertise et savoir-faire pour assurer la qualité des résultats de mesure du pH dit total, ou pH<sub>T</sub>. Ce paramètre est déterminé à partir de la concentration totale en protons (libres ou associés à d'autres ions) et est utilisé par les océanographes pour suivre l'évolution de l'acidité des océans. Déterminé par spectrophotométrie, et non par des mesures potentiométriques comme l'est le pH usuel, la mesure du pH<sub>T</sub> est en effet considérée par les océanographes comme assortie de plus faibles incertitudes.

En 2021, pour le compte du Service d'Observation en Milieu Littoral (SOMLIT), le LNE a produit des solutions tampons (TRIS-TRIS.HCl) de référence préparées dans une eau de mer artificielle et caractérisées en fonction de la température avec le banc primaire du laboratoire. Elles ont été utilisées dans le cadre d'une comparaison entre 14 laboratoires du réseau SOMLIT. Cette collaboration s'inscrivait dans un programme général du LNE pour répondre aux besoins des océanographes de disposer de données comparables dans le temps et dans l'espace (différents lieux géographiques), et de plus, indépendantes de la technologique de mesure. C'est également le sens d'une thèse de doctorat, démarrée en 2021 en co-tutelle avec le laboratoire de Chimie des Environnements Marins de l'Institut Méditerranéen d'Océanologie à Marseille. Comme le précise la métrologue, «il s'agira d'une part de transférer vers les océanographes, les concepts métrologiques nécessaires pour leur permettre de suivre l'évolution de l'acidité des océans que ce soit par le pH<sub>T</sub> ou l'alcalinité totale mais aussi, d'autre part, de nous enrichir de leurs pratiques expérimentales.»

#### HARMONISER LES PROCÉDURES DE MESURE DE pH<sub>T</sub>

Enfin, 2021 a vu le commencement du projet européen SapHTies, coordonné par le LNE. Objectif : améliorer la norme ISO sur la mesure spectrophotométrique du pH<sub>⊤</sub> des eaux marines en y introduisant les référentiels métrologiques qui lui font défaut actuellement. Dans un premier temps, il s'agira de recueillir des informations auprès de la communauté des océanographes sur leurs pratiques à partir d'un questionnaire élaboré en partenariat avec l'IFREMER. Ces informations seront ensuite utilisées pour identifier les pistes d'harmonisation des pratiques de mesure et y répondre concrètement. Parmi les différents points qui seront abordés dans le cadre du projet, il y a notamment l'extension de l'applicabilité de la méthode spectrophotométrique aux conditions environnementales représentatives des eaux de transition et des eaux marines (salinités et températures) et la proposition d'outils essentiels à la validation de la méthode spectrophotométrique tels que les solutions tampons de référence.

#### CHIFFRE CLÉ

7 articles scientifiques co-écrits par le LNE ont été publiés en 2021 sur l'ensemble des sujets concernant les mesures d'acidité dans les milieux complexes. Signe qu'en matière de mesure de l'acidité, le LNE est sur tous les fronts.



« OBJECTIF : AMÉLIORER LA NORME ISO SUR LA MESURE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU pH<sub>T</sub> DES EAUX MARINES EN Y INTRODUISANT LES RÉFÉRENTIELS MÉTROLOGIQUES QUI LUI FONT DÉFAUT. »

#### ÉTALONNAGE EN PRESSION DYNAMIQUE : LES HAUTES FRÉQUENCES EN LIGNE DE MIRE

utomobile, aéronautique, énergie... de plus en plus d'industries ont besoin de réaliser des étalonnages dynamiques de leurs capteurs de pression et de température. Dans le cadre du projet européen DynPT, finalisé en 2021, le laboratoire de métrologie dynamique LNE-ENSAM a ainsi contribué à mettre en place de nouveaux services d'étalonnage dans les gammes de pression et les régimes dynamiques d'intérêt pour les industriels.

Afin d'étalonner des capteurs de référence, les métrologues français ont ainsi mis en œuvre deux méthodes. La première, dite de l'étalon collectif, consiste à réaliser un étalonnage de proche en proche, en explorant des fréquences de plus en plus élevées à l'aide de différents dispositifs, en particulier des tubes à chocs. «Pour des pressions autour de 5 bar, nous sommes parvenus à étendre jusqu'à 30 kHz la gamme de fréquences considérée contre 10 kHz auparavant, et ce avec une incertitude élargie de l'ordre de 6 %», détaille Christophe Sarraf, au I NE-FNSAM

La seconde méthode, dite chronométrique, est fondée sur des mesures réalisées en régime statique à partir desquelles, grâce à un modèle tiré des relations de Rankine-Hugoniot, il est possible de dériver les grandeurs dynamiques correspondantes. Encore sujette à de plus grandes incertitudes, elle a néanmoins permis de réaliser des étalonnages jusqu'à 50 bar, et devrait, à terme, permettre d'atteindre 100 kHz jusqu'à la pression de 100 bar.

En plus de ces deux méthodes primaires, le laboratoire de métrologie français a également développé deux autres méthodes originales permettant d'étalonner des capteurs de transfert. De quoi mettre définitivement l'étalonnage en pression



dynamique à disposition des utilisateurs finaux de ces mesures. De plus, l'amélioration des performances des moteurs grâce à la maîtrise des mesures de pression dynamique ne pourra qu'avoir un impact significatif sur l'environnement.

#### UNE MÉTHODOLOGIE STATISTIQUE AU SERVICE DE LA FIABILITÉ DES MESURES RADIOLOGIQUES

our déterminer la taille de nano-objets, les métrologues se fondent sur l'analyse de clichés obtenus par microscopie électronique à balayage (MEB). Désormais, les spécialistes du LNE sont en mesure de réaliser cette opération de manière automatisée grâce à NanoMetrologIA, une plateforme web déployée l'année passée au laboratoire.

Cette infrastructure est le fruit des développements menés par les spécialistes du département Science des données et incertitudes qui ont développé des algorithmes à base de réseaux de neurones et d'apprentissage profond capables d'une part d'identifier de façon automatique l'ensemble des particules sur un cliché, que celles-ci soient isolées ou agrégées, et d'autre part de reconstruire le contour de chacune à partir d'une information souvent tronquée. Dans un premier temps, les spécialistes ont développé leurs outils pour l'identification de nanoparticules de dioxyde de titane, présentes dans de nombreuses applications. La prochaine étape consistera à les adapter à une grande diversité d'échantillons et de particules.

