



HAL
open science

Nouvelles références en énergie X et gamma inférieures à 100 keV établies à l'aide de calorimètres magnétiques ultra haute résolution

Mostafa Lokman Zahir

► **To cite this version:**

Mostafa Lokman Zahir. Nouvelles références en énergie X et gamma inférieures à 100 keV établies à l'aide de calorimètres magnétiques ultra haute résolution. Physique Nucléaire Expérimentale [nucl-ex]. Université Paris-Saclay, 2024. Français. NNT : 2024UPASP125 . tel-04833258

HAL Id: tel-04833258

<https://theses.hal.science/tel-04833258v1>

Submitted on 12 Dec 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Nouvelles références en énergie X et gamma inférieures à 100 keV établies à l'aide de calorimètres magnétiques ultra haute résolution

A new energy scale for X- and gamma-rays below 100 keV using high-resolution metallic magnetic calorimeters

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

École doctorale n° 576, particules, hadrons, énergie et noyau : instrumentation, imagerie, cosmos et simulation (PHENIICS)

Spécialité de doctorat : Physique nucléaire

Graduate School : Physique. Référent : Faculté des sciences d'Orsay

Thèse préparée dans l'unité de recherche **CEA-LIST : Laboratoire d'Intégration des Systèmes et des Technologies, Laboratoire National Henri Becquerel (LNHB-MA) Paris-Saclay**, sous la direction de **Martin LOIDL**, Directeur de recherche, Université Paris-Saclay, CEA-LIST, LNHB-MA, Saclay, le co-encadrement de **Matias RODRIGUES**, Ingénieur de recherche, Université Paris-Saclay, CEA

Thèse soutenue à Paris-Saclay, 8 Novembre 2024, par

Mostafa Lokman ZAHIR

Composition du Jury

Membres du jury avec voix délibérative

Pierre De Marcillac

Chargé de recherche, HDR,
CNRS, IJCLab

Président

Philippe Jonnard

Directeur de recherche, CNRS
Sorbonne Université, Laboratoire de
Chimie Physique

Rapporteur & Examineur

Alessandro Monfardini

Directeur de recherche
CNRS, Institut Néel

Rapporteur & Examineur

Esther Ferrer Ribas

Directrice de recherche, CEA Saclay,
DFR/IRFU

Examinatrice

Titre : Nouvelles références en énergie X et gamma inférieures à 100 keV établies à l'aide de calorimètres magnétiques ultra haute résolution

Mots clés : métrologie des rayonnements ionisants, spectrométrie de photon, détecteurs cryogéniques

Résumé : Les raies X et gamma émises par des radionucléides peuvent être utilisées pour étalonner l'échelle en énergie des détecteurs à dispersion d'énergie. C'est le cas notamment pour les détecteurs cryogéniques qui offrent une excellente résolution, mais présentent des non-linéarités qu'il faut corriger. Afin d'étalonner ces détecteurs avec précision en dessous de 200 keV, il est nécessaire de disposer de rayons X et gamma ayant une incertitude de l'ordre de 0,1 eV. Or, les énergies des photons gamma recommandées respectant ce critère sont rares ou basées sur une seule mesure expérimentale. L'objectif principal de cette thèse est de mesurer avec une excellente résolution des photons gamma en dessous de 200 keV pour améliorer les incertitudes sur leurs énergies à environ 0,1eV.

Pour répondre à cet objectif, un nouveau détecteur cryogénique a été conçu. C'est un calorimètre métallique magnétique (Metallic Magnetic Calorimeter, MMC) doté de huit absorbeurs en or de 50 μm d'épaisseur sur une surface totale de 8,4 mm^2 . Un montage a été réalisé pour accueillir quatre puces MMC, deux puces SQUID assurant la lecture des MMC et les circuits imprimés pour les connecter aux câbles du réfrigérateur à dilution qui sert à les refroidir à leur température de fonctionnement autour de 15 mK. De plus, le montage comporte un passeur cryogénique de sources radioactives, spécialement réalisé pour fonctionner à très basse température et pouvoir mesurer jusqu'à quatre sources séquentiellement.

Les sources mesurées sont des mélanges de plusieurs radionucléides : trois radionucléides étalon utilisés pour corriger la non-linéarité du MMC (^{169}Yb , ^{57}Co et ^{153}Gd) et sept radionucléides pour mesurer leurs énergies X et gamma avec une très faible incertitude (^{109}Cd , ^{133}Ba , ^{155}Eu , ^{210}Pb , ^{239}Np , ^{241}Am et ^{243}Am).

Les mélanges entre radionucléides ont été choisis par simulations Monte Carlo pour minimiser les interférences spectrales. L' ^{169}Yb a été produit par irradiation d'une feuille de thulium avec des deutérons auprès du cyclotron Arronax.

Deux sessions de mesure indépendantes sur deux lots de quatre sources ont été effectuées à environ 16 mK, avec des conditions de régulation de température différentes. La résolution en énergie du détecteur est de 15 eV à 36 eV entre 0 keV et 200 keV. La non-linéarité de chaque absorbeur a été corrigée avec les raies des radionucléides étalons et un polynôme de second degré. Les énergies X et gamma mesurées ont été analysées et combinées par différentes méthodes. Quelle que soit la session de mesure et la méthode d'analyse utilisée, les énergies obtenues sont cohérentes entre elles, seules les incertitudes diffèrent. Au final, les énergies de 15 raies gamma ont été mesurées et pour 14 d'entre elles, l'incertitude obtenue, environ 0,2 eV, est plus faible que celle des valeurs recommandées. Huit énergies de photons X Ka ont également été mesurées ; pour ces raies mieux connues, un très bon accord est observé avec les valeurs recommandées, validant ainsi la méthodologie utilisée.

Title : A new energy scale for X- and gamma-rays below 100 keV using high-resolution metallic magnetic calorimeters

Keywords : Ionizing radiation metrology, photon spectrometry, cryogenic detectors

Abstract : The X and gamma rays emitted by radionuclides can be used to calibrate the energy scale of energy-dispersive detectors. This is particularly the case for cryogenic detectors, which offer excellent resolution but have non-linearities that need to be corrected. In order to calibrate these detectors accurately below 200 keV, it is necessary to have X-rays and gamma rays with an uncertainty of the order of 0.1 eV. However, recommended gamma-ray photon energies meeting this criterion are rare or based on a single experimental measurement. The main objective of this thesis is to measure gamma photons below 200 keV with excellent resolution in order to improve the uncertainties on their energies to around 0.1 eV.

To meet this objective, a new cryogenic detector has been designed. It is a Metallic Magnetic Calorimeter (MMC) with eight 50 μm -thick gold absorbers covering a total surface area of 8.4 mm^2 . An assembly was built to house: four MMC chips, two SQUID chips for reading-out the MMCs, and the printed circuits to connect them to the cables of the dilution refrigerator. The set-up also includes a cryogenic radioactive source sampler, specially designed to operate at very low temperatures and to measure up to four sources sequentially. The sources measured are mixtures of several radionuclides: three standard radionuclides used to correct the non-linearity of the MMC (^{169}Yb , ^{57}Co and ^{153}Gd) and seven radionuclides used to measure their X and gamma energies with very low uncertainty (^{109}Cd , ^{133}Ba , ^{155}Eu , ^{210}Pb , ^{239}Np , ^{241}Am and ^{243}Am).

Mixtures of radionuclides in the sources were chosen by Monte Carlo simulations to minimise spectral interference. Ytterbium-169 was produced by irradiating a thulium foil with deuterons at the Arronax cyclotron.

Two independent measurement sessions on two set of four sources were carried out at around 16 mK during two weeks, with different temperature control conditions. The energy resolution of the detector is 15 eV to 36 eV for gamma-rays between 0 keV and 200 keV. The non-linearity of each absorber was corrected using the lines of the standard radionuclides and a second-degree polynomial. The X-ray and gamma-ray energies measured were analysed and combined using various methods. Regardless of the measurement session and analysis method used, the energies obtained are consistent with each other, with only the uncertainties differing. In the end, the energies of 15 gamma-ray lines were measured and for 14 of them, the uncertainty obtained, around 0.2 eV, is lower than the recommended values. Eight $K\alpha$ X-ray photon energies were also measured; for these well-known lines, very good agreement was observed with the recommended values, thus validating the methodology used in the work presented.

Table des matières

1	Introduction.....	6
2	La spectrométrie en énergie des photons X et gamma	9
2.1	Les photons X et gamma	9
2.1.1	Les émissions de photons X et gamma.....	9
2.2	Les spectromètres en énergie X et Gamma	14
2.2.1	Les spectromètres à dispersion de longueur d'onde (WDS)	14
2.2.2	Les spectromètres à dispersion en énergie (EDS)	17
2.2.3	Composantes d'un spectre en énergie.....	20
2.2.4	Les détecteurs semi-conducteurs.....	21
2.3	Applications des rayons X et gamma.....	25
2.3.1	Electrodynamique quantique	26
2.3.2	Atome muonique.....	27
2.3.3	Horloge nucléaire	29
2.4	Tables d'énergie X et gamma	31
2.4.1	Historique des unités de longueur d'onde	31
2.4.2	Evaluation des énergies X et gamma.....	33
3	Les détecteurs cryogéniques.....	39
3.1	Principe de fonctionnement.....	39
3.2	Principaux types de senseurs de détecteurs cryogéniques	41
3.3	Les thermistances.....	41
3.3.1	Les thermomètres à transition supraconductrice	44
3.3.2	Les calorimètres métalliques magnétiques.....	49
3.4	Absorbeurs des détecteurs cryogéniques.....	67
3.4.1	Capacité thermique de l'absorbeur.....	67
3.4.2	Thermalisation de l'énergie en fonction du matériau de l'absorbeur	69
3.5	Choix du senseur et de l'absorbeur.....	72
4	Méthode expérimentale.....	75
4.1	Sélection des radionucléides	75
4.2	Conception du détecteur MMC.....	77
4.2.1	Dimensions de l'absorbeur et des pixels.....	77
4.2.2	Choix des puces MMC et SQUID.....	81
4.2.3	Conception du montage pour les puces MetroMMC.....	88
4.2.4	Performances attendues avec les puces MetroMMC et Prima-LTD	92

4.3	Les sources radioactives.....	97
4.3.1	Interférences entre pics en énergies et choix des mélanges.....	97
4.3.2	Activités des mélanges.....	98
4.3.3	Production des sources.....	99
4.4	Le réfrigérateur à dilution du LNHB.....	103
4.4.1	Le cryostat.....	103
4.4.2	Câblage du cryostat.....	103
4.4.3	Chaîne d'acquisition.....	105
4.5	Traitement du signal.....	106
4.5.1	Ajustement d'une impulsion modèle.....	110
4.5.2	Le filtrage optimal.....	110
5	Résultats expérimentaux.....	113
5.1	Etude préliminaire des sources de non-linéarité des MMCs.....	113
5.2	Mesures et détermination d'énergies X et gamma en dessous de 150 keV.....	122
5.2.1	Conditions de mesure et d'enregistrement des données.....	122
5.2.2	Caractérisation du détecteur et de ses pixels.....	127
5.2.3	Corrections des fluctuations de température.....	132
5.2.4	Amplitudes et énergies des impulsions.....	137
5.2.5	Correction de non-linéarité.....	143
5.2.6	Détermination de nouvelles énergies X et gamma.....	153
6	Conclusions et perspectives.....	171
7	Annexe : Radionucléides d'intérêt pour la thèse et leurs émissions gamma dans la littérature.....	173
	Références.....	177

1 Introduction

Les rayons X et gamma sont utilisés ou étudiés dans l'industrie, en astrophysique, en médecine, dans la surveillance environnementale ou en recherche fondamentale à travers différentes techniques d'analyse comme la radiographie, la spectroscopie et la diffractométrie. La radiographie est née avec l'image de la main de Mme Röntgen obtenue en 1895 par M. Röntgen. La technique repose sur le pouvoir pénétrant des rayons X et gamma en fonction de la masse volumique et du numéro atomique des matériaux pénétrés. Elle est donc devenue une technique courante et banale en médecine pour des radiographies et autres imageries du corps et pour effectuer des diagnostics ; dans l'industrie elle permet le contrôle des colis et le contrôle qualité des assemblages et des circuits imprimés par exemple. La diffractométrie quant à elle combine les découvertes de Max von Laue en 1912, pour qui les plans atomiques agissent comme un réseau de diffraction pour les rayons X, et de William Henry Bragg en 1912 avec la fameuse loi éponyme. La diffractométrie fournit des informations détaillées sur la structure atomique, la composition et les propriétés physiques des substances.

La spectroscopie X est quant à elle apparue grâce à Henry Moseley. Il a découvert que les fréquences des raies spectrales des rayons X sont systématiquement liées au numéro atomique des éléments, établissant ainsi la loi de Moseley. Cette découverte a confirmé la structure interne de l'atome et a contribué à réorganiser le tableau périodique des éléments en fonction de leur numéro atomique plutôt que de leur masse atomique. C'est le début de l'analyse de matériaux par spectrométrie X qui permet d'identifier et de quantifier les éléments présents, la technique la plus connue étant la spectrométrie par fluorescence X (XRF). De plus, la mesure de l'énergie des rayons X est un excellent moyen d'étudier la structure des atomes et les interactions en jeu entre le cortège électronique et le noyau. Aujourd'hui diverses expériences de physique fondamentale visent à mesurer avec une extrême précision les rayons X émis par des atomes en conditions extrêmes en vue de sonder les interactions nucléaires et la structure du noyau atomique, de vérifier et d'améliorer les modèles théoriques comme l'électrodynamique quantique (QED).

En ce qui concerne les photons gamma, bien que découverts à quelques années près en même temps que les rayons X, en 1900 par Paul Villard, leur usage dans l'industrie et la médecine est moins développé du fait de l'origine nucléaire des rayonnements. En effet, une source de rayons gamma nécessite de la matière radioactive, ce qui pose des contraintes en terme de sécurité et de radioprotection. De plus la spectrométrie gamma s'est développée plus tardivement car la diffraction de rayons gamma est largement moins efficace que celle des rayons X à cause de leur plus grande énergie. L'essor de la spectrométrie gamma est apparu avec les détecteurs scintillateurs et surtout avec les détecteurs à semi-conducteurs en germanium qui offrent à la fois haute résolution et rendement de détection à ces énergies. En physique nucléaire, la spectrométrie gamma est une sonde précise de la structure nucléaire des noyaux qui ont des niveaux d'énergie caractéristiques. En outre, elle permet d'étudier les réactions nucléaires comme les captures neutroniques qui peuvent s'accompagner de l'émission de photons gamma. La spectrométrie gamma permet d'identifier et de quantifier les radionucléides présents dans un matériau, c'est donc une technique incontournable dans l'industrie nucléaire et en métrologie des rayonnements ionisants. Les champs d'application restent

néanmoins plus restreints que pour la spectrométrie X car cette dernière bénéficie notamment de sources de rayonnements synchrotron intenses.