Par ailleurs, sur le plan théorique, des travaux sont en cours afin

de quantifier l'incertitude associée à ces mesures. En attendant, avec NanoMetrologIA, une plateforme unique au monde, le LNE est plus que jamais en position de précurseur sur la métrologie des nanoparticules actuellement en plein

«C'EST TOUT SIMPLEMENT LA PREMIÈRE FOIS QU'UNE TELLE MÉTHODOLOGIE EST MISE EN ŒUVRE DANS LE MONDE DANS LE DOMAINE DES MESURES DE RADIOACTIVITÉ.»

SÉVERINE DEMEYER, INGÉNIEUR DE RECHERCHE, LNE

LNE | RAPPORT RECHERCHE 2021 LNE | RAPPORT RECHERCHE 2021

#### QUALITÉ DE L'EAU : DE LA MESURE EN CONTINU À LA PRÉCISION MÉTROLOGIQUE

'évaluation de la qualité de l'eau (du robinet, de rivière ou issue de stations de traitement) passe par la mesure de nombreux paramètres physico-chimiques, dont la quantité de micropolluants. Traditionnellement, ces paramètres sont évalués ponctuellement par des méthodes nécessitant le transport des échantillons pour une analyse en laboratoire. À l'inverse, de nombreux capteurs, sondes in situ, analyseurs en ligne ou appareils portables permettent désormais une mesure en continu de nombreux paramètres (température, pH, teneur en oxygène dissous, conductivité, turbidité, concentration en chlore, nitrate, chlorophylle ou en métaux...). Mais faute d'infrastructure métrologique spécialisée, le déploiement de ces instruments de mesure est lent. Pour l'accélérer, le LNE a développé un banc spécifique pour évaluer et étalonner l'ensemble de ces capteurs innovants. Précisément, ce développement au sein du Réseau national de la métrologie française fait suite à la mise en place en 2018 d'une

'évaluation de la qualité de l'eau (du robinet, de rivière ou issue de stations de traitement) passe par la mesure de nombreux paramètres physico-chimiques, dont la quantité utilisateurs (Agence de l'eau, industriels...).

Ainsi, comme l'explique Nathalie Guigues, responsable du projet, «notre banc permet de balayer tout le champ des applications et s'adapte à tous les types de capteurs. Leurs performances sont évaluées par comparaison de mesures effectuées avec ces capteurs sur un fluide en recirculation avec des mesures effectuées sur des échantillons de ce fluide par des méthodes primaires ou de référence adaptées à chaque paramètre physicochimique étudié.»

Partant d'une situation où aucune donnée métrologique n'était disponible, les chimistes du LNE offrent désormais la possibilité de mesurer en continu la qualité de l'eau avec des incertitudes généralement inférieures à 15 %. Plusieurs fabricants, de même que Veolia, en bénéficient déjà.



### fête de la Science

#### FÊTE DE LA SCIENCE 2021 : LA MÉTROLOGIE AU CŒUR DE L'ACTION SUR LES QUESTIONS ENVIRONNEMENTALES

l'occasion de l'édition 2021 de la Fête de la science, le LNE a proposé, à travers un événement 100 % numérique, d'en savoir plus sur le rôle qu'occupe la mesure et la métrologie dans les problématiques environnementales. Qu'il s'agisse de qualité de l'air, de la qualité de l'eau ou de l'acidification des océans, découvrez, grâce à une série de vidéos et de visites virtuelles des laboratoires du LNE, quelques-unes des thématiques phares du LNE.

Afin de mieux appréhender les effets de l'activité humaine sur l'environnement, pollution ou disparition d'espèces végétales ou animales, il est nécessaire de disposer d'instruments de mesure «tout-terrain» mais délivrant des résultats fiables et comparables entre tous les lieux et tous les instants de mesure pour garantir une bonne exploitation des données sur parfois de longues périodes. Cela nécessite des compétences, des outils et une démarche métrologique des plus robustes. C'est notamment ce sur quoi travaillent les chercheurs et ingénieurs du LNE.

Grâce à une visite virtuelle, le LNE propose à chacun de découvrir quelques aspects du monde de la métrologie, sélectionnés dans le secteur de l'environnement, à travers une série de vidéos pédagogiques ainsi que des visites exclusives de ses laboratoires.

RDV sur www.lne.fr/comprendre/visites-virtuelles-laboratoires







SCANNEZ LE QR CODE POUR ACCÉDER À LA VISITE VIRTUELLE



E | RAPPORT RECHERCHE 2021

### RENOUVELLEMENT DE L'UMT ACTIA SAFEMAT : RECYCLAGE ET RÉUTILISATION DES MATÉRIAUX AU CONTACT ALIMENTAIRE

CRÉÉE EN 2017, L'UNITÉ MIXTE TECHNOLOGIQUE ACTIA SAFEMAT VIENT D'ÊTRE RECONDUITE POUR 5 ANNÉES. ELLE PERMET AU LNE ET À L'UMR SAYFOOD DE RÉPONDRE AUX PROBLÉMATIQUES INDUSTRIELLES LIÉES À LA SÉCURITÉ SANITAIRE DES MATÉRIAUX ET EMBALLAGES AU CONTACT ALIMENTAIRE.

atériaux biosourcés, multicouches ou nanostructurés...
que ce soit pour répondre à des enjeux de conservation
ou environnementaux, l'industrie de l'emballage alimentaire est assurément technique. Ce faisant, elle est confrontée
aux problémes d'évaluation de l'aptitude au contact avec les aliments de ces matériaux en terme de sécurité sanitaire des aliments. Pour répondre à ces besoins, le LNE et l'unité mixte de
recherche SayFood (entre AgroParisTech et INRAe) ont fédéré
leurs forces en créant en 2017 l'unité mixte technologique ACTIA
SafeMat. Dans un contexte réglementaire en évolution qui verra
à terme la disparition des emballages en plastique à usage
unique à l'horizon 2040 et le développement de logiques de recyclage, de réutilisation et de réemploi, l'UMT ACTIA SafeMat vient
d'être reconduite pour une durée de 5 ans et multiplie ses projets de recherche.

Comme l'explique Jean-Mario Julien, au LNE, «en créant cette UMT, nous souhaitions consolider les liens unissant déjà les deux entités en mettant nos forces en commun, en particulier les compétences en modélisation de l'UMR SayFood d'un côté, et le savoir-faire analytique du LNE de l'autre. Ce faisant nous avons atteint une masse critique nous permettant de nous positionner sur des projets d'envergure.»

Concrètement, SafeMat s'est fait une spécialité de l'étude des mécanismes physicochimiques qui contrôlent la contamination, du développement de méthodologies physico-chimiques permettant de valider des approches prédictives sur des applications réelles, et de la dissémination d'outils et de données en direction des filières et des autorités compétentes.

Dès son lancement, l'UMT ACTIA SafeMat a ainsi par exemple été impliquée dans le programme européen MyPack dans le cadre duquel elle a proposé des solutions analytiques pour caractériser les matériaux et a accompagné les partenaires du consortium sur l'évaluation de l'aptitude de matériaux au contact des denrées alimentaires. Les matériaux étudiés étaient issus de ressources renouvelables et produits par des industriels partenaires suivant sept technologies innovantes et durables . «Il s'agissait d'aider les industriels à moduler les propriétés fonctionnelles de leurs matériaux développés et à se mettre en conformité avec les exigences réglementaires applicables aux matériaux au contact des aliments», précise Jean-Mario Julien, au LNE.



Trois questions à...

**JEAN-MARIO JULIEN,** INGÉNIEUR R&D AU DÉPARTEMENT PROPRIÉTÉS THERMOPHYSIQUES DES MATÉRIAUX

#### Comment voyez-vous le passage de SafeMat à SafeMat 2 ?

J.-M.J: C'est une continuité, comme la création de SafeMat, il y a 6 ans, était un prolongement naturel de contacts déjà noués entre le LNE et les équipes de l'INRAe et d'AgroParistech de Massy. Cela dit, grâce à SafeMat, nous avons appris à réellement travailler ensemble et constituons désormais un laboratoire, certes sans mur, mais soudé. C'est désormais très naturel pour nous de proposer une réponse commune sur un projet.

#### De quelle manière la création de SafeMat a-t-elle agi sur votre image telle que perçue par vos partenaires industriels et institutionnels ?

J.-M.J: En fédérant l'ensemble des compétences du LNE et de l'UMR SayFood, nous avons acquis la possibilité de nous positionner sur l'ensemble des problématiques ayant trait aux matériaux au contact. Ainsi, l'UMT est maintenant reconnue par l'industrie, la Commission européenne et la FDA pour ses compétences sur les outils de prédiction de la migration et de la gestion des risques en la matière.

#### Quelle est la philosophie de SafeMat pour les cinq prochaines années ?

J.-M.J: Lors du renouvellement de notre agrément par l'ACTIA, nos objectifs ont été définis dans le contexte réglementaire européen relatif à la réduction de l'incidence de certains produits en plastique dans l'environnement, ainsi que le contexte français sur la lutte contre le gaspillage et le développement de l'économie circulaire. C'est dans ce cadre que s'inséreront les projets auxquels nous participerons.



LNE | RAPPORT RECHERCHE 2021



Depuis 2020, l'UMT coordonne un projet de recherche partenariale «ABA Modeling» impliquant CITEO et deux autres centres techniques (IPC et CTCPA) qui vise à évaluer le risque de contamination des aliments par des barquettes tricouches de type ABA dont la couche B est un polyéthylène téréphtalate recyclé (PPET)

La même année, l'Unité a également finalisé le projet Cosmeto-Pack dans le but de mettre au point un protocole de gestion des risques chimiques liés aux interactions entre les produits cosmétiques et leur emballage.

Par ailleurs, l'UMT a coordonné pour sa partie scientifique le projet européen Erasmus + Fitness. Celui-ci visait à la création d'une plateforme web de formation et d'information sur les emballages et le conditionnement des aliments, à destination des étudiants comme des personnels des entreprises concernées. Fort du succès de cette initiative, Erasmus+ vient d'accepter une seconde version de Fitness. «Dans le cadre du renouvellement de l'UMT, nous insisterons notamment sur la dissémination d'informations en direction des pouvoirs publics», détaille Phuong-Mai Nguyen.

#### VERS LES PROBLÉMATIQUES DE RECYCLAGE ET DE RÉEMPLOI

Plus généralement l'UMT ACTIA SafeMat, version 2, dans le cadre de la stratégie nationale sur l'économie circulaire, ambitionne de se positionner résolument sur les probléma-

tiques de recyclage et de réemploi. «Nous développerons nos travaux selon trois axes, précise Jean-Mario Julien : compatibilité alimentaire des recyclats, vieillissement des matériaux recyclés, et ingénierie du couple emballage/produit.»

Sur l'ensemble de ces problématiques, SafeMat est impliqué dans trois projets ANR depuis l'année dernière. Dans le cadre du projet PolySafe, les chercheurs évaluent les effets biologiques de matériaux de substitution au plastique. En particulier, les chimistes du LNE ont pour tâche de préparer des extraits biocompatibles à partir d'échantillons utilisés en restauration collective, et d'identifier les molécules présentes. Susceptibles de migrer, leur impact sur le métabolisme humain sera ensuite évalué par des équipes de toxicologue et biologiste. Par ailleurs, avec le projet FoodSafeBioPack, les scientifiques de SafeMat proposent des modèles prédictifs multi-échelles de transfert de substances issues d'emballages papier/carton imprimés vers les aliments. Objectif : développer un outil d'évaluation du risque utilisable par les Centres techniques et les autorités. Enfin, avec le projet PackSafe, les chercheurs du LNE vont développer de nouvelles approches, en complément de techniques analytiques et physico-chimiques, pour étudier la toxicité potentielle de substances contenues dans un emballage, dans le cas où une identification et une quantification individuelle de chacune d'elles n'est pas possible, avec des applications utilisées pour l'évaluation des matériaux recyclés. Une chose est sûre, avec l'UMT SafeMat, le LNE et ses partenaires sont désormais incontournables dans l'univers des matériaux au contact avec les

#### **CHIFFRES CLÉS**

Depuis sa création, l'UMT SafeMat est impliquée dans 3 projets ANR, 2 projets européens, Erasmus+ et H2020. L'unité a accueilli 5 doctorants et 3 post-doctorants. Ses travaux ont conduit à la publication de 15 articles scientifiques et diffusion de contenus en Open Source dans le cadre du projet européen Fitness.