En astrophysique de nombreux projets consistent à mesurer des photons X et gamma issus d'objets célestes par spectrométrie avec une très bonne résolution en énergie comme la mission Athena [1]. Certains de ces projets ont besoin de détecteurs multi-pixels pour faire de la spectro-imagerie [2] [3]. En effet, ils permettent d'analyser les gaz intergalactiques chauds, pour étudier la formation et l'évolution des grandes structures de l'univers par exemple [4].

En recherche fondamentale, de nombreux projets ont besoin de mesurer avec toujours plus de précision des énergies de rayons X et gamma pour aboutir. C'est le cas de l'électrodynamique quantique [5], des études d'atomes exotiques et de l'étude des particules fondamentales [6] [7] ou du développement de l'horloge nucléaire [8] [9] qui doivent mesurer des énergies absolues des raies X ou gamma avec une très faible incertitude de l'ordre de quelques parties par millions entre quelques keV et 200 keV. Or les sources de photons de ces expériences sont trop peu intenses pour être mesurées par des spectromètres à dispersion de longueur d'onde haute résolution. C'est pourquoi des spectromètres à dispersion d'énergie à base de détecteurs cryogéniques haute résolution γ sont mis en œuvre. Néanmoins ces détecteurs sont intrinsèquement non-linéaires et doivent être étalonnés en énergie avec des raies gamma précisément connues, ce qui n'est pas évident malgré des tables exhaustives de données d'énergies X et gamma. Bien que les énergies des raies X soient relativement bien connues avec souvent de nombreuses mesures assurant la redondance métrologique, elles sont souvent issues de mesures anciennes et basées sur des unités de mesure obsolètes. Ces tables reposent bien souvent sur l'évaluation faite par Bearden en 1967 [10]. Pour certains éléments du tableau périodique l'incertitude des raies X augmente significativement avec l'énergie.

Concernant les raies gamma, il existe très peu de raies gamma de référence connues avec une incertitude suffisamment faible et fiable, c'est-à-dire de l'ordre de 0,1 eV, hormis pour quelques radionucléides de périodes courtes et en partie peu disponibles. Pour la plupart des radionucléides disponibles sur catalogues, les énergies tabulées des raies gamma sont issues d'un seul auteur et d'une seule méthode de mesure, elles manquent de redondance métrologique [11]. Ce constat a été soulevé pour l'une des transitions gamma les plus connues et en apparence des plus précisément connues utilisées comme raie d'étalonnage [12] : la raie gamma de 59,5 keV. La valeur de l'énergie tabulée et son incertitude ont été remises en question récemment [13]. Des domaines de recherche fondamentale ont donc besoin d'énergies absolues de raies gamma plus justes et avec des très faibles incertitudes.

Le but de cette thèse est donc de mesurer de nouvelles valeurs d'énergies de photons X et gamma dans une gamme d'énergie entre 10 et 150 keV avec des incertitudes de l'ordre de 0,1 eV. Afin d'atteindre ce niveau d'incertitude, un nouveau spectromètre a été développé utilisant la technologie des calorimètres métalliques magnétiques, qui fonctionne à très basse température (< 20 mK). Il atteint alors des résolutions un ordre de grandeur meilleur que celle des détecteurs à semi-conducteur.

Dans une première partie nous allons rappeler quelques principes de base de l'émission de rayons X et gamma émis par des éléments et par des sources radioactives. Puis nous allons résumer les méthodes de spectrométrie en énergie X et gamma conventionnelles, c'est-à-dire d'une part celles utilisant des spectromètres à dispersion de longueur d'onde et d'autre part celles utilisant des

spectromètres à dispersion d'énergie à base de détecteurs à semi-conducteur. Pour ces dernières les processus d'interaction rayonnement-matière en jeu seront décrits. Puis, nous donnerons quelques exemples d'expériences de physique fondamentale utilisant la spectrométrie de photons haute résolution et dont l'enjeu est de mesurer des énergies de transitions électromagnétiques avec une très faible incertitude. Pour ces expériences, il est primordial d'étalonner les spectromètres avec des raies étalons, dont nous préciserons les besoins. Enfin, l'état de l'art des tables des énergies X et gamma clôturera cette partie et permettra d'identifier les raies X et gamma intéressantes à mesurer pour en faire de futures raies étalons.

Dans une seconde partie, nous décrirons le fonctionnement des détecteurs cryogéniques, la technologie de spectromètre utilisée au cours de cette thèse pour atteindre une excellente résolution et une faible incertitude de mesure d'énergie. Les différents types de détecteurs seront listés, différenciés par le type de senseur en jeu: les thermistances, les TES (Transition Edge Sensor) et les MMC (Metallic Magnetic Calorimeter). En fonction des avantages et des inconvénients de chaque senseur, notre choix s'est porté sur les MMC dont le principe de fonctionnement sera exhaustivement développé.

La troisième partie du manuscrit exposera le dispositif expérimental utilisé et la conception du nouveau détecteur MMC utilisé lors de ce travail. Il s'attardera sur la fabrication des sources radioactives émettant les photons à mesurer ou servant d'étalon, puis sur le montage intégrant le détecteur et un passeur de sources cryogénique innovant. Les radionucléides concernent le ^{57}Co , ^{109}Cd , ^{133}Ba , ^{153}Gd , ^{155}Eu , ^{169}Yb , ^{210}Pb , ^{241}Am , ^{243}Am et ^{239}Np . Le réfrigérateur à dilution du LNHB sera présenté ainsi que l'ensemble de la chaîne électronique d'acquisition. Enfin les différentes étapes du traitement du signal pour estimer l'énergie des impulsions sera introduit.

La quatrième partie du manuscrit décrit les méthodes expérimentales mises en place. En passant par la caractérisation du détecteur et la préparation des sources. Ce chapitre décrit aussi le cryostat du laboratoire qui permet d'utiliser le détecteur à très basse température. Ce chapitre est conclu avec une partie sur le traitement du signal des impulsions pour déterminer leur énergie.

La cinquième et dernière partie termine avec une présentation des nouvelles mesures d'énergies de photons X et gamma obtenues. Les performances du détecteur en termes de résolution en énergie obtenues seront comparées aux valeurs attendues par calcul théorique. La méthodologie utilisée pour étalonner le détecteur et pour corriger de sa non-linéarité y sera décrite, puis l'analyse des données pour compiler les nouvelles énergies et leurs incertitudes sera expliquée. Enfin, les nouvelles mesures d'énergie de 15 raies gamma et de 8 raies X seront comparées aux valeurs de la littérature.

2 La spectrométrie en énergie des photons X et gamma

2.1 Les photons X et gamma

2.1.1 Les émissions de photons X et gamma

2.1.1.1 Les transitions gamma

Les noyaux radioactifs se désintègrent vers un noyau fils par émission de particules alpha, de particules beta ou par capture électronique. Le nombre de désintégrations par seconde $\frac{dN}{dt}$ s'appelle l'activité A , elle s'exprime en Bq et peut être déterminée ainsi :

Équation 2-1

$$A = \frac{dN}{dt} = -\lambda N$$

Avec N le nombre de noyaux radioactifs et λ la constante radioactive propre à chaque radionucléide. Le noyau fils, stable ou lui-même radioactif, peut être excité en différents niveaux d'énergie. La probabilité de peupler les différents états excités est donnée par les rapports d'embranchement. Le noyau se désexcite par émission de photons dit gamma ou par émission d'électrons de conversion interne. Chaque noyau a des niveaux d'énergie propres. En conséquence, l'énergie d'un photon gamma est propre à chaque radionucléide.

L'énergie du photon gamma E_γ s'exprime ainsi :

Équation 2-2

$$E_\gamma = E_f - E_i - E_r = hc/\lambda$$

Où h est la constante de Planck, c la vitesse de la lumière et λ la longueur d'onde du photon.

E_f et E_i sont respectivement les niveaux d'énergie final et initial. E_r est l'énergie de recul du noyau donnée par :

Équation 2-3

$$E_r = \frac{2(E_\gamma)^2}{2M_N c^2}$$

Où M_N est la masse du noyau fils. L'énergie de recul est en général négligeable, sauf pour les gammas de plusieurs MeV émis par des noyaux légers. L'électron de conversion interne est un électron lié du cortège électronique émis à la place d'un photon gamma, son énergie est donnée par :

Équation 2-4

$$E_{eCI} = E_\gamma - E_l$$

Où E_l est l'énergie de liaison de l'électron à l'atome. L'émission gamma et la conversion interne sont des processus en concurrence, ainsi pour une transition gamma avec une probabilité P_γ , les intensités

des émissions d'électrons de conversion, I_{eCI} , et d'émission gamma I_γ sont liées entre elles par les relations suivantes :

Équation 2-5

$$I_{eCI} = \frac{\alpha_T}{1+\alpha_T} P_\gamma \quad \text{et} \quad I_\gamma = \frac{P_\gamma}{1+\alpha_T}$$

Où α_T est le coefficient de conversion interne total. Ce coefficient est défini comme le rapport entre le nombre d'électrons éjectés et le nombre de photons gamma émis.

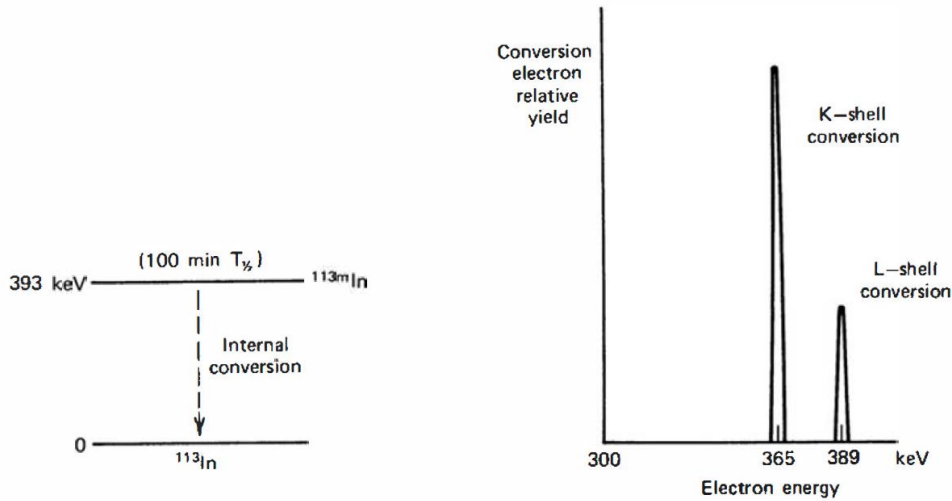


Figure 1 Spectre en énergie des électrons de conversion issus de la désexcitation de ^{113m}In

Comme la figure 1 l'illustre, les électrons de conversion sont pratiquement mono-énergétiques. Cette particularité fait ces électrons les plus intéressants pour l'étalonnage de spectres à haute énergie de l'ordre du keV au MeV. Cependant une conversion interne peut mener à l'émission d'électrons de conversion issus de différentes couches orbitales.

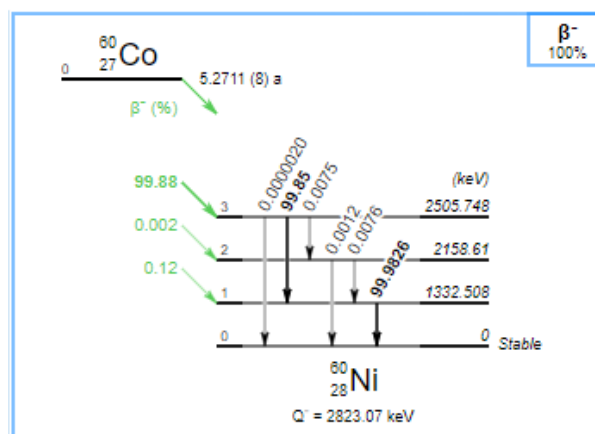


Figure 2 Schéma de désintégration du ^{60}Co

Si plusieurs niveaux de transitions gamma composent le schéma de désintégration, il y a une cascade de photons gamma et d'électrons internes jusqu'au niveau fondamental. Les énergies des transitions et des photons gamma sont très variables entre quelques keV, voir dans de rares cas quelques eV, à quelques MeV. Les transitions gamma peuvent être fortement converties avec des coefficients $\alpha_T \gg$

1, c'est-à-dire qu'il n'y pratiquement pas de photons émis pour la transition. C'est généralement le cas de transitions de faible énergie.

A titre d'exemple de transitions gamma, la figure 2 représente le schéma de désintégration du ^{60}Co avec les niveaux d'énergie exprimés en keV. Le ^{60}Co se désintègre à 100 % en ^{60}Ni via la désintégration β^- sur trois niveaux excités. Il y a trois cascade de transitions gamma possible et l'émission de photons gamma avec six énergies et intensités d'émission I_γ différentes; ces dernières sont exprimées pour 100 désintégrations. Ce schéma de désintégration indique qu'après une désintégration β^- , il y a un rapport d'embranchement principal de 99,88% sur le niveau excité de 2505 keV du ^{60}Ni , suivi de deux émissions gamma proches de 99,9% pour atteindre le niveau fondamental, il n'y a pratiquement pas de conversion interne dans ce cas. L'énergie des photons émis ne vaut pas parfaitement la différence entre les deux niveaux d'énergie à cause de l'énergie de recul du noyau qui n'est pas négligeable ici.

2.1.1.2 Les transitions X

Le fait que les photons X ne soient émis par l'atome qu'avec des énergies discrètes est lié à la structure discrète de l'atome, c'est-à-dire que l'atome ne peut exister que dans des états avec des énergies discrètes. Le cortège électronique est une structure constituée d'une ou plusieurs couches électroniques recouvrant le noyau d'un atome. La configuration électronique d'un atome respecte les lois de la distribution électronique déterminées par les nombres quantiques n (niveau d'énergie de l'électron), l (moment angulaire orbital de l'électron), m_l (nombre quantique magnétique), s (spin de l'électron) et j (moment angulaire total). Et d'après le principe d'exclusion de Pauli deux électrons d'un même atome ne peuvent pas avoir tous les nombres quantiques identiques. L'ordre de remplissage des sous couches suit la règle de Klechkowski : l'ordre de remplissage suit l'ordre croissant de la somme du nombre quantique n et l , puis l'ordre croissant de n et finalement l'ordre décroissant de l .