«GRÂCE À SAFEMAT, NOUS AVONS APPRIS À RÉELLEMENT TRAVAILLER ENSEMBLE. »

JEAN-MARIO JULIEN, INGÉNIEUR R&D, LNE

#### LA DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DES SPECTRES DES FAISCEAUX X DE BASSE ET MOYENNE ÉNERGIE DU LNE-LNHB ACHEVÉE

Les 96 faisceaux de rayons X primaires du LNE-LNHB, d'énergie comprise entre 10 keV et 300 keV, sont répartis sur quatre bancs distincts et sont utilisés pour des étalonnages dans les domaines de l'imagerie médicale, de la radiothérapie ou de la radioprotection. Depuis une dizaine d'années, le laboratoire a mené différents projets afin de les caractériser finement. Le dernier vient de s'achever.

Au début des années 2010, les métrologues ont commencé par réaliser deux bancs adaptés aux détecteurs à semi-conducteurs utilisés pour la mesure des émissions en énergie de ces faisceaux X.

Jusqu'alors, les spectres énergétiques très spécifiques produits par des générateurs de rayons X n'étaient connus que par calcul déterministe et/ou par simulation Monte Carlo. À la suite, les chercheurs ont développé des algorithmes de correction des spectres mesurés prenant en compte les biais associés aux mesures dont les perturbations induites par le rayonnement sur les détecteurs eux-mêmes, et ils ont simultanément commencé la caractérisation des faisceaux. Celle-ci s'est achevée entre 2019 et 2021, ce qui a permis aux scientifiques du LNE-LNHB de déterminer, entre autres, les coefficients de conversion qui permettent de relier les mesures réalisées au laboratoire et

sur site, et ainsi d'étalonner les détecteurs des utilisateurs du secteur de la radioprotection. L'impact de ces projets est grand pour ce secteur d'activité puisque les incertitudes de mesure ont été divisées par 4 en moyenne affinant grandement la connaissance de l'énergie des faisceaux de rayons X les plus faibles (inférieurs à 60 keV).

En parallèle, les spécialistes ont utilisé leur méthode améliorée de caractérisation des faisceaux de rayons X pour l'appliquer à des générateurs mis en œuvre pour d'autres applications, chacun des faisceaux ayant ses spécificités. «Dans le cadre du projet européen VERIDIC, achevé en 2020, nous avons en particulier travaillé sur les faisceaux X utilisés en radiologie interventionnelle pour la cardiologie», détaille Johann Plagnard, responsable de l'ensemble des projets. De quoi offrir des possibilités d'étalonnage au meilleur niveau de mesure dans l'ensemble des demaines concernée.



### LA PAROLE À... GIOVANNI BRAMBILLA,

DIRECTEUR RECHERCHE & DÉVELOPPEMENT DE LA SOCIÉTÉ FORMULACTION.

DANS LE CADRE D'UN CONTRAT DE RECHERCHE PARTENARIALE NANOAGGLO INITIÉ EN 2020 ET POURSUIVI JUSQU'À L'ANNÉE DERNIÈRE, LE LNE ET L'ENTREPRISE FORMULACTION ONT UNI LEURS COMPÉTENCES POUR TRAVAILLER À LA CARACTÉRISATION DIMENSIONNELLE DE NANOPARTICULES DE DIOXYDE DE TITANE (Ti02) DISPERSÉES DANS UN MILIEU BIOLOGIQUE DE RÉFÉRENCE. PRÉCISÉMENT, IL S'AGISSAIT D'EXPLORER LE POTENTIEL DE LA TECHNIQUE SMLS (STATIC MULTIPLE LIGHT SCATTERING) EXPLOITÉE PAR L'INSTRUMENT TURBISCAN LAB® DE FORMULACTION, EN LA COMPARANT AVEC D'AUTRES TECHNIQUES DE MESURE DISPONIBLES AU LNE, POUR LA DÉTERMINATION DE CERTAINS PARAMÈTRES DÉFINIS PAR LA NORME TR 13014 SUR LA CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES NANO-OBJETS MANUFACTURÉS SOUMIS À DES ESSAIS TOXICOLOGIQUES.



#### Comment s'est nouée votre collaboration avec le LNE sur le projet NanoAgglo ?

Giovanni Brambilla: Notre entreprise est leader au niveau mondial pour la caractérisation de formulations opaques telles des émulsions, des suspensions ou des mousses via une technique fondée sur la diffusion multiple de la lumière. Mise en oeuvre dans un instrument appelé Turbiscan, elle permet notamment d'identifier de manière précoce et quantitative des mécanismes de déstabilisation (agrégation, sédimentation, crémage...).

Depuis l'essor des nano-formulations, nous nous intéressons à la caractérisation de solutions de référence composées d'une dispersion de nanoparticules de dioxyde de titane (TiO2) dans un milieu biologique, utilisées pour des analyses toxicologiques dans le cadre de l'évaluation sanitaire des nanoparticules.

Ces solutions posent d'une part la question de leur préparation : si la dispersion des nanoparticules n'y est pas correctement réalisée, les analyses toxicologiques qui s'en suivent sont entachées d'importants biais. D'autre part, il est nécessaire de pouvoir les caractériser de manière fiable et sans dénaturation.

#### « NOUS SOMMES RAVIS DE CETTE COLLABORATION AVEC LE LNE QUI SE POURSUIVRA SANS DOUTE SOUS D'AUTRES FORMES »

Sur ces problématiques, nous avons des discussions avec le LNE depuis 2015. Dans le cadre de travaux antérieurs, notamment en collaboration avec l'ANSES, nous avions proposé un protocole pour la préparation de ces solutions de référence. À la suite, nous avons imaginé avec le LNE ce projet visant à les caractériser du point de vue de leur stabilité et des propriétés dimensionnelles des nanoparticules qu'elles contiennent.

#### Comment le projet s'est-il concrètement déroulé?

**G.B. :** Dans le cadre du projet NanoAgglo, nous avons mis au point plusieurs solutions à partir de trois références de poudre de nanoparticules dispersées dans de l'eau et trois milieux de culture cellulaire, et ce à plusieurs concentrations.

Ces solutions ont ensuite été caractérisées au LNE selon plusieurs méthodes : par microscopie électronique à balayage qui est la méthode de référence pour les mesures dimensionnelles de nanoparticules ; par diffusion dynamique de la lumière qui donne également des informations dimensionnelles ; par zêtamétrie qui renseigne sur l'état de charge des nanoparticules et donc sur leurs interactions potentielles ; et finalement avec notre Turbiscan, par SMLS qui, contrairement aux autres techniques, permet une analyse directement sur la solution.

#### Quel bilan tirez-vous de ce projet?

**G.B.:** Les mesures combinées que nous avons réalisées vont faire l'objet d'une publication scientifique et permettre la rédaction d'un guide de bonnes pratiques pour la réalisation d'analyse toxicologique sur des solutions de nanoparticules. Plus globalement nous sommes ravis de cette collaboration avec le LNE qui se poursuivra sans doute sous d'autres formes.



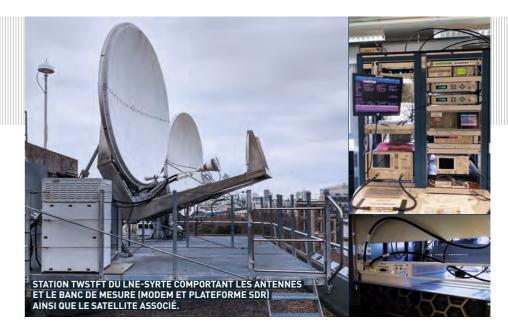
# MÉTROLOGIE FONDAMENTALE

CONCEVOIR ET AMÉLIORER LES ÉTALONS NATIONAUX DE MESURE, DISSÉMINER LES RÉFÉRENCES VERS LES UTILISATEURS AVEC LES MEILLEURES INCERTITUDES, LES INNOVATIONS ET PROGRÈS EN MÉTROLOGIE FONDAMENTALE SOUTIENNENT LES DÉVELOPPEMENTS DE L'ENSEMBLE DES ACTIVITÉS HUMAINES.



### LA COMPARAISON D'HORLOGES

### À L'HEURE NUMÉRIQUE



'établissement du TAI (Temps atomique international) et de UTC (Temps universel coordonné) est fondé sur des comparaisons entre horloges atomiques distantes via des liaisons satellitaires. Dans le cadre d'un projet de la Métrologie française finalisé l'année dernière, les métrologues du LNE-SYRTE ont équipé la station TWSTFT du laboratoire (transfert bidirectionnel de données par satellite) d'une plateforme radio-logicielle (SDR). Celle-ci ouvre la voie à une numérisation des liaisons entre horloges, gage d'une réduction de l'incertitude de comparaison.

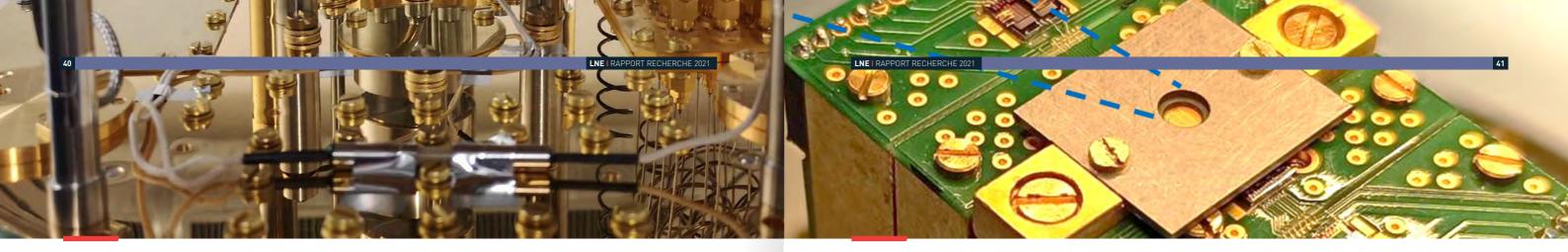
Jusqu'alors, les signaux reçus par la station étaient entièrement traités analogiquement. À l'inverse, ils sont désormais échantillonnés au cours de leur démodulation, avant traitement à très haute vitesse par un réseau de portes logiques programmables (FPGA).

À la clé, la possibilité de comparer les signaux d'horloges de vingt stations simultanément, contre seulement deux auparavant. En outre, ce processus de numérisation s'accompagne d'une réduction du bruit expérimental permettant de réduire

l'instabilité du lien satellitaire à mieux que 10<sup>-16</sup> en moins de 10 jours.

Comme l'explique Joseph Achkar, responsable du projet, «nous avons également développé un récepteur SDR "voyageur" grâce auquel nous avons réduit l'incertitude d'étalonnage du lien satellitaire entre le LNE-SYRTE et l'institut national de métrologie allemand (PTB) à la valeur record de 0,5 ns, contre 1 ns auparavant.». Ce lien TWSDR, utilisé pour la première fois par le BIPM pour le calcul de UTC, préfigure l'évolution du réseau satellitaire permettant d'atteindre une précision compatible avec la future définition de la seconde.

JOSEPH ACHKAR a été récemment nommé président du Groupe de travail «Émissions de fréquence étalon et de signaux horaires» de l'UIT (Union internationale des télécommunications) et président du Comité technique Temps-Fréquence d'EURAMET.



# **T4K,** LA TRAÇABILITÉ DES MESURES DE TEMPÉRATURE ASSURÉE JUSQU'À 10 mK



a traçabilité des mesures de température entre 10 mK et 4 K, est un enjeu pour le développement des technologies quantiques et la caractérisation de détecteurs utilisés en astrophysique. Afin de réaliser les étalons français de thermométrie et de permettre l'étalonnage, au meilleur niveau d'incertitude, de thermomètres dans cette gamme de température, le LNE-LCM/Cnam, grâce à l'investissement financé à 65 % par la Région Ile-de-France (SESAME IdF, projet EX039201), a déployé l'année passée la plateforme instrumentale nommée T4K.