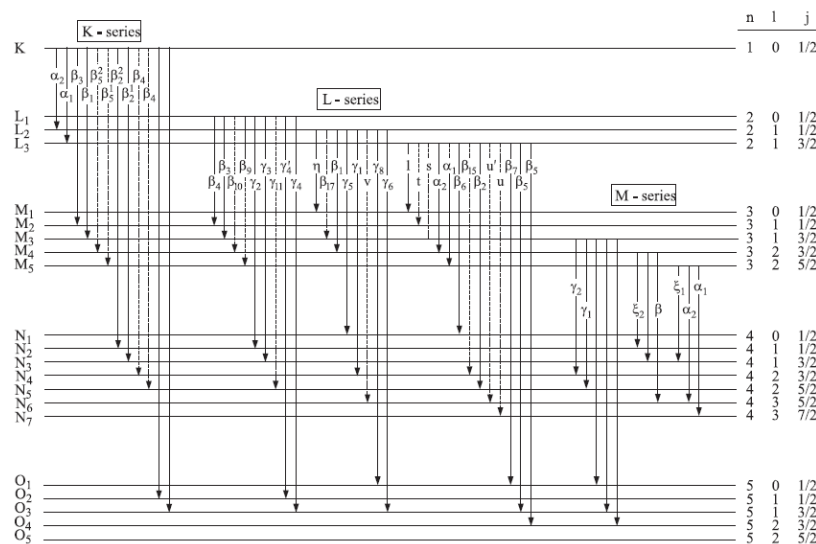


Figure 3 Diagramme de Grotrian pour des transitions de rayons X des séries K, L et M.

Les énergies des niveaux électroniques dépendent des nombres de protons et des électrons composants l'atome. Ainsi ils sont caractéristiques de l'atome et de sa configuration électronique. L'état des électrons de la couche électronique peuvent être décrit avec les nombres quantiques:

- n : nombre quantique principal, c'est un entier représentant des niveaux d'énergies : K=1, L=2, M=3, N=4, etc. Il représente l'énergie d'un électron ainsi que sa distance moyenne par rapport au noyau. Le nombre maximum d'électrons N_e qu'une couche peut accueillir est déterminé par $N_e = 2n^2$
- l : nombre quantique azimutal, c'est un entier représentant le moment angulaire qui détermine la forme de l'orbitale (s =sharp, p =principal, d =diffuse, f =fundamental...). En effet, il permet de déterminer la répartition spatiale de la probabilité de présence d'un électron. Le nombre quantique azimutal est restreint par le nombre quantique principal. En effet l prend des valeurs entières de 0 à $n-1$.
- m_l : nombre quantique magnétique déterminant l'orientation spatiale de chaque orbitale. Sa valeur dépend de l , $-l < m_l < l$. Ce nombre quantique permet d'expliquer l'effet d'un champ magnétique sur les atomes. Il permet notamment d'expliquer l'effet Zeeman qui se produit lorsqu'un atome est placé dans un champ magnétique externe. Cet effet provoque le dédoublement des niveaux d'énergie des orbitales en fonction des différentes valeurs de m_l . Ce phénomène explique pourquoi certaines raies spectrales d'un atome se divisent en plusieurs sous-raies en présence d'un champ magnétique.
- s : nombre quantique de spin, représente le moment angulaire intrinsèque de l'électron, il est une propriété intrinsèque des particules et ne peut pas être décrit comme un mouvement de rotation classique. Il peut avoir deux valeurs, spin up= $1/2$ et spin down= $-1/2$.
- j : moment angulaire total exprimant le couplage entre l'orbite et le spin de l'électron. En effet, c'est la somme vectorielle de deux types de moments angulaires, le moment angulaire orbital l et le spin s . Il permet de décrire la structure hyperfine des niveaux d'énergie dans un atome. C'est une petite séparation des niveaux d'énergie se produisant même en l'absence de champ magnétique externe. Il est dû à l'effet du couplage entre le moment angulaire orbital et le moment angulaire de spin. Il provoque un léger dédoublement des raies spectrales.

Lorsqu'il y a perturbation du cortège électronique, un électron du cortège peut être arraché, créant une lacune. L'atome se désexcite par réarrangement électronique pour retrouver sa configuration initiale, accompagné en général par une cascade de transitions radiatives, ou l'émission de photons X, et non radiatives, ou émission d'électrons Auger[14].

Les électrons les plus liés à l'atome sont les plus proches du noyau avec les nombres quantiques les plus faibles. L'émission d'un photon fait suite au comblement de la lacune présente sur le niveau d'énergie E_f par un électron d'une couche externe sur un niveau E_i . L'énergie d'un photon X émis est simplement la différence entre les énergies des deux niveaux .

Équation 2-6

$$E_X = E_f - E_i - E_r = hc/\lambda$$

La lacune initialement présente au niveau d'énergie E_f est déplacée vers le niveau d'énergie E_i . Les différences entre les niveaux d'énergie diminuent des couches internes vers les couches externes. Par conséquent les photons les plus énergétiques sont issus des couches impliquant la couche K, et à mesure que l'atome se désexcite l'énergie des photons émis diminue.

L'émission d'un électron Auger implique quant à elle deux électrons du cortège et trois niveaux d'énergie de l'atome, un électron sur le niveau d'énergie E_i va combler la lacune présente sur le niveau E_f , et l'énergie $E_f - E_i$ est suffisante pour éjecter du cortège électronique un autre électron dit Auger, créant une nouvelle lacune. L'énergie de l'électron Auger E_{eAuger} s'exprime en première approximation ainsi :

Équation 2-7

$$E_{eAuger} = E_f - E_l - E_i$$

E_l est l'énergie de liaison de l'électron éjecté, soit l'énergie du troisième niveau impliqué.

Les électrons Auger et les photons X fournissent des spectres de raies mono-énergétiques. Les électrons Auger sont émis en concurrence avec les photons X ; le rendement de fluorescence ω est la probabilité que la transition entre deux niveaux soit suivie de l'émission d'un photon X. Les rendements de fluorescence diminuent avec le numéro atomique, et avec le niveau d'énergie de la lacune.

Pour désigner les transitions X, il existe deux notations couramment utilisées, la notation Siegbahn et la notation IUPAC. La première notation est constituée par une lettre latine, une lettre grecque et un chiffre, la lettre latine désigne le nombre quantique principal du niveau de la lacune, la lettre grecque renseigne sur la gamme d'énergie : les photons $K\alpha$ sont à plus basse énergie que les photons $K\beta$. Le chiffre renseigne sur l'intensité de la raie, par exemple, $K\beta_2$ est plus intense que $K\beta_3$. Cette notation est utile pour repérer rapidement les raies des spectres X qui sont complexes du fait du nombre de niveaux en jeu. La notation IUPAC désigne seulement les deux niveaux électroniques impliqués, par exemple K-L₃ pour $K\alpha_1$. (voir figure 3). La série de photons X K est la série la plus énergétique et la moins complexe. L'énergie des photons augmente avec le numéro atomique Z, selon la loi de Moseley, par exemple les photons $K\alpha$ du plutonium (Z = 94) ont autour de 100 keV alors que pour l'aluminium (Z = 13) ils sont émis autour du keV.

2.1.1.3 Largeurs naturelles des raies X et gamma

Les émissions X et gamma mesurées par les détecteurs ont une forme naturelle de raie qui est représentée par une fonction Lorentzienne. Elles ont une largeur dite naturelle Γ qui est déterminée par la relation étalement énergie :

Équation 2-8

$$\Gamma\tau = \frac{h}{2\pi}$$

Avec h la constante de Planck et τ la durée de vie du niveau initial :

Équation 2-9

$$\tau = \frac{1}{P}$$

Avec P la probabilité de transition en s^{-1} entre les deux niveaux d'énergie. Les raies X et gamma n'ont pas la même largeur. En effet les raies gamma sont moins larges que les raies X. Cela peut s'expliquer par l'inégalité énergie-temps:

Équation 2-10

$$\tau \cdot \delta E > \frac{h}{4\pi}$$

δE est l'incertitude sur l'énergie. Plus la durée vie est faible et plus son incertitude en énergie est élevée.

Les niveaux d'énergie atomiques ont des durées de vie de l'ordre de la picoseconde, alors que les niveaux excités gamma ont des durées de vie de l'ordre de la ns, c'est pour cela que la largeur des raies X est plus élevée que celle des raies gamma. Les largeurs des raies X sont très variables, elles dépendent des couches électroniques en jeu et augmentent avec le numéro atomique de l'élément, par exemple la largeur de la raie $K\alpha_1$ du plutonium est de 110 eV alors que celle de l'aluminium est de 0,4 eV. Les largeurs des raies gamma sont inférieures à l'eV et sont négligeables devant la réponse gaussienne du détecteur. En revanche la largeur des raies X n'est pas toujours négligeable, en conséquence, la raie mesurée a une forme de fonction de Voigt, c'est-à-dire la convolution entre la gaussienne et la lorentzienne.

2.2 Les spectromètres en énergie X et Gamma

Parmi les détecteurs discriminants en énergie il y a deux grandes familles de spectromètres, les spectromètres à dispersion de longueur d'onde (Wavelength Dispersive Spectrometer, WDS) et les spectromètres à dispersion en énergie (Energy Dispersive Spectrometer, EDS). Les WDS, introduits par Bragg, sont utilisés depuis plus de 100 ans et sont connus pour leur excellente résolution en énergie. Les WDS et les EDS seront présentés ci-dessous avec leurs avantages et leurs inconvénients. Il suivra ensuite une explication détaillée des raisons pour lesquelles nous avons choisi d'utiliser des EDS pour la mesure à haute résolution en énergie de photons X et gamma.

2.2.1 Les spectromètres à dispersion de longueur d'onde (WDS)

Les WDS sont des détecteurs qui dispersent des radiations électromagnétiques par diffraction d'onde. En effet ces détecteurs utilisent un monocristal qui diffracte le rayon incident selon ses propriétés réfléchissantes. Ainsi, cela permet d'effectuer une spectroscopie par dispersion de longueur d'onde. L'angle de diffraction est obtenu à l'aide d'un goniomètre qui permet de déterminer la longueur d'onde du rayon incident à l'aide de la loi de Bragg, équation 2-11, établie vers 1913. Ce phénomène est causé

par l'interférence constructive entre les ondes diffractées sur les plans cristallographiques parallèles selon l'angle θ .

Équation 2-11

$$2 \times d \times \sin(\theta) = n \times \lambda$$

Avec d la distance inter-réticulaire du cristal, θ l'angle de diffraction du rayon incident, n l'ordre de réflexion et λ la longueur d'onde.

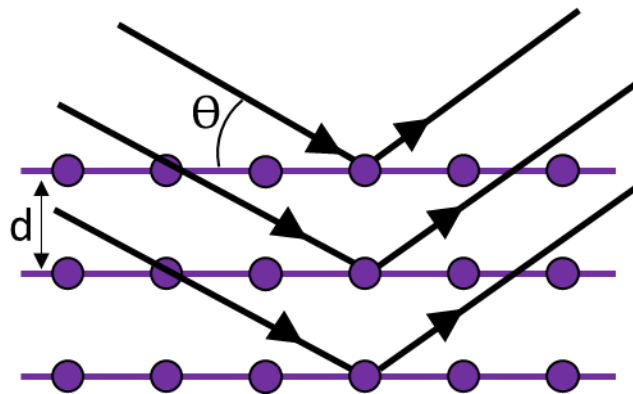


Figure 4 Schéma du principe de la loi de Bragg

L'intensité du rayonnement diffracté, ou le nombre de photons diffractés à une longueur d'onde est alors déterminé à l'aide d'un détecteur opéré comme compteur. Ainsi l'énergie peut être déduite à l'aide de la longueur d'onde. La relation entre l'énergie E et la longueur d'onde λ est donnée par la relation de Planck :

Équation 2-12

$$E = h \times \frac{c}{\lambda}$$

La mesure de spectres en énergie par des WDS est séquentielle. En effet, pour chaque longueur d'onde il faut changer l'angle de diffraction. En utilisant un détecteur pixellisé de position une certaine plage de longueurs d'onde peut être couverte en une seule mesure. Comme l'indique la figure 4, la loi de Bragg stipule que le sinus de l'angle de diffraction d'un rayon incident est proportionnel à sa longueur d'onde pour satisfaire le critère de l'interférence constructive. Il est important de connaître très précisément la distance inter-réticulaire du cristal pour réaliser des mesures d'énergie précises.

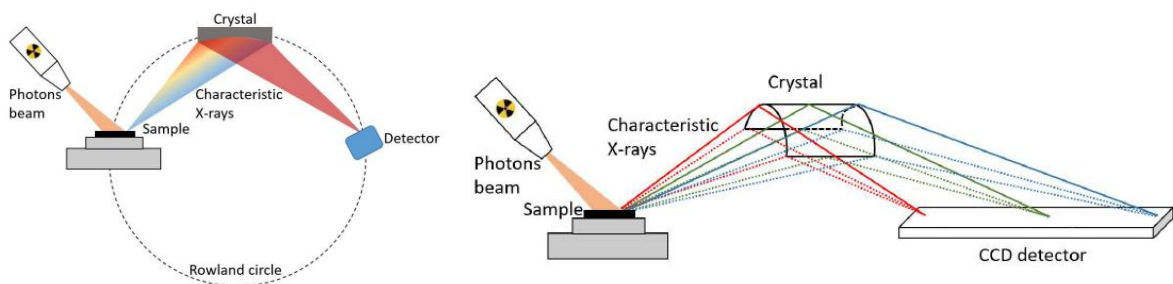


Figure 5 Schema d'un WDXS (wavelength-dispersive X-ray spectrometer) de type Johan/Johansson et d'un WDXS de type Von Hamos [15]

Comme indiqué en figure 5, il existe deux principales géométries de spectromètre WDS selon la disposition entre la source, le cristal et le détecteur, la géométrie Von Hamos et Johan/Johansson. Dans la géométrie Johan/Johansson, le cristal, le détecteur et la source sont chacun positionnés sur le cercle de Rowland qui impose les positions du cristal, de la source et du détecteur.