«Fondée sur un réfrigérateur à dilution de nouvelle génération, cette nouvelle infrastructure permettra d'atteindre 10 mK contre 50 mK actuellement», détaille Fernando Sparasci, spécialiste des mesures de température au LNE-LCM. «En outre sa grande stabilité en température nous place désormais parmi les rares laboratoires capables de garantir des mesures traçables à mieux que 0,5 mK, pour les températures inférieures à 4 K, spécifiques de l'environnement quantique.» Précisément, dans un premier temps, T4K offrira la possibilité

de réaliser avec une précision accrue l'échelle de température

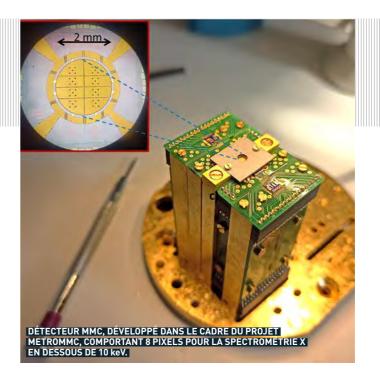
EPBT-2000 qui définit les références métrologiques de température entre 0,9 mK et 1 K, en relation avec la courbe de fusion de l'hélium-3. À terme, la plateforme intègrera les thermomètres à second son permettant de mettre en pratique à très basse température la nouvelle définition du kelvin adoptée en 2019 et fondée sur la constante de Boltzmann.

Actuellement en phase de tests, la plateforme T4K sera opérationnelle dès le second semestre de cette année. Elle fera du LNE-LCM un partenaire incontournable pour l'ensemble des recherches de pointe où la traçabilité des mesures de température est un enjeu crucial, notamment aux températures cryogéniques où les phénomènes quantiques sont accessibles.

Équipement financé à 65 % par la Région Ile-de-France (SESAME IdF, projet EX039201).



## RADIONUCLÉIDES: LEUR DÉSINTÉGRATION PASSÉE AU PEIGNE FIN

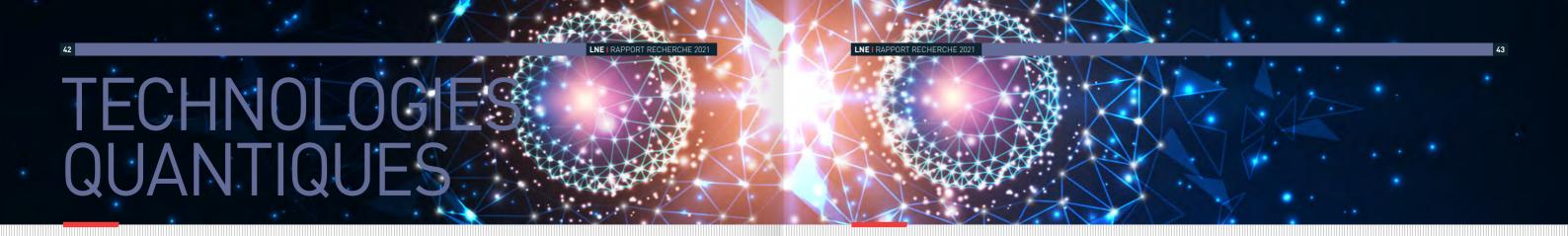


a connaissance précise des données de désintégration des radionucléides est cruciale aussi bien en médecine nucléaire que dans le domaine de la radioprotection. Afin de l'améliorer, le LNE-LNHB a participé au projet européen MetroMMC sur le développement et l'exploitation de calorimètres métalliques magnétiques (MMC). Il s'est achevé en 2021. Lors d'une désintégration radioactive, un MMC détecte l'énergie d'une particule via l'élévation de température qu'elle engendre lors de son interaction dans l'absorbeur. Ces détecteurs sont ainsi sensibles à tout type de rayonnement ionisant. Les MMC ont une bonne résolution en énergie et leur seuil de déclenchement est bas.

Ainsi, ces calorimètres permettent de mesurer la totalité de l'énergie associée à une désintégration radioactive, information à partir de laquelle on détermine d'autres données associées. Pour certains radionucléides, les rapports de

branchement, c'est-à-dire la probabilité que cette désintégration emprunte telle ou telle voie, peuvent être établies. Or ces informations sont cruciales pour exploiter les résultats de mesure obtenus par d'autres moyens en dehors des laboratoires de métrologie.

Dans le cadre de MetroMMC et d'autres projets menés en parallèle, les chercheurs français ont étudié la désintégration d'une dizaine de radionucléides. Comme le précise Matias Rodrigues, chercheur au LNE-LNHB, «jusqu'à présent, la plupart des rapports de branchement ainsi que d'autres données associées n'étaient déterminés que par calcul. Nos mesures permettent d'une part de les confirmer ou de les affiner, d'autre part de valider des modèles théoriques utilisés pour déterminer les paramètres des radionucléides qui ne peuvent être mesurés.» De quoi raffiner la totalité de la chaîne métrologique relative à la mesure des désintégrations radioactives.



### **LE LNE,** UN ACTEUR-CLÉ DANS LE DÉPLOIEMENT DE LA STRATÉGIE NATIONALE QUANTIQUE

e 21 janvier 2021, le Président de la République Emmanuel Macron a présenté la Stratégie nationale sur les technologies quantiques (SNQ), dont l'objectif est de mettre sur pied l'écosystème capable de propulser la France dans le peloton de tête des nations qui maitrisent ces technologies. Un plan dont le LNE est appelé à être un acteur clé.

Il faut dire que le laboratoire de métrologie est déjà bien présent au sein de réseaux qui visent à fédérer les efforts de recherche et de développement sur les technologies quantiques. Ainsi, le LNE est membre du Centre en sciences et technologies quantiques de l'Université Paris-Saclay (QUANTUM) et, avec d'autres laboratoires du RNMF, il participe aux Réseaux franciliens pour les technologies quantiques (SIRTEQ et QuanTIP qui lui fait suite), de même que. Sur ces thématiques, le LNE a du reste noué depuis de nombreuses années des collaborations en particulier avec les équipes du CEA et du CNRS, notamment le Centre de nanosciences et de nanotechnologies (C2N).