En effet, la position de la source est fixe tandis que le cristal et le détecteur peuvent bouger de sorte à ce que la distance entre la source et le cristal soit la même qu'entre le cristal et le détecteur. La géométrie Von Hamos est bien plus simple à mettre en place puisque le dispositif est moins imposant et ne nécessite pas de bouger les différents composants pour mesurer différentes raies. En effet le dispositif utilise un cristal courbé pour diffracter les photons qui sont ensuite mesurés par un compteur sensible à la position des photons. Cela permet d'avoir un dispositif simple à mettre en place. Le choix de la géométrie WDS va dépendre de l'application, puisque chacune d'elles a ses avantages et ses inconvénients. Par exemple la géométrie Von Hamos a une meilleure résolution et une géométrie plus flexible tandis que la géométrie Johannson a un meilleur rendement de détection tout en étant plus compact. Les cristaux peuvent être courbés pour augmenter le rendement de détection. Il existe des spectromètres avec un simple ou double cristal plat pour atteindre une très haute résolution mais cela se fait au détriment du rendement de détection ; ces cas sont possibles avec d'intenses flux de photons à diffracter, notamment sur des synchrotrons. Pour couvrir une large gamme de longueurs d'onde des rayons diffractés avec une haute résolution, il est nécessaire d'utiliser différents cristaux avec différentes distances inter-réticulaires. Le type de cristal va aussi contribuer à la résolution en énergie finale. Les cristaux avec de grandes distances inter-réticulaires sont adaptés aux grandes longueurs d'ondes, soit les faibles énergies. Si la longueur d'onde est trop petite alors certains cristaux ne peuvent pas diffracter les longueurs d'onde car l'espace inter-réticulaire est trop grand. Il faut donc adapter les cristaux en fonction de l'onde à diffracter. Plus l'énergie est grande et plus la distance inter-réticulaire nécessaire pour diffracter les ondes est petite. En conséquence, les radiations électromagnétiques les plus énergétiques telles que les rayons gamma sont plus difficiles à mesurer avec des WDS. Certains rayons électromagnétiques émis par des radioéléments peuvent même être inaccessible à la mesure par diffraction d'onde.

Tableau 1 Liste de différents cristaux pour différents types de mesure par méthode de diffraction d'onde [15]

Crystal	Miller indices	2d (nm)	Lightest measurable element	Typical energy resolution	Remarks
LiF	(220)	0.281	Cr	14 eV, Mn- K_{α}	High resolution
LiF	(200)	0.403	K	25 eV, Mn- K_{α}	General use
NaCl	(200)	0.564	S	5.5 eV, S- K_{α}	For sulfur high resolution deliquescent
Ge	(111)	0.653	P	5 eV, P- K_{α}	Eliminate second order reflection
InSb	(111)	0.748	Si	4.5 eV, Si- K_{α}	For silicon
PET	(002)	0.876	Al	4 eV, Al- K_{α}	Higher reflectivity
ADP	(101)	1.065	Mg	4 eV, Mg- K_{α}	For magnesium deliquescent
Beryl	(10-10)	1.505	Mg	N/A	N/A
TIAP	(001)	2.576	O	15 eV, Na- K_{α}	Deliquescent

Il y a une grande variété de cristaux disponibles pour diverses applications. Les cristaux peuvent être synthétiques, de composition différentes ou de forme différentes. En effet selon les dispositifs la forme

du cristal utilisé varie. Pour le dispositif Johann/Johansson les cristaux utilisés sont courbés. La géométrie de Von Hamos utilise des cristaux cylindriques courbés pour disperser les rayons de fluorescence X. La plage de mesure de ces détecteurs est aussi limitée par la taille du cristal et du détecteur de position. Le détecteur utilisé pour mesurer l'intensité des photons diffractés peut être un compteur proportionnel à gaz ou un scintillateur pour déterminer l'intensité de la radiation, sa seule fonction est de compter sans discrimination en énergie, cette dernière tâche ayant été réalisée par le cristal. Le rendement absolu est le rapport entre le nombre de photons absorbés par le compteur et le nombre de photons émis par la source ou l'échantillon.

En conséquence la probabilité de mesurer un photon à une énergie donnée dépend de l'angle solide entre la source et le cristal, de la réflectivité du cristal et du rendement intrinsèque du compteur. La première composante dépend fortement de la géométrie WDS choisie. La seconde dépend fortement de la longueur d'onde, du type de cristal et de sa structure, enfin la dernière va dépendre du type de compteur, par exemple un scintillateur est à privilégier pour les hautes énergies alors que pour les basses énergies un compteur gazeux absorbe aisément les photons. Du fait de la grande variabilité des WDS, il est difficile de généraliser un ordre de grandeur du rendement typique d'un WDS, toujours est-il qu'il est très faible et chute fortement avec l'énergie des photons. De ce fait, les WDS sont plutôt adaptés jusqu'à environ 10 keV. Les WDS ont une excellente résolution, qui va de quelques eV à 20 eV. Ils ont une meilleure résolution que les EDS, excepté des détecteurs cryogéniques. Les WDS sont linéaires et permettent d'effectuer des mesures absolues de longueurs d'onde. En revanche, le rendement de détection est faible (de l'ordre de 10^{-4}) et est difficile à estimer, il dépend de nombreuses contributions, comme celle de la réflectivité du cristal, de l'angle solide et du coefficient de réfraction qui lui-même dépend de l'énergie du photon incident, et du compteur de photons. Pour pallier à un faible coefficient de réfraction il faut une source de photons intense, ce qui peut être très contraignant. En conséquence, peu de raies gamma sont mesurés à l'aide de cette méthode.

2.2.2 Les spectromètres à dispersion en énergie (EDS)

Les EDS sont des détecteurs à dispersion en énergie. Ils permettent d'avoir un spectre en énergie sur une large gamme en une seule mesure en mesurant l'énergie déposée dans un absorbeur. Ce dépôt d'énergie crée un nombre d'états excités proportionnel à celle-ci. Ensuite, le détecteur collecte puis d'amplifie le signal pour mesurer l'énergie déposée. Une grande variété d'états excités peut être exploitée pour mesurer une énergie. Parmi les détecteurs conventionnels, les principaux états sont les paires électron-ion pour un compteur proportionnel, les photons lumineux pour un scintillateur ou les paires électron-trou pour un semi-conducteur. Chaque mesure d'un type d'état excité est associée à une amplification spécifique : un photomultiplicateur pour les photons ou un préamplificateur de charges pour les paires de charges électron-trous ou ion-trous. La résolution en énergie dépend de l'énergie nécessaire pour créer un état excité, ε_{ex} , puisqu'elle détermine les fluctuations statistiques sur le nombre n d'états excités créés. Plus l'énergie nécessaire pour créer un état excité est faible, plus le n est grand, et plus l'incertitude relative, donnée par $\frac{\sqrt{n}}{n} = \frac{1}{\sqrt{n}}$, est faible. C'est pourquoi les semi-conducteurs ont une bien meilleure résolution que les scintillateurs puisqu'il faut par exemple 2,9 eV pour créer une paire électron-trou dans le germanium contre 30 eV pour générer un photon dans le NaI.

Une autre caractéristique des EDS par rapport aux WDS est que l'énergie peut être seulement partiellement déposée dans l'absorbeur, il en résulte que le spectre n'est pas uniquement composé de pics aux énergies émises mais aussi d'autres composantes spectrales qui dépendent des interactions rayonnement-matière et du matériau de l'absorbeur. La mesure d'énergie par les EDS est indirecte, médiée par la création d'états excités. Une mesure absolue d'énergie est en principe possible mais elle repose sur la connaissance de grandeurs physiques souvent mal connues tout le long de la chaîne de conversion du signal énergie vers tension (i.e. énergie d'un état excité, efficacité de collection de ces états excités, amplification du signal).

2.2.2.1 Interaction rayonnement matière

Les spectres en énergie d'un EDS dépendent des processus d'interaction entre le photon incident et l'absorbeur. Nous allons brièvement décrire différents processus d'interaction rayonnement matière et quelles en sont les conséquences sur le spectre en énergie. La connaissance de ces processus est aussi utile pour le choix du matériau de l'absorbeur et pour son dimensionnement. La probabilité d'un photon d'interagir avec un absorbeur d'épaisseur x_a est donnée par la loi de Beer-Lambert :

Équation 2-13

$$P = 1 - e^{-N_a \sigma_i x_a} = 1 - e^{-\mu_i \rho x_a}$$

σ_i est la section efficace d'interaction des différents processus d'interaction listés ci-dessous, N_a est le nombre d'atome par unité de volume, ρ est la masse volumique.

2.2.2.2 Interaction par effet photoélectrique

L'effet photoélectrique est un phénomène qui se produit lorsqu'un photon interagit avec un électron du cortège électronique. Dans le cas d'une interaction photoélectrique toute l'énergie du photon est transférée à l'électron et à l'atome. L'électron est éjecté de l'atome en laissant une lacune. L'énergie de l'électron E_e éjecté peut être exprimé ainsi :

Équation 2-14

$$E_e = E_\gamma - E_l$$

Avec E_γ l'énergie du photon incident et E_l l'énergie de liaison de l'électron éjecté. Suite à une interaction photoélectrique, un atome a une lacune et est donc instable. Il va se désexciter en émettant des photons X et des électrons d'Auger. Les interactions photoélectriques entre des photons X et gamma de faible énergie et des absorbeurs au Z élevés sont prédominantes, car la probabilité d'absorption photoélectrique par atome σ_{ph} peut être exprimé ainsi :

Équation 2-15

$$\sigma_{ph} \approx C \frac{Z^n}{E_\gamma^{3.5}}$$

C est une constante et l'exposant n varie en fonction de la région énergétique du photon, il est de l'ordre de 4,5.

2.2.2.3 Diffusion Compton

Lors de la diffusion Compton il y a une collision inélastique entre un électron et un photon, le photon n'est pas absorbé.

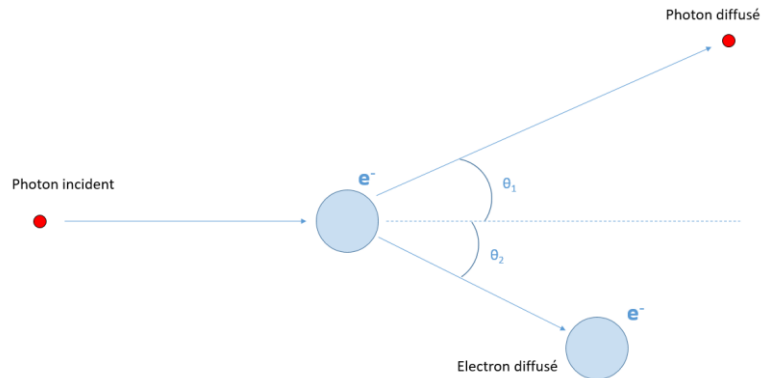


Figure 6 Schéma illustrant la diffusion Compton

La figure 6 illustre l'effet Compton. Le photon transmet une partie de son énergie à l'électron et sa trajectoire est déviée par l'électron selon un angle θ_1 entre 0 et 180°. L'énergie E_{γ}' du photon diffusé est donnée par :

Équation 2-16

$$E_{\gamma}' = \frac{E_{\gamma}}{1 + \frac{E_{\gamma}}{m_e c^2} (1 - \cos(\theta_1))}$$

où m_e est la masse de l'électron.

Lorsque le photon est peu dévié, il conserve une bonne partie de son énergie, tandis que lorsqu'il est rétrodiffusé à 180°, le photon sortant a son minimum d'énergie.

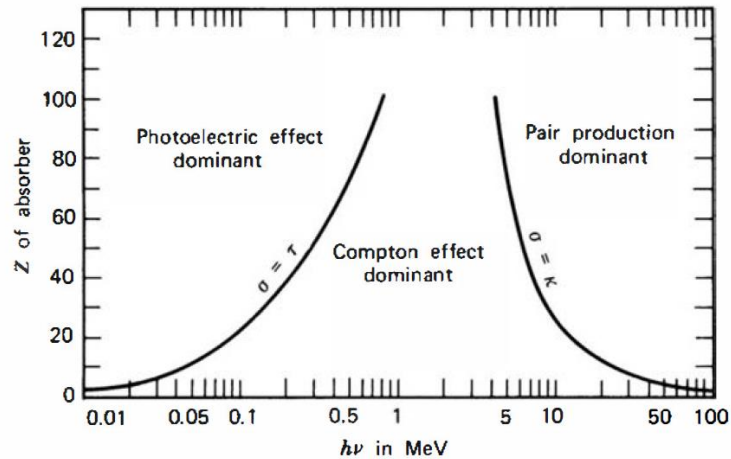


Figure 7 Diagramme d'Evans[16]

Comme l'indique la figure 7, en dessous du MeV, la gamme d'énergie qui nous intéresse, la diffusion Compton est un phénomène qui est en compétition avec l'effet photoélectrique. Pour les atomes légers, l'effet Compton l'emporte sur l'effet photoélectrique, dans les éléments les plus légers même pour des photons à basse énergie.

2.2.2.4 Création de paires

Si un photon interagit avec un électron, il ne va pas nécessairement y avoir un effet Compton ou photoélectrique. En effet il existe encore un troisième type d'interaction qui est la création de paires. Si l'énergie du photon incident est supérieure à 1,02 MeV, il est possible qu'il y ait production d'une paire électron positron. Comme l'indique la figure 7, la probabilité de créer une paire augmente en fonction de l'énergie du photon incident. Si l'énergie du photon est supérieure aux 1,02 MeV nécessaires pour créer une paire, alors l'excédent d'énergie est converti en énergie cinétique répartie entre les particules de la paire. Le positron va s'annihiler avec un autre électron et ainsi créer deux photons gamma de 511 keV. L'énergie des photons mesurés dans le cadre de la thèse est bien inférieure à 1,02 MeV, par conséquent la création de paires peut être ignorée par la suite.

2.2.3 Composantes d'un spectre en énergie

Contrairement aux WDS qui ne mesurent qu'un pic pour une énergie émise éventuellement avec des harmoniques, les spectres EDS sont constitués de plusieurs composantes distinctes liées au processus d'interaction photon - absorbeur. Les trois principales composantes du spectre sont :

- Le pic d'absorption total, l'énergie du photon incident a été complètement absorbée dans une interaction photoélectrique
- Le fond Compton, ce fond résulte des interactions Compton des photons. Le photon diffusé s'échappe de l'absorbeur, seule l'énergie de l'électron est mesurée. Le fond s'établit entre 0 keV et le front Compton donné par l'énergie $E_\gamma - E_\gamma'$ pour un photon rétrodiffusé à 180°

- Les pics d'échappements, ils font suite à une interaction par effet photoélectrique où l'atome de l'absorbeur ionisé se désexcite en émettant des X qui s'échappent de l'absorbeur. Ils sont donc caractéristiques au matériau de l'absorbeur, un pic d'échappement a pour énergie

Équation 2-17

$$E_{ech} = E_{\gamma} - E_X$$

Où E_X est une des énergies X émises par l'atome excité de l'absorbeur. Ainsi dans un spectre EDS, le pic d'absorption total est à favoriser par rapport aux deux autres composantes, car il fournit une information directe sur l'énergie du photon incident. Ce pic est majoritairement constitué de photons ayant interagi par effet photo-électrique. Favoriser l'effet photo-électrique est possible en utilisant des absorbeurs de détecteur avec un numéro atomique élevé comme le montre équation 2-15 et figure 7.

Le fond Compton a pour conséquence d'augmenter les limites de détection pour les pics de faible statistique de comptage. Quant aux pics d'échappements, ils peuvent introduire des interférences avec d'autres pics.

2.2.4 Les détecteurs semi-conducteurs

Les détecteurs semi-conducteurs sont les détecteurs les plus couramment utilisés dans la spectrométrie en énergie des rayons X et gamma. Les détecteurs semi-conducteurs sont des EDS dont le principe de fonctionnement repose sur la création de paires électron-trou. Comme leur nom l'indique, ces détecteurs utilisent des matériaux semi-conducteurs. Les semi-conducteurs les plus couramment utilisés sont le germanium, le silicium, les CdTe ou les ZnTe. Pour comprendre le principe physique de ces détecteurs, cette section présentera la théorie des bandes d'énergie, puis le principe de fonctionnement des semi-conducteurs. Ensuite, cette section présentera les performances et limites des détecteurs semi-conducteurs.

2.2.4.1 Théorie des bandes

La théorie des bandes permet une distinction entre la bande de valence et la bande de conduction. Elle explique les propriétés conductrices des matériaux.

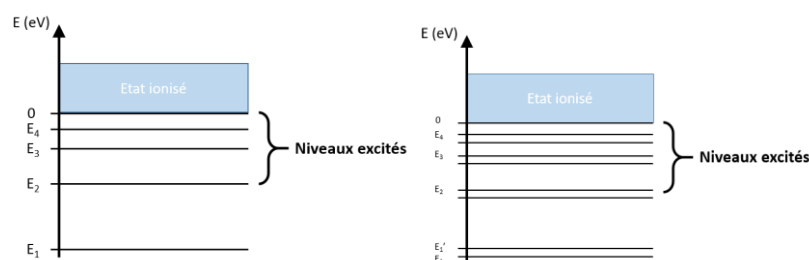


Figure 8 Configuration électronique d'un atome (à gauche) et de deux atomes voisins (à droite)

Comme indiqué figure 8, les électrons liés d'un atome possèdent des niveaux d'énergie bien définis. Les électrons ont besoin d'une énergie supérieure à leur énergie de liaison pour être éjectés, l'atome devient donc un ion. Chaque atome a une configuration électronique qui lui est propre. La figure 8 démontre que si un deuxième atome se loge à côté, les électrons des deux atomes interagissent entre eux, ce qui entraîne un léger décalage de leurs niveaux d'énergie. Décalage qui est la conséquence du principe d'exclusion de Pauli qui dit que deux électrons ne peuvent avoir le même état quantique et donc le même état énergétique.

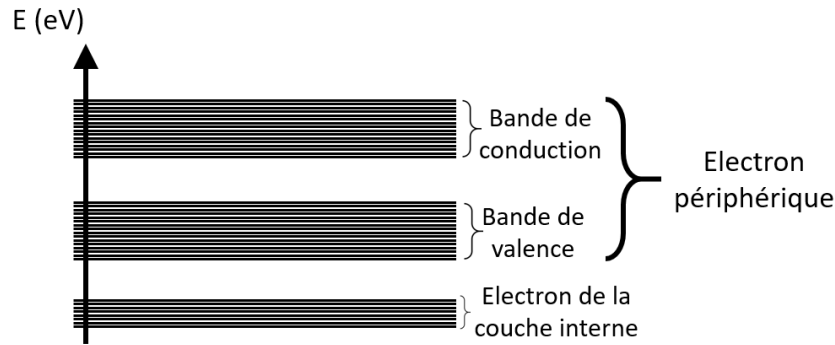


Figure 9 Bande de conduction et de valence d'un matériau

La figure 9 permet de rendre compte que plus il y a d'atomes dans le réseau cristallin plus il y a de niveaux d'énergie jusqu'à avoir une étendue continue de niveaux d'énergie. Une transition s'effectue de la configuration électronique à la théorie des bandes. Les électrons de la couche interne sont très proches du noyau et sont chimiquement inactifs. Les électrons périphériques peuvent se situer dans deux bandes d'énergie permises, la bande de valence et la bande de conduction. La distance en énergie entre ces deux bandes va classer le matériau soit conducteur, soit isolant, soit semi-conducteur.

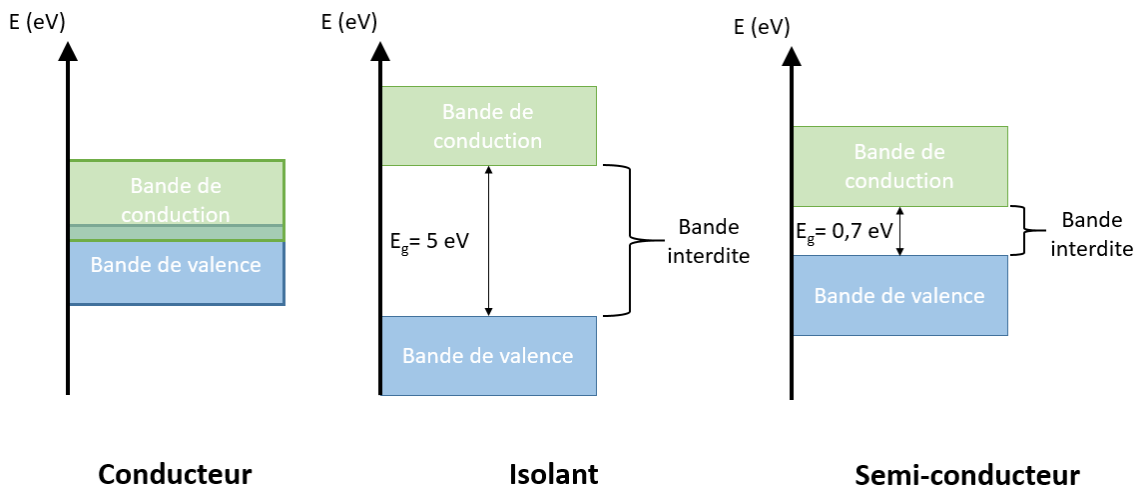


Figure 10 Théorie des bandes d'un conducteur, un isolant et un semi-conducteur

La figure 10 illustre la différence entre un conducteur, un isolant et un semi-conducteur. Dans le cas des conducteurs la bande de valence et la bande de conduction se chevauchent. Les électrons libres sont des électrons de la bande de valence qui se trouvent dans la bande de conduction sans apport d'énergie. Dans le cas des isolants la bande de conduction et la bande de valence sont éloignées l'une

de l'autre. La bande de valence est complètement remplie d'électrons et la bande de conduction est vide. Les deux bandes sont séparées par une large bande interdite, appelé un gap. Le gap est l'énergie nécessaire pour faire passer un électron de la bande de valence à la bande de conduction. Cela peut se faire en chauffant l'isolant à haute température ou en l'irradiant avec des particules énergétiques. Dans un semi-conducteur la bande interdite a une largeur beaucoup plus faible que dans un isolant. Les semi-conducteurs les plus utilisés sont le germanium et le silicium. Le germanium a un gap de 0,7 eV et le silicium de 1,1 eV. Il est possible de doper les semi-conducteurs pour ajouter un état d'énergie dans la bande interdite. Le dopage consiste à rajouter des impuretés ayant un électron en plus (type N) ou un en moins (type P). Le dopage de type N donne une bande donneuse d'électrons tandis que le dopage P donne une bande acceptrice d'électrons. Le dopage permet de moduler la conductivité du matériau.

2.2.4.2 Fonctionnement des détecteurs semi-conducteurs

Les détecteurs semi-conducteurs fonctionnent par création de paires électron-trou suite à l'absorption d'une particule ionisante. En effet, lorsqu'une particule excite un semi-conducteur, une quantité d'électrons de la bande de valence rentrent dans la bande de conduction. C'est la formation de paires électron-trou. En même temps un champ électrique est appliqué pour collecter les électrons et les trous à l'aide de deux électrodes qui appliquent une différence de potentiel.

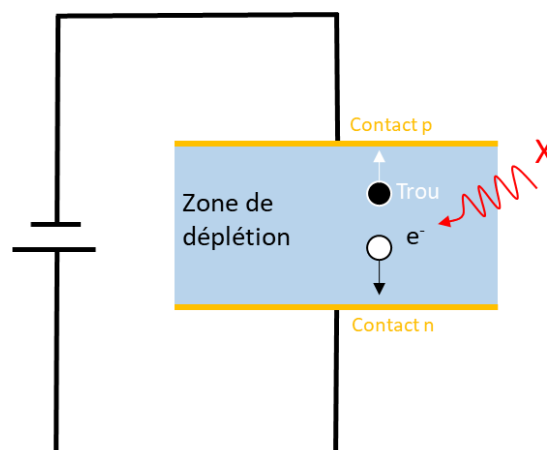


Figure 11 Schéma du fonctionnement d'un détecteur semi-conducteur

La figure 11 montre que les électrons et les trous sont récoltés par des électrodes, ce qui génère un signal électrique proportionnel à l'énergie de la particule incidente. En effet le nombre de paires électron-trou est proportionnel à l'énergie déposée dans le détecteur par la particule ionisante. La tension appliquée est préamplifiée et mise en forme par un amplificateur. Les mises en forme typiques permettent d'avoir un taux de comptage d'environ 10^5 à 10^6 coups par seconde. Les paires d'électron-trou sont créées dans la zone de déplétion. C'est la zone entre les deux électrodes, cette zone est soumise à une tension qui permet de collecter les paires électron-trou. Pour augmenter le rendement d'un semi-conducteur il faut choisir un matériau qui va avoir le plus d'interactions photoélectriques possible. Il faut donc un milieu absorbant ayant un grand nombre atomique. Cependant pour améliorer la résolution il faut un semi-conducteur ayant le gap le plus faible possible. Pour améliorer l'efficacité de collection de charge il faut diminuer la densité de pièges. En effet ces pièges sont dus aux impuretés

et aux défauts de stœchiométrie. Ils retiennent les électrons et les trous en cours de transit vers les électrodes pendant un temps τ qui peut être exprimé ainsi :

Équation 2-18

$$\tau = \frac{1}{\theta v N}$$

Avec θ la section efficace des pièges, N la concentration des pièges et v la vitesse thermique des porteurs de charge. Si le temps de capture des électrons et des trous par les électrodes est supérieur aux constantes de mise en forme de l'amplificateur, certains porteurs de charge ne participent plus à la formation du signal. Cela dégrade l'amplitude du signal et la résolution en énergie du détecteur. La recherche de semi-conducteurs toujours plus purs a mené aux détecteurs semi-conducteurs en germanium à haute pureté (HPGe). Les HPGe sont les détecteurs semi-conducteurs ayant la meilleure résolution. L'énergie nécessaire pour créer un état excité est relié au gap du semi-conducteur. Dans le meilleur cas, c'est-à-dire le germanium, l'énergie nécessaire pour créer une paire électron trou est de 2,96 eV en moyenne. Dans le cas du silicium l'énergie nécessaire est de 3,6 eV. Le nombre de paires électron-trou créées pour une énergie absorbée peut être exprimée ainsi :

Équation 2-19

$$N_{pair} = \frac{E_{abs}}{\varepsilon}$$

Avec N_{pair} le nombre de paires électron-trou, E_{abs} l'énergie absorbée par le semi-conducteur et ε l'énergie nécessaire pour créer une paire électron-trou. Etant donné que $\varepsilon = 2,96$ eV pour le germanium et le gap de 1,1 eV, seulement un tiers de l'énergie absorbée permet de créer des paires électron-trou. Le reste se dissipe sous forme de phonons, donc finalement de chaleur. Les fluctuations statistiques du nombre de paires électron-trou créées peuvent être quantifiés à l'aide du facteur de Fano F .

Équation 2-20

$$F = \frac{\sigma^2}{N_{pair}}$$

Avec σ^2 la variance du nombre de paires électron-trou créées. Ce facteur permet de tenir compte des autres états excités dans le matériau en compétition avec la création de paires, notamment l'excitation des phonons. Un faible facteur de Fano indique que le détecteur a une bonne résolution énergétique. Pour le germanium et le silicium il vaut environ 0,1. La résolution des semi-conducteurs est proportionnelle à $\sqrt{N_{pair}}$ et augmente avec $E_\gamma^{1/2}$. Dans le cas idéal il faut maximiser N_{pair} en minimisant ε . Cependant comme indiqué précédemment ε a une valeur propre au semi-conducteur. La résolution en énergie pour les HPGe peut atteindre 120 eV à 6 keV et de l'ordre de 500 eV à 100 keV. Aujourd'hui, les détecteurs semi-conducteurs sont proches de leurs limites théoriques en termes de résolution en énergie.

Concernant le rendement de détection des détecteurs à semi-conducteur, il est défini comme le rendement d'absorption totale ε_{abs} , soit la probabilité qu'un photon émis dépose toute son énergie dans le pic d'absorption totale du spectre. ε_{abs} est le produit de deux facteurs :

- le facteur de géométrie, soit la probabilité qu'un photon aille en direction de l'absorbeur, probabilité liée à l'angle solide entre la source et le détecteur ou son collimateur,
- le rendement intrinsèque ε_{int} , soit la probabilité qu'un photon en direction de l'absorbeur y dépose toute son énergie. Ce dernier peut être approximé par la loi de Beer-Lambert équation 2-15.

Les WDS ont une bien meilleure résolution, de plus ils sont plus linéaires que les EDS. Les EDS sont pourtant plus adaptés pour les mesures nécessitant un bon rendement de détection, c'est-à-dire pour des sources de photons peu intenses, par exemple pour la spectrométrie X et gamma de radionucléides. En effet, le rendement des EDS est bien supérieur à celui des WDS, à des énergies au-delà de quelques dizaines de keV, le rendement de ces derniers s'effondre. La mesure en énergie des EDS est une mesure relative, par conséquent le spectre doit être étalonné avec des raies de référence, de plus il peut être nécessaire de corriger la non-linéarité en énergie. Néanmoins, la résolution en énergie des semi-conducteurs est limitée. c'est pourquoi une autre famille de détecteurs, les détecteurs cryogéniques, a été développée ces deux dernières décennies pour la haute résolution en énergie. Les détecteurs cryogéniques sont abordés en détail dans le chapitre 3.