Dans le cadre de cette SNQ, le LNE aura notamment pour tâche le déploiement d'une plateforme de métrologie quantique au sein du RNMF. Comme l'explique Félicien Schopfer, au LNE, «il s'agit de tirer parti des progrès apportés par les technologies quantiques pour la nouvelle génération d'étalons quantiques, et réciproquement d'apporter des réponses aux besoins de mesure pour le développement de ces technologies.» Dans ce but, le LNE s'est de plus vu confier la coordination du Programme de développement de référentiels de mesure, de standards et de l'évaluation des technologies quantiques, un volet crucial de la SNQ pour les industriels.



### **LE LNE** SUR TOUS LES FRONTS EUROPÉENS DES TECHNOLOGIES QUANTIQUES





'essor des technologies quantiques à l'échelle européenne repose en partie sur la capacité de la communauté des métrologues à analyser les besoins et mettre en place des stratégies coordonnées entre les différents acteurs concernés à l'échelle du continent. C'est dans ce but qu'EURAMET a créé en 2019 le Réseau Européen de Métrologie, EMN – European Metrology Network, pour les activités dans le domaine des technologies quantiques, l'EMN-Q. Ainsi, l'année passée, l'EMN-Q a élaboré la première version de son Plan de recherche stratégique.

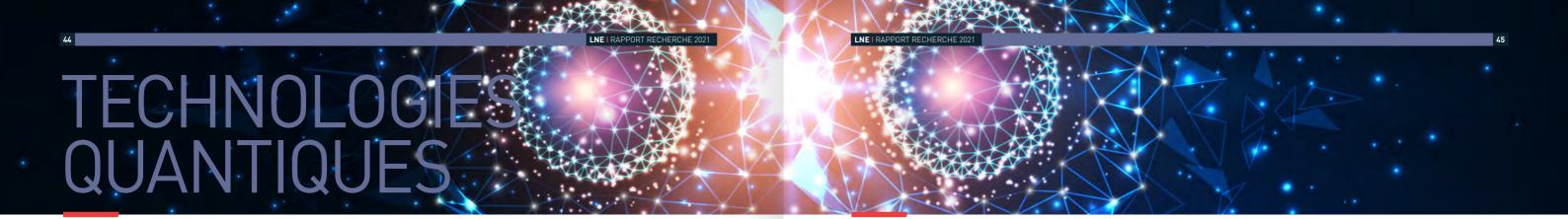
«Les technologies quantiques ont besoin de métrologie, et la métrologie est impliquée de longue date dans leur développement, explique Sébastien Bize du LNE-SYRTE et vice-président pour la thématique Quantum clocks & Atomic sensors de l'EMN-Q, qui ajoute : l'univers de la métrologie joue également le rôle d'interface avec les problématiques de normalisation». D'où la place centrale du RNMF au sein de l'EMN-Q avec deux de ses membres siégeant au comité de pilotage, notamment du fait du travail pionnier du LNE-SYRTE, depuis de nombreuses années, dans le domaine temps-fréquence et sur les capteurs inertiels et gravimétriques. Mais aussi grâce aux nombreux dévelop-

pements réalisés au LNE sur les étalons quantiques en métrologie électrique ou au LNE-LCM/Cnam pour la caractérisation de capteurs de photons uniques.

Par ailleurs, le LNE a rejoint en 2021 le Focus Group on Quantum Technology (FGQT) mis en place par le comité de normalisation CEN-CENELEC, afin d'aider à identifier les besoins en normalisation spécifiquement sur les technologies quantiques, et in fine soutenir leur le déploiement industriel de ces nouvelles techniques.

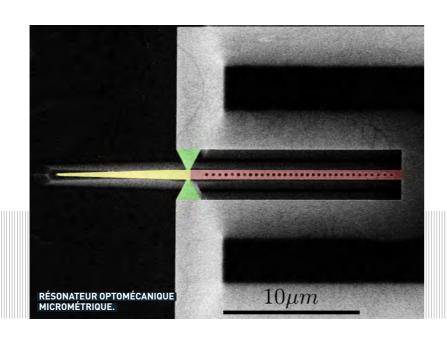
Enfin, le laboratoire français est membre associé depuis juin dernier du Consortium européen de l'industrie quantique (QuIC). Avec ses partenaires industriels, il participe ainsi activement à plusieurs groupes de travail sur la normalisation et l'élaboration de feuilles de route industrielles.

La plupart de ces travaux sont menés en lien fort avec l'initiative de recherche et d'innovation programmée en Europe à grande échelle sur les technologies quantiques, le *Quantum Flagship*. Engagé à partir de 2018 pour une durée de 10 ans, ce programme bénéficie d'un plan de financement de 1 Md€ par la Commission européenne, une initiative structurante s'il en est sur le sujet des technologies quantiques!

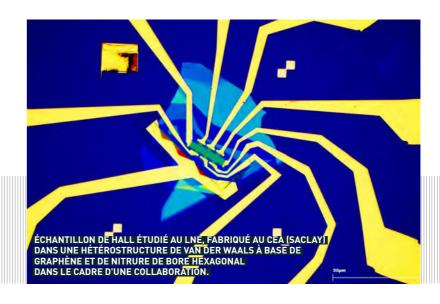


### **MESURE DE TEMPÉRATURE:**

### LA PRÉCISION QUANTIQUE À PORTÉE DE MAIN



### LE GRAPHÈNE: UN MATÉRIAU ESSENTIEL POUR LA MÉTROLOGIE ÉLECTRIQUE ET PROMETTEUR POUR LES TECHNOLOGIES QUANTIQUES



a miniaturisation croissante des composants électroniques, photoniques et optoélectroniques nécessite le
développement de sondes locales de température présentant des résolutions spatiales inférieures au micromètre.
C'était l'enjeu du projet européen PhotoQuanT, coordonné
par le LNE-LCM/Cnam, qui s'est achevé en 2021. Dans ce
cadre, les métrologues français et leurs collaborateurs ont
mis au point un capteur optomécanique de température qui,
à terme, sera un capteur quantique de mesure de température thermodynamique.

Précisément, ce capteur prend la forme d'un résonateur optomécanique micrométrique dont la température est déterminée à partir du bruit thermique (quantique) accessible par la mesure de la modulation de phase d'un laser sonde créée par les vibrations thermiques couplées à des excitations optiques du résonateur. «Dans le cadre de PhotO-

QuanT, partant de zéro, nous sommes ainsi parvenus à réaliser des mesures de température avec notre capteur, ce qui constitue 80 % de l'objectif», explique Stephan Briaudeau, chercheur et responsable du projet au LNE-LCM/Cnam.