2.3 Applications des rayons X et gamma

Les rayons X et gamma sont utilisés ou étudiés dans l'industrie, en astrophysique, en médecine, dans la surveillance environnementale, en recherche fondamentale et dans bien d'autres domaines encore. Les rayons X et gamma sont les rayons électromagnétiques les plus énergétiques qui existent, ce qui peut les rendre dangereux, cependant les rayons X et gamma peuvent se révéler très utiles. En effet, les rayons gamma peuvent être utilisés pour stériliser des matériaux ou bien des aliments. En médecine, les rayons gamma sont utilisés pour traiter le cancer. En outre, les rayons X sont utilisés pour effectuer des imageries du corps, allant de la simple radiographie à la tomographie 3D, pour effectuer des diagnostics. Ainsi la manipulation de ces radiations sauve des vies. Par ailleurs les détecteurs à rayons X sont utilisés dans les aéroports et d'autres espaces protégés pour vérifier les bagages des passagers et ainsi garantir leur sécurité. Les détecteurs de rayons gamma sont essentiels en sûreté nucléaire et donc pour le bon fonctionnement des centrales nucléaires, mais aussi la sécurité du personnel. La mesure efficace des radiations gamma permet par exemple de détecter des fuites potentielles dans les centrales ou d'autres incidents et ainsi les corriger. Dans l'astrophysique de nombreux projets consistent à mesurer des photons X et gamma avec une très bonne résolution en énergie. Certains de ces projets ont besoin de détecteurs multi-pixels pour faire de la spectro-imagerie. En effet, ils permettent de mieux cartographier l'espace, d'identifier des comportements physiques inédits ou bien confirmer des théories. En recherche fondamentale de nombreux projets ont besoin de mesurer avec toujours plus de précision des rayons X et gamma pour aboutir. En effet, c'est le cas de l'électrodynamique quantique, de l'horloge nucléaire et de l'étude des particules fondamentales. Notamment, certains projets doivent mesurer les énergies absolues des raies X ou gamma avec une très faible incertitude. Ce n'est pas une chose facile, car il existe très peu de raies de référence connues avec une incertitude assez faible. Malgré les tables exhaustives de données X et gamma, les incertitudes sur les énergies absolues ne sont dans certains cas pas suffisamment faibles et de plus souvent sous-estimées. Quelques-uns des domaines de recherche fondamentale ayant besoin d'une précision très poussée sur les énergies absolues seront présentés dans les sections suivantes.

2.3.1 Electroynamique quantique

Les rayons X sont caractéristiques de la structure et de la nature du cortège électronique d'un atome. En conséquence, mesurer des photons X permet d'étudier le comportement et la structure d'un atome. Ainsi mesurer des photons X d'un atome exotique, hydrogénoïde ou muonique permet d'étudier le comportement d'un électron ou d'un muon dans un champ électrique intense, ainsi cela permet de vérifier des théories d'électrodynamique quantique. L'électrodynamique quantique (QED) est un domaine de la physique dont l'objectif est d'unifier l'électromagnétisme et la mécanique quantique. La QED est né lorsque Paul Dirac a tenté d'exprimer les interactions des radiations avec la matière, en effet, vers les années 1920 il modélise les champs électromagnétiques. Paul Dirac donne les outils nécessaires pour calculer les mécanismes impliquant des particules chargées et des photons. Cependant ces calculs comportent des erreurs dans certaines circonstances, c'est le cas dans les atomes hydrogénoïdes. De plus l'étude de photons X issus d'atomes muoniques permet de sonder la structure nucléaire et de vérifier les théories nucléaires avec précision, en particulier, ces études sont au cœur de l'énigme de la taille du proton [17].

2.3.1.1 Atomes hydrogénoïdes et Lamb shift

Un hydrogénoïde est un atome comportant un seul électron. Un hydrogénoïde va avoir un comportement unique non prédit par les équations de Dirac. En effet, Willis Lamb et Robert Retherford découvrent en 1947 un phénomène quantique qui affecte les niveaux d'énergie des électrons dans les atomes hydrogénoïdes.

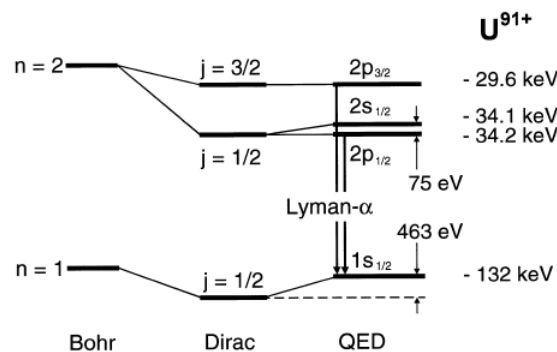


Figure 12 Structure fine des niveaux d'énergie dans l'Uranium hydrogénoïde, comparaison du modèle de Dirac et de la QED [13]

Le niveau p se dédouble en deux niveaux, $2p_{1/2}$ et $2p_{3/2}$. Il y a une déviation du niveau d'énergie $1s_{1/2}$: le « Lamb shift ». La désexcitation de ces niveaux conduit aux transitions électromagnétiques X nommées transitions de Lyman. Ces transitions ne sont pas prédites par les équations de Dirac. Pour expérimentalement confirmer d'autres calculs théoriques qui prennent en compte le Lamb shift il faut mesurer les transitions de Lyman avec une extrême précision, de l'ordre de 10^{-5} , soit avoir des pouvoirs de résolution de quelques milliers [18] [19]. Certaines tentatives ont été effectuées à l'aide de détecteurs semi-conducteurs [20] et des WDS [21].

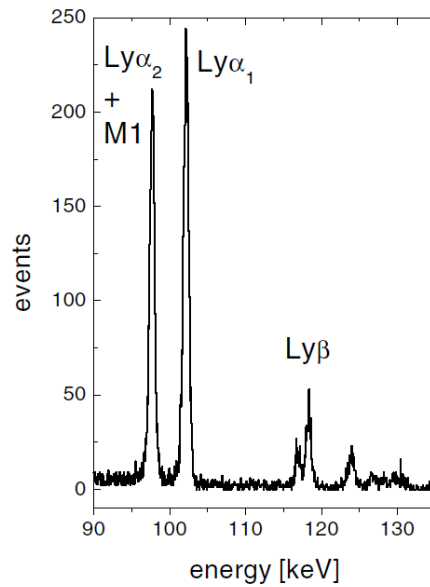


Figure 13 Spectre en énergie des transitions X d'un hydrogénoïde d'uranium U^{91+} [20]

La figure 13 représente un spectre obtenu grâce à des détecteurs semi-conducteurs en germanium. La résolution des détecteurs est de 500-650 eV à 122 keV. L'écart entre les transitions de Lyman $Ly\alpha_2$ et M1 est d'environ 75 eV. Etant donné que les deux raies ont un écart en énergie bien inférieur à la résolution du détecteur utilisé pour les mesurer, les deux pics interfèrent et ne peuvent pas être distingués.

Il est donc nécessaire d'utiliser des détecteurs ayant une résolution meilleure que celle des semi-conducteurs. C'est pour cela que d'autres mesures ont été effectuées avec des détecteurs cryogéniques ayant une résolution en énergie de 30-50 eV pour une mesure d'énergies de photons de 50-100 keV [22] [23]. Ces détecteurs permettent de distinguer les raies. Cependant, ils rencontrent un nouvel obstacle pour comparer précisément les énergies des transitions X mesurées à celles calculées à partir de la QED. En effet, ces détecteurs sont non-linéaires et leur non-linéarité doit être corrigée avec des étalons précis ayant une faible incertitude.

2.3.2 Atome muonique

Le noyau d'un atome est souvent représenté sous la forme d'une sphère. Or la forme d'un noyau peut énormément varier.

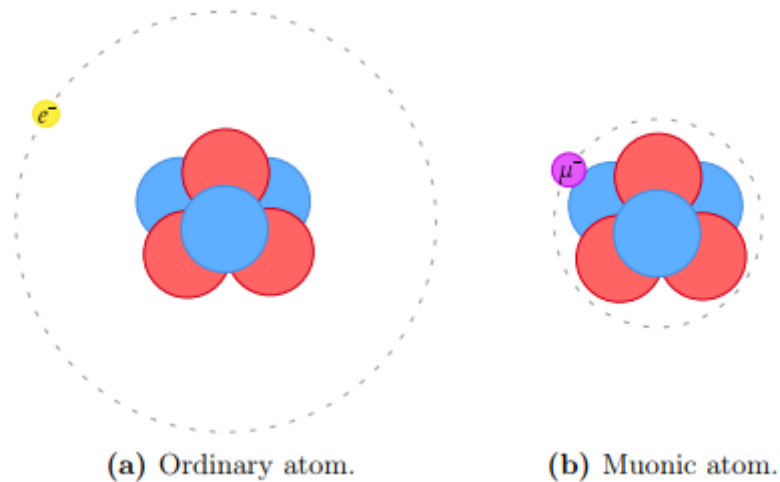


Figure 14 Illustration d'un atome hydrogénoïde et d'un atome muonique [24]

Pour estimer le rayon d'un noyau il est intéressant d'utiliser des atomes muoniques. Un atome muonique est un noyau ayant à la place de son cortège électronique un muon. Les muons ont des points communs avec les électrons. En effet, ce sont tous deux des particules fondamentales faisant parties de la famille des Leptons et ayant une charge négative 1 e. Cependant un muon est plus lourd qu'un électron : $m_{\text{muon}}=207m_e$ [24]. En conséquence, comme indiqué en figure 14 l'orbite du muon est plus proche du noyau qu'une orbite électronique classique. Cette proximité rend les atomes muoniques plus sensibles à la taille exacte du noyau. Le rayon de Bohr de l'atome est exprimé ainsi :

Équation 2-21

$$r_B = \frac{4\pi\epsilon_0\hbar n^2}{Ze^2m}$$

Z est le numéro atomique, e est la charge électrique, n est le nombre quantique principal, m est la masse de la particule du cortège électronique ϵ_0 est la permittivité diélectrique du vide, \hbar est la constante de Planck réduite.

Cette formule permet de conclure que r_B est proportionnel $1/m$ et que le rayon est donc 207 fois plus petit pour un atome muonique qu'un atome électronique hydrogénoïde. La taille non nulle du noyau provoque un décalage dans les niveaux d'énergie qui se manifeste par un décalage en énergie des rayons X observés.

Ce décalage est donné au premier ordre par ;

Équation 2-22

$$\Delta E = \frac{2(Z\alpha)^4}{3n^3} m^3 \langle r^2 \rangle$$

α : Constante de la structure fine

$\langle r^2 \rangle$: Moyenne du carré du rayon de charge du noyau

Ainsi comme le décalage en énergie est proportionnel à m^3 , le décalage des raies pour un atome muonique est 9 millions de fois plus grand que pour une atome électronique, ce qui permet de mesurer

précisément $\langle r^2 \rangle$ [25]. Une plus grande précision des rayons de noyaux mesurés permet d'approfondir la connaissance de la structure nucléaire et d'améliorer les modèles correspondants [26]. Par ailleurs cela permettrait de distinguer les corrections QED des effets nucléaires.

Pour mesurer cet écart en énergie il faut une incertitude inférieure à 0,002 %, soit moins que quelques 0,1 eV à des énergies entre quelques keV et plusieurs dizaines de keV selon la charge du noyau. Pour atteindre de telles précisions, la spectrométrie par WDS et EDS avec des semi-conducteurs n'est pas exploitable. Pour la première le rendement de détection est trop faible et pour la seconde la résolution en énergie est insuffisante. C'est pourquoi des projets développent des détecteurs cryogéniques [5,22,23,24,26], qui pourraient significativement réduire les incertitudes sur les rayons des noyaux grâce à leur résolution de quelques eV à quelques dizaines d'eV en dessous de 100 keV, comme le montre la figure 15. Néanmoins les détecteurs cryogéniques sont non-linéaires en énergie, ce qui nécessite une correction grâce à un étalonnage avec des raies étalons X ou gamma précisément connues.

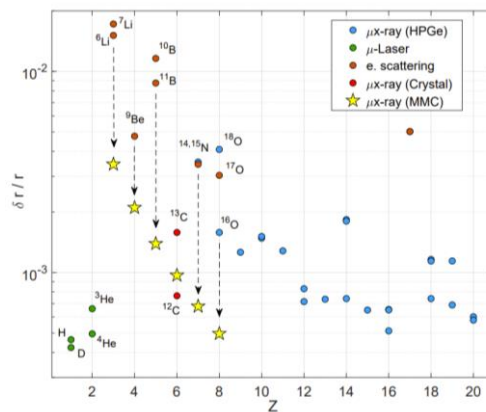


Figure 15 incertitude sur le rayon de noyau pour différente technologie de spectrométrie. Les étoiles montrent le gain potentiel par l'utilisation de détecteurs cryogéniques de type MMC [28]

2.3.3 Horloge nucléaire

Les horloges atomiques ont révolutionné la métrologie du temps dans les années 60 ; elles ont atteint une précision de 10^{-13} [29], soit 1 s pour 300000 ans. Cette précision a permis de redéfinir la seconde lors de la 13^{ème} conférence générale des poids et mesures [9]. Aujourd'hui, grâce aux horloges optiques, les meilleures incertitudes sont inférieures à 10^{-18} , correspondant à 1 seconde pour 30 milliard d'années [9].

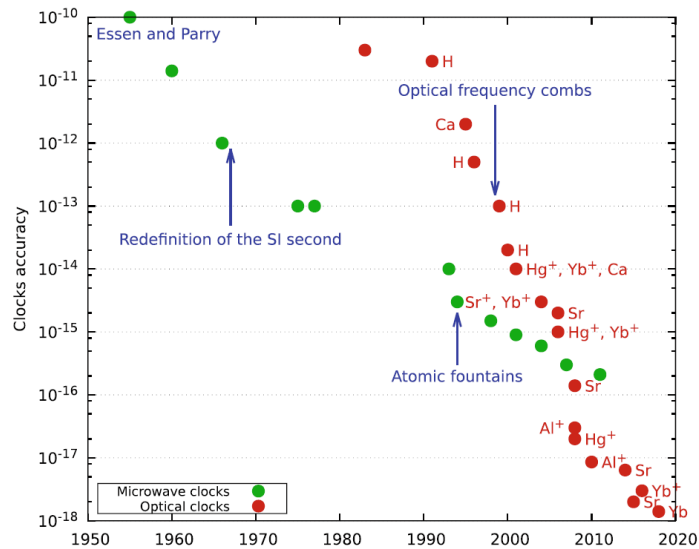


Figure 16 Horloges atomiques les plus précises en fonction des années de 1950 à 2020 [30]

La figure 16 montre qu'il y a une amélioration d'un ordre de grandeur tous les 10 ans. La figure met en évidence deux familles d'horloge atomique. Les horloges utilisant les transitions hyperfines d'un atome sont nommées horloges à micro-ondes et la seconde famille est celle des horloges optiques qui ont surpassé la première famille. Dans une horloge optique les atomes sont d'abord refroidis à des températures très proche du zéro absolu pour diminuer l'agitation thermique. Ensuite les atomes sont piégés dans un piège magnétique ou optique. Puis les atomes sont excités à l'aide d'un laser pour mesurer la transition entre deux états quantiques. C'est actuellement la méthode de mesure la plus précise qui existe. La précision des horloges atomiques permet leur intégration dans des domaines nécessitant une précision extrême. Les satellites sont un bon exemple de ces applications. En effet, les satellites utilisent les horloges atomiques pour naviguer dans l'espace. Les positions sont déterminées à l'aide du temps pris par une impulsion électromagnétique pour traverser une certaine distance. Plus la mesure du temps est précise et plus la navigation des satellites est précise. En améliorant la mesure du temps il sera également possible de mesurer les déformations de la croûte terrestre et ainsi prédire les tremblements de terre. La précision des horloges atomiques a pu donner naissance à la géodésie chronométrique [30]. De nouveaux progrès de mesure du temps permettront à de nombreux domaines d'améliorer leurs performances et contribueront peut-être même à la création de nouveaux domaines.

Un nouveau type d'horloge est en cours de développement. L'horloge nucléaire permettrait de mesurer le temps avec 10 fois plus de précision que les horloges atomiques actuelles. En effet, elles pourraient permettre d'avoir une incertitude de 10^{-19} s, c'est-à-dire 1 seconde pour 300 milliard d'années. Les horloges nucléaires utilisent la transition gamma avec la plus faible énergie connue jusqu'à maintenant. C'est la transition gamma d'environ 8 eV du ^{229m}Th . Pour exploiter l'horloge nucléaire il faut pouvoir connaître cette transition électromagnétique avec une très faible incertitude. Un détecteur cryogénique a été développé dans l'objectif de mesurer cette transition gamma. Ce détecteur, un calorimètre métallique magnétique, a une résolution en énergie de 10 eV à 60 keV, l'un de meilleurs pouvoirs de résolution jamais obtenus [8]. En mesurant quatre énergies de photons gamma issues de quatre niveaux gamma vers l'état isomérique et le fondamental, il est possible d'en déduire la transition de l'état isomérique E_{is} du ^{229m}Th à 8 eV figure 17.

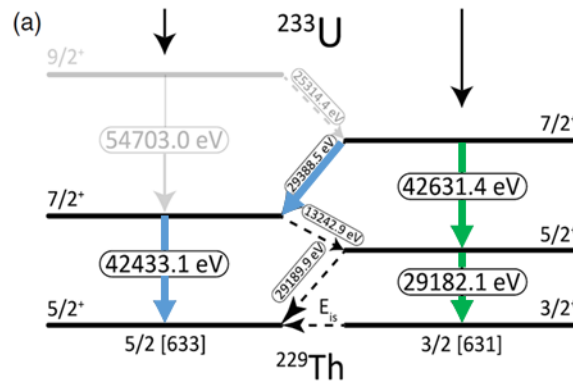


Figure 17 Niveaux de transitions gamma du ^{229m}Th vers l'état isomérique et vers le niveau fondamental [31].

Cependant, il faut tenir compte de la non-linéarité en énergie du détecteur, pour ce cas, par exemple, il fallait corriger la raie à 60 keV de près de 600 eV. Pour corriger cette non-linéarité il faut étalonner l'échelle en énergie avec des raies étalons X et gamma extrêmement bien connues pour minimiser l'incertitude. La mesure a permis d'évaluer l'énergie de l'état isomérique du ^{229m}Th à 8,10 (17) eV, l'incertitude étant en partie limitée par la correction de non-linéarité.

2.4 Tables d'énergie X et gamma

Comme nous venons de la présenter en 2.3.3, que ce soit pour la mesure de transitions X issues d'atomes exotiques ou pour l'étude des transitions gamma du ^{229m}Th , de nouvelles technologies de détecteurs sont développées pour atteindre des précisions de quelques ppm pour des énergies entre 1 keV et 200 keV. Ces détecteurs dits cryogéniques ont une excellente résolution qui est indispensable pour viser ces précisions, mais ils sont non-linéaires et un étalonnage précis est requis avec des raies X et gamma étalons ayant des incertitudes bien inférieures à 0,5 eV et réparties sur toute la gamme en énergie étudiée. Dans la partie qui suit, nous allons présenter les tables de raies X et gamma avec leur niveau d'incertitude en énergie.

2.4.1 Historique des unités de longueur d'onde

Sachant que les premières mesures de longueur d'onde de photons X sont anciennes, le spectromètre de Bragg datant de 1913, qu'elles sont relativement simples à mettre en place et basées sur une loi simple, les mesures de longueurs d'onde ont été extrêmement nombreuses. En revanche, leur comparaison et leur évaluation est un véritable casse-tête du fait des variétés des unités et des évolutions des constantes fondamentales utilisées. Il y a une grande disparité entre les 2700 valeurs de raies X mesurées avant 1967, ce qui a nécessité un travail considérable aux évaluateurs pour compiler les tables d'énergies X [32] [10].

Pour mesurer la longueur d'onde d'une raie X ou gamma à partir de la loi de Bragg, les expérimentateurs utilisaient l'unité X de symbole xu. Cette unité a été introduite par Siegbahn en 1919 [33]. L'unité xu se base sur les cristaux de calcites. En effet, ces cristaux étaient très souvent utilisés par les spectromètres. L'unité a été définie comme la fraction 1/3029,04 de l'espacement des 200

plans cristallins d'un calcite à 18 °C. Néanmoins, cette unité dépendait de la qualité des cristaux de calcite, d'après une étude effectuée en 1930 [10], il y a une variation d'au moins 6 ppm entre les meilleurs cristaux. De plus, il est apparu que le facteur de conversion variait de 1.10^{-4} nm/xu et que ce facteur n'était pas le même pour toutes les longueurs d'onde. En effet les longueurs d'onde les plus courtes et les plus élevées n'ont pas la même échelle d'énergie relative. Les raies de référence utilisées pour les petites et grandes longueurs d'onde ne sont pas les mêmes. Deux étalons X ont été fixés à des valeurs de xu particulières. Le Mo $K\alpha_1$ a été fixé à 707,831 xu, ce qui veut dire que 1 xu valait $1,002\ 099\ 52(53) \times 10^{-13}$ m [34] avec cet étalon pour les mesures X de quelques dizaine de keV. Le deuxième étalon fixé est le Cu $K\alpha_1$ qui vaut 1537,400 xu. Avec cet étalon 1 xu vaut $1,002\ 076\ 97(28) \times 10^{-13}$ m [34] pour les mesures autour du keV. En conséquence, selon l'étalon choisi l'unité n'a pas la même valeur. Cela crée des incertitudes supplémentaires induites par le système d'unité. De plus, en utilisant cette unité xu, les expérimentateurs assument que tous les cristaux en calcite ont la même constante inter-réticulaire d dans la loi de Bragg. Comme Bearden l'explique dans son évaluation de 1967 [10], il serait possible de fixer que Cu $K\alpha_1 = 1,000000$ unité xu mais cela rajouterai des facteurs de conversion et des incertitudes supplémentaires inutiles. En conséquence, il faudra exprimer la longueur d'onde en angström ou en mètre. En effet, une longueur d'onde absolue pouvait être exprimée à quelques ppm près. Une longueur d'onde absolue servant de référence a donc été établie en mètre et angström basée sur la longueur d'onde du W $K\alpha$ choisie comme raie de référence quelle que soit la gamme en énergie. La longueur d'onde du W $K\alpha$ est symétrique et moins sensible aux imperfections d'un cristal que les autres raies. De plus, c'est un excellent étalon pour les raies gamma. Suite à cela, de nombreuses raies X et gamma ont été mesurées avec précision mais il y avait encore de nombreux défauts.

L'interférométrie optique à rayons X et les comparateurs de réseaux cristallins ont été mis au point pour mesurer précisément les distances inter-réticulaire des cristaux indépendamment de la longueur d'onde des rayons X. En utilisant simultanément un interféromètre à rayons X à balayage et un interféromètre optique, il est possible de mesurer l'espacement du réseau d'un cristal dans le système métrique. Une mesure diffractométrique de l'angle de Bragg du cristal étudié par interférométrie permet de déterminer la longueur d'onde dans le système métrique, ce qui a permis de relier directement les anciennes unités et les longueurs d'onde des rayons X à la définition du mètre du Système International d'unités [35]. En effet, avant 1971 une raie gamma mesurée pouvait avoir une grande disparité de mesure selon les expérimentateurs.

Lors de la 4^{ème} conférence internationale des masses atomiques et des constantes fondamentales en 1971, il est devenu clair que les progrès en précision de la spectroscopie X et gamma étaient limités par un manque d'uniformité et de précision des raies de référence utilisées. Pour remédier à cela un groupe de travail a été établi en 1972 par la commission des masses atomiques et des constantes fondamentales IUPAP [36]. Ce groupe était chargé de produire et recommander un ensemble cohérent d'étalons pour la spectroscopie gamma. Une liste d'étalons a ensuite été publié en 1979 [36]. Les énergies mesurées ont été étalonnées par le NIST (US National Institute of Standards and Technology). L'un des membres du groupe du projet IUPAP et de la publication de 1979 nommé Helmer a sorti une autre publication en 2000 [11], qui est la référence la plus utilisée pour les énergies des raies gamma dans les tables de données de décroissance [37][38]. Un travail d'évaluation des raies X sera fait à plusieurs reprises par Deslattes, la plus récente date de 2003 [39]. Helmer en fera autant pour les raies gamma en 1979 [36] et une nouvelle version en 2000 [11].

2.4.2 Evaluation des énergies X et gamma

2.4.2.1 Evaluation des énergies gamma

Les données recommandées dans la plupart des bases de données s'appuient sur les valeurs recommandées par Helmer et van der Leun dans la publication de 2000. Elle se compose de deux parties, l'une sur l'évaluation des énergies gamma à partir des valeurs mesurées à l'aide de spectromètres à dispersion de longueur d'onde, et l'autre sur l'évaluation des énergies gamma obtenues par spectrométrie à dispersion d'énergie avec un détecteur à semi-conducteur.

La première partie révisé les données de la publication de 1979 [36] et propose de nouvelles valeurs [11]. La révision est nécessaire car il y a une mise à jour des constantes fondamentales, notamment la distance inter-réticulaire d du cristal Si utilisée par le NIST et d'autres utilisateurs de spectromètres. Cela affecte les valeurs relatives et absolues en énergie gamma fournies dans la publication. La constante d du cristal a été déterminée à l'aide de la méthode d'interférométrie X proposée dans la référence [40]. La constante d a été déterminée par Deslattes [41] [42] puis corrigée par Kessler. Cohen et Taylor ont effectué une évaluation des constantes d . Ils ont ainsi déterminé que la valeur de Kessler est plus cohérente. En conséquence les auteurs choisissent la valeur de Kessler après ajustement des constantes fondamentales par Cohen et Taylor [43]. La valeur sélectionnée est $d(220) = 0,192015540(40)$ nm. Le facteur de conversion énergie-longueur d'onde, qui était la source d'incertitude la plus importante, a été ajusté. En effet l'incertitude passe de 2,6 ppm à 0,3 ppm. En cumulant avec l'ajustement des constantes fondamentales et du paramètre d du cristal en Si, il y a un écart de 5,8 ppm entre les valeurs de 1979 et celles de 2000. La majorité des mesures des énergies sont étalonnées à l'aide de la raie gamma de 412 keV du ^{198}Au dont le facteur de conversion de $1,23984244(44) \times 10^{-6}$ eV.m provient de Cohen et Taylor [33].

Helmer et van der Leun évaluent dans un premier temps les longueurs d'ondes des raies gamma mesurées à l'aide d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde. Ils proposent deux tableaux, le premier contient des valeurs mesurées par le NIST à l'aide d'un spectromètre à double cristaux plans. Ces longueurs d'ondes sont corrigées après analyse des angles de diffraction et ajustement de la constante d . Le deuxième tableau contient des valeurs de longueur d'onde relatives mesurées par de nombreux expérimentateurs. Ces raies de références sont étalonnées à l'aide de la raie gamma du ^{198}Au qui a été mesurée par le NIST et a une longueur d'onde de $3,0107729(9)$ pm soit une énergie de $411,80205(17)$ keV. Les deux auteurs appliquent différentes méthodes pour déterminer les valeurs en énergie des transitions gamma évaluées. La méthode utilisée dépend du nombre de mesures d'une raie et si elle est issue d'une cascade de transitions gamma. Lorsqu'il n'y a qu'une seule mesure, la longueur d'onde est simplement convertie en énergie. Si le photon gamma n'est issu que d'une seule transition gamma et si elle est mesurée par plusieurs expérimentateurs, les valeurs des longueurs d'ondes les plus cohérentes sont sélectionnées pour calculer la moyenne pondérée.

Si le photon gamma appartient à une cascade de transitions gamma alors Helmer utilise la dépendance entre les valeurs des niveaux d'énergie pour en déduire des valeurs des énergies des photons gamma mesurés et issus de la cascade de photons. Comme l'illustrent la figure 18 et équation 2-23, la mesure de deux photons gamma γ_4 et γ_6 permet de déterminer la valeur d'un troisième niveaux d'énergie E_2 . Ce niveau en énergie peut aussi être déterminé à partir de γ_5 . Si plusieurs expérimentateurs mesurent

γ_4 et γ_6 et qu'une pondération est effectuée pour les photons, il se peut que la valeur de E_2 et son incertitude déterminées à l'aide de γ_4 et γ_6 ne correspondent pas à la raie γ_5 . Helmer et van der Leun effectuent une correction en rééquilibrant les niveaux d'énergies pour que le schéma gamma soit cohérent.

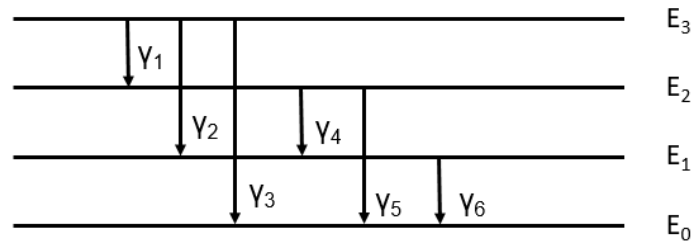


Figure 18 Illustration des niveaux d'énergie et des émissions gamma d'un noyau

Équation 2-23

$$E_{\gamma_5} = E_2 - E_0 + E_r$$

Avec E_{γ_5} l'énergie du photon gamma 5, E_2 et E_0 deux niveaux d'énergie du noyau et E_r l'énergie de recul du noyau. Enfin, il utilise le facteur de conversion pour convertir les valeurs de longueur d'onde en énergie, à l'aide de la relation $E = hc/\lambda$ et des constantes fondamentales fournies par CODATA [34]. Le facteur de conversion vaut $1,23984244 \times 10^{-6}$ eV.m en 1999, il est aujourd'hui de $1,239841984332 \cdot 10^{-6}$ eV.m, ce qui change les énergies d'environ 0,37 ppm. Le facteur de conversion hc est sans incertitude puisque les constantes fondamentales, la constante de Planck et la vitesse de la lumière, sont considérées comme exactes.