Pour le mener à son terme, les physiciens s'attellent désormais à lier de manière irréductible les excitations optomécaniques du résonateur aux photons du laser sonde. L'intérêt : la mécanique quantique indique que la température du résonateur est alors directement fonction de la corrélation quantique créée entre les fluctuations de phase et d'amplitude du laser sonde. Ce faisant, les spécialistes français disposeront d'un thermomètre intrinsèquement thermodynamique, rejoignant leurs collègues du Laboratoire national de métrologie américain, le NIST, aujourd'hui les seuls à maîtriser les mesures de température en régime quantique à partir d'un capteur optomécanique.

e graphène constitue aujourd'hui un matériau de choix pour réaliser des étalons quantiques de résistance électrique tout comme pour explorer certaines technologies quantiques. Dans le cadre d'un projet européen du programme EMPIR achevé l'année dernière, auquel ont participé trois laboratoires de métrologie européens et deux laboratoires de recherche français (CEA et CNRS), les chercheurs du LNE ont pu étudier des échantillons de graphène de très haute mobilité électronique.

Globalement, le projet SEQUOIA visait à explorer la faisabilité de capteurs électromagnétiques ultra-rapides, de très grande sensibilité, fondés sur l'interférométrie à un électron. De leur côté, les métrologues français ont eu l'opportunité d'étudier la quantification de l'effet Hall dans deux échantillons de graphène encapsulé entre deux couches de nitrure de bore, dans le but de réaliser des étalons quantiques de résistance fonctionnant avec

un champ magnétique moins intense que celui auquel ils sont soumis actuellement.

Les mesures ont permis de comprendre l'impact sur les propriétés de dissipation et de quantification de Hall non seulement de la mobilité électronique mais également de certaines spécificités de ces échantillons (taille, présence d'une grille électrostatique en graphite à quelques dizaines de nanomètres du graphène). De plus, dans la perspective du développement de nouvelles technologies quantiques, les chercheurs se sont intéressés à la rupture de l'effet Hall quantique, phénomène dont ils ont estimé le potentiel pour la détection rapide d'électrons.

Comme l'explique Wilfrid Poirier, responsable du projet au LNE, «au-delà des résultats obtenus, ce projet, dont nous avons organisé la réunion de clôture, a été une très belle occasion d'élargir les collaborations entre les communautés de métrologie électrique et de recherche sur les technologies quantiques.»

#### **THÈSES DE DOCTORAT SOUTENUES EN 2021**

#### LNE

#### Huu-Hien Huynh,

29 janvier 2021 «Développement d'une méthode de référence candidate pour la quantification de la procalcitonine dans le sérum humain» Université Paris Sciences et Lettres (PSL) / ESPCI Paris, Chimie analytique

#### Valentin De Carsalade Du Pont,

16 avril 2021 «Fractionnement et caractérisation de nanoparticules par une méthode hydrodynamique : modélisation et application aux produits de consommation» Université Paris Sciences et Lettres (PSL) / ESPCI Paris, Physique

#### Élodie Mirmont,

29 avril 2021 «Développements de méthodes de quantification par spectrométrie de masse d'hormones stéroïdiennes et de composés apparentés dans des matrices environnementales et biologiques» Université de Paris, Chimie analytique

#### Quentin Hamdaoui,

28 juin 2021 «Développement d'un dispositif d'exposition contrôlé pour l'étude de l'impact neurotoxique de l'inhalation d'aérosols modèles de paraquat et de nano-objets de TiO2 : Applications à des conditions neurodéveloppementales et neurodégénératives» Université de Lyon / ENS Lyon, Biologie moléculaire, intégrative et cellulaire (BMIC)

#### Nicolas Mézières.

28 août 2021 «Contributions to fast and accurate antenna characterization» Université de Rennes 1, Électronique

#### Najoua Bouzakher Ghomrasni,

30 septembre 2021 «Identification et caractérisation métrologique des nanoparticules en matrices complexes» Université Paris-Saclay, Chimie

#### LNE-SYRTE

#### William Dubosclard,

12 février 2021 «Technologies habilitantes pour interféromètres compacts à atomes confinés sur puce» Sorbonne Université (Paris), Physique

#### Héctor Alvarez Martinez,

15 mars 2021 «Characterization of optical frequency comb based measurements and spectral purity transfer for optical atomic clocks» Sorbonne Université (Paris) et

Universidad Carlos III (Madrid),

#### Physique Alexandre Bouvier,

31 mai 2021

«Études sur la stabilité moyen-long terme de l'horloge double-modulation à piégeage cohérent de population» Sorbonne Université (Paris), Physique

#### LNE-LCM/Cnam

#### Pascal Gambette,

15 décembre 2021 «Vers un étalon quantique pour des mesures absolues de pression» HESAM Université / Cnam-Paris. Lasers, nanosciences et métrologie

#### LNE-LNHB

#### Lorenzo Périssé, le 20 septembre

«Modeling of reactor antineutrino Université Paris-Saclay, Physique des particules

> Siège : 1, rue Gaston Boissier - 75724 Paris Cedex 15 - Tél. : 01 40 43 37 00 lne.fr - metrologie-francaise.lne.fr - info@lne.fr









Rédaction: Mathieu Grousson / LNE - Réalisation: Moka Design / LNE - Mars 2022
Crédits photos: Philippe Stroppa: p. 1, 3, 4, 5, 9, 10, 18, 20, 21, 23, 32, 36 - LNE: p. 13, 14, 15, 16, 17, 19, 22, 28, 30, 31, 33 - LNE-SYRTE: p. 39 - LNE-ENSAM: p. 29 - LNE-LCM/Cnam: p. 40, 44 - LNE/LNHB: p. 41 - CEA: p. 45 - Adobe Stock: p. 4, 5, 8, 24, 26, 35, 38, 42, 44 - IstockPhotos: p. 34 - Chemineurs: p. 12 - Safran: p. 25 - Formulaction: p. 37 - DR

Imprimé par Handiprint, entreprise adaptée, sur du papier issu de forêts gérées durablement