La deuxième partie de l'évaluation de 2000 concerne les photons gamma mesurés à l'aide de détecteurs à semi-conducteur en Germanium. Certaines raies sont mesurées par Helmer lui-même, Notamment la fameuse raie gamma de ^{241}Am à 59,5409 (1) keV ayant une très faible incertitude. De plus, contrairement aux raies gamma mesurées à l'aide de spectromètre à dispersion de longueur d'onde, les raies mesurées à l'aides des semi-conducteurs sont souvent obtenues par un seul expérimentateur qui d'ailleurs est souvent Helmer lui-même, cela rend difficile la détermination de la reproductibilité de la mesure. L'exploitation de mesures obtenues par des détecteurs à semi-conducteur est rendue difficile car la relation entre canal de l'analyseur multicanaux et énergie n'est pas linéaire, le gain de l'électronique peut fluctuer, et la position de la centroïde des spectres peut varier avec la position de la source. Pour atténuer ces biais, les valeurs d'énergies sont déterminées à partir de nombreuses différences entre les énergies tabulées et les énergies à mesurer. Un ajustement est effectué par la méthode des moindres carrées pour en déduire à la fois l'énergies des raies gamma et leurs incertitudes. En faisant cela, les auteurs supposent que les erreurs systématiques sont incluses dans le traitement statistique des données.

En 2020, une mesure de la raie 59,54 keV de ^{241}Am a été effectuée à l'aide d'un détecteur cryogénique MMC ayant une résolution de 38 eV [44]. La valeur obtenue de 59,5393 (4) est plus faible de 1,6 eV que la valeur recommandée par Helmer et van der Leun de 59,5409 (1) keV, obtenue par un détecteur à semi-conducteur. Cet écart permet de constater qu'il est nécessaire d'effectuer de nouvelles mesures des raies gamma évaluées à partir de mesures réalisées par des semi-conducteurs pour vérifier la répétabilité des mesures.

2.4.2.2 Evaluation des énergies X

Deslattes compile et évalue les données des transition X des couches K et L de radionucléides ainsi que leur seuil d'absorption dans [39]. La dernière compilation avant celle de Deslattes a été effectuée il y a 35 ans [10]. Dans cette compilation, la majorité des données étaient entièrement basées sur des données expérimentales. De plus le lien entre les rayons X et les rayons optiques tabulés reposait sur des données tabulées ayant une faible précision. Deslattes fait une compilation une fois que l'interférométrie combinée des rayons X et optiques a permis de lier avec précision les espacements cristallins aux longueurs d'onde optiques, et à travers celles-ci à la définition du mètre dans le Système International (SI) des unités. Deslattes combine des calculs théoriques avec des mesures expérimentales de haute précision. Il a notamment montré que les effets relativistes jouent un rôle significatif dans les énergies de transition, notamment dans les atomes lourds. En effet de nouveaux outils mathématiques permettaient enfin de résoudre les problèmes relativistes à plusieurs corps pour ainsi les prendre en compte dans les calculs des énergies de transition [45],[46].

Les états des atomes lorsqu'un électron laisse une lacune dans une couche pour des atomes ayant un Z entre 10 et 100 peuvent être calculés en considérant les cinq contributions dont l'influence évolue selon le numéro atomique de l'atome. Ces contributions sont :

- La taille du noyau. En effet, dans les atomes lourds la répartition de charge dans le noyau n'est plus ponctuelle, ce qui modifie l'énergie des électrons (surtout ceux de la couche interne).
- Les effets relativistes avec les corrections de l'énergie de Coulomb (énergie associée à l'attraction électrostatique entre les charges électriques) et l'énergie magnétique qui se réfèrent aux interactions magnétiques qui se manifestent entre les charges en mouvement, et l'énergie due au fait que les changements dans le champ électromagnétique ne se propagent pas instantanément.
- Les corrélations de Coulomb et Breit. La corrélation de Coulomb décrit les interactions électron-électron du cortège électronique, tandis que la corrélation de Breit est une correction relativiste basée sur l'interaction coulombienne.
- Les corrections radiatives. Elles sont issues de la correction de l'électrodynamique quantique, comme le décalage de Lamb et d'autres effets.
- Le décalage Auger, qui fait référence à une modification de l'énergie des électrons en raison de la redistribution de l'énergie lors de la transition Auger.

Les calculs théoriques sont effectués pour des atomes isolés dans le vide alors que les radionucléides sont souvent mesurés dans des solides ou des composés chimiques liquides. De plus les limitations des calculs empêchent de prendre en compte l'effet du couplage entre un trou interne et des électrons des couches externes (3d et 4f). Pour surmonter ces limitations, Deslattes se concentre sur le calcul de la moyenne pondérée de l'énergie pour chaque trou en ignorant les possibles distorsions du profil des raies spectrales qui pourraient être causées par le couplage entre les couches internes et externes. Cela introduit une incertitude que Deslattes prend en compte. L'incertitude des calculs des énergies X est de l'ordre de 1 à 2 eV, alors que les énergies évaluées à partir de valeurs expérimentales ont des incertitudes plus d'un ordre de grandeur plus faible. Parmi les différentes transitions X, les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ ont les plus faibles incertitudes souvent bien inférieures à 0,2 eV selon le numéro atomique ; elles pourraient servir de raies d'étalonnage. En revanche, les raies X L sont bien trop complexes et les raies

$K\beta$ ont souvent un profil asymétrique, de plus leurs incertitudes sont plus importantes que pour les raies $K\alpha$.

2.4.2.3 Bibliographie sélective de raies gamma

2.4.2.3.1 Pourquoi les raies gamma plutôt que les raies X

Les raies X, notamment les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$, sont relativement bien connues et s'étalent de manière homogène entre 0 et 100 keV selon le numéro atomique de l'élément excité. Elles sont mieux connues que les raies gamma car elles ont été mesurées par des WDS haute résolution. Néanmoins, il y a plusieurs désavantages à utiliser des raies X comme étalons :

- Elles ont une largeur naturelle non négligeable due au principe d'incertitude d'Heisenberg, l'incertitude sur l'énergie est plus grande car la durée de vie des niveaux excités est faible.
- les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ sont émises avec d'autres raies, $k\beta$, plus larges, et moins bien connues et moins utiles pour l'étalonnage, elles peuvent interférer avec d'autres raies.
- Enfin les énergies X sont tabulées pour une configuration électronique donnée, pour des atomes ayant une seule lacune dans le cortège, or les atomes peuvent avoir des ionisations multiples, notamment par effet shake-off ou shake-up, ce qui change l'énergie des X émis et décale la centroïde des pics [47].
- L'incertitude des raies X augmente avec le numéro atomique, car les raies X énergétiques sont plus difficiles à mesurer avec des WDS. De plus, il n'y a pas de raies X tabulées au-delà de 120 keV.

Etant donné que les raies gamma sont souvent plus énergétiques et issues de sources moins intenses que les raies X, elles n'ont en général pas été mesurées par WDS, à l'exception de quelques radionucléides. En conséquence la majorité des énergies gamma a été mesurée à l'aide de détecteurs semi-conducteurs. Elles ont donc en général une plus grande incertitude en énergie que les rayons X, cf. tableau 2. Un autre désavantage des raies gamma est qu'il est plus difficile d'avoir un flux intense de photons gamma, car cela nécessite des sources radioactives très actives, alors que les raies X intenses peuvent être produites par un tube à rayon X ou par un synchrotron.

Néanmoins, les raies gamma sont des raies de choix pour l'étalonnage, notamment à des énergies supérieures à 100 keV. Il est donc intéressant de les mesurer avec précision et ainsi permettre à de nombreux projets de physique d'améliorer leur étalonnage et donc la correction de non-linéarité de leurs détecteurs.

Tableau 2 Bibliographie des radionucléides à sélectionner

Radionucléide	Energie retenue (keV)	Evaluation	Détecteur utilisé
⁵⁷ Co	14,41295(31) keV	Déduit à l'aide du schéma de désintégration	WDS
	122,06065(12) keV	Corrigée par Helmer dans [11]	
	136,47356(29) keV	Corrigée par Helmer dans [11]	
¹⁰⁹ Cd	88,0336(10)	Corrigé par Helmer dans [11] tableau 4 (p. 40)	WDS
¹²⁵ I	35,4922(5)	Valeur trouvée sur [48] p1008-1009	
¹²⁹ I	39,578(4)	Les évaluateurs V. P. Chechev and V. O. Sergeev ont retenu la valeur suivante cf [49]	EDS
¹⁵⁵ Eu	86,5479(10)	Les évaluateurs de DDEP ont retenu la valeur suivante cf. [50]	WDS
	105,3083(10)	Les évaluateurs de DDEP ont retenu la valeur suivante cf. [50]	
¹⁶⁹ Yb	63,12044 (4)	Ces 3 énergies gamma sont fournies par Helmer dans [51](p.41, table 4).	WDS
	93,61447(8)		
	109,77924(4)		
²⁴¹ Am	59,5409(1)	Cette valeur a été fournie par DDEP [52] dont le commentaire utilise la valeur issue de [53]	EDS
¹⁶¹ Tb	25,65135(3)	Helmer adopte ces valeurs dans [11]	WDS
	48,91533(5)		
	74,56669(6)		
²⁴³ Am	43,53(2)	Les valeurs adoptées sont les moyennes pondérées des valeurs fournies par Irshad Ahmad dans [54] et J.C.Pate dans [55] :	EDS
	74,66(2)		
	86,71(2)		
¹⁷⁰ Tm	84,25474 (8)	Cette valeur a été fournie par Helmer [11]	WDS
¹⁷² Hf	81,7509(5)	Helmer dans [11]	EDS
	90,6434(19)		
¹³³ Ba	80,9979(11)	DDEP [56] révisé les valeurs de Helmer et de Wesselborg [57]	EDS
²¹⁰ Pb	46,539(1)	Cette énergie a été mesurée par Helmer à l'aide d'un détecteur semi-conducteur en germanium [11]	EDS

Les données des radionucléides présentées dans le tableau 2 proviennent en majorité des évaluateurs de DDEP (Decay Data Evaluation Project)[37]. Ces évaluateurs ont soit évalué différentes valeurs

obtenues par divers expérimentateurs, soit sélectionné les valeurs de la publication de Helmer [11], qui a lui-même évalué ou mesuré les valeurs. La majorité des valeurs évaluées ont été mesurées par des détecteurs WDS. Les valeurs directement mesurées par Helmer sont en majorités mesurées par des détecteurs semi-conducteurs.

Les détails de la bibliographie des radionucléides du tableau 2 sont présentés dans l'annexe partie 7.

3 Les détecteurs cryogéniques

Pour mesurer précisément l'énergie des raies X et gamma, il faut à la fois une bonne statistique de comptage et une bonne résolution puisque l'incertitude sur la raie mesurée est donnée $\Delta E_{FWHM}/2,35\sqrt{N}$, ΔE_{FWHM} est la largeur à mi-hauteur du pic et N est le nombre d'évènements dans le pic. Les détecteurs cryogéniques sont une alternative aux spectromètres à dispersion d'énergie et aux semi-conducteurs car ils combinent à la fois la résolution des spectromètres à dispersion d'énergie et le rendement de détection des semi-conducteurs pour la statistique de comptage. De plus, les photons gamma étant émis par des sources radioactives, l'utilisation d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde nécessite des sources extrêmement actives, probablement au-delà des autorisations du laboratoire.

3.1 Principe de fonctionnement

Il existe deux types de détecteurs cryogéniques : les détecteurs cryogéniques thermiques ou proche de l'équilibre thermodynamique et les détecteurs cryogéniques hors équilibre. Les premiers mesurent l'énergie déposée par une particule sous forme d'une élévation de température et les seconds un nombre d'états excités hors équilibre, à l'instar des détecteurs semi-conducteurs. Nous n'aborderons pas ces derniers, ils sont peu adaptés à la spectrométrie de photons au-dessus de quelques keV ou à la spectrométrie haute résolution. Parmi eux, on peut citer les STJ (superconducting tunnel junction), dont le principe repose sur la mesure de paires de Cooper, quanta d'excitation dans un supraconducteur, ils ont une haute résolution et un taux de comptage élevé mais, un rendement très faible pour les photons au-delà de quelques keV.

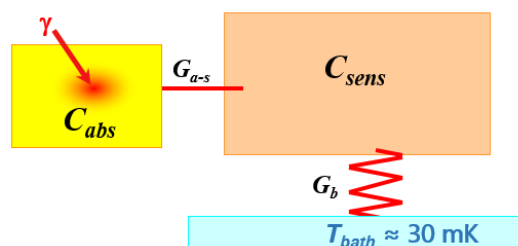


Figure 19 Schéma thermodynamique d'un détecteur cryogénique

Un détecteur cryogénique thermique mesure une élévation de température ΔT proportionnelle à l'énergie absorbée. Comme indiqué figure 19, il est constitué d'un absorbeur et d'un senseur. L'absorbeur a pour fonction d'absorber l'énergie des particules incidentes. Il est fortement couplé thermiquement à un senseur qui joue le rôle de thermomètre. L'ensemble de l'absorbeur et du senseur est faiblement couplé thermiquement à un bain thermique ayant une très basse température, inférieure à 100 mK. Le système thermodynamique peut être schématisé comme indiqué figure 19 : l'absorbeur possède une capacité thermique C_{abs} , couplée thermiquement via une inductance thermique G_{a-s} à la capacité thermique du senseur C_{sens} . Le senseur (ou dans certains cas l'absorbeur) sont couplés au bain via l'inductance G_b , appelée aussi fuite thermique. Un mode de fonctionnement

optimal nécessite que les conductances satisfassent la condition $G_{a-s} \gg G_b$. La constante de temps de retour à l'équilibre thermique τ_d peut être exprimée ainsi :

Équation 3-1

$$\tau_d = \frac{C}{G_b}$$

où $C = C_{abs} + C_{sens}$.

Deux modes de fonctionnement sont possibles avec les détecteurs cryogéniques selon le taux de particules absorbées ν_x , le temps moyen entre deux particules absorbées $\tau_x = \nu_x^{-1}$ et la constante de temps τ_d . En effet, lorsque $\tau_x \ll \tau_d$ alors le détecteur est en mode bolométrique. Ce mode est utilisé pour mesurer la puissance d'un flux de particules. Cela est utile pour mesurer par exemple le fond diffus cosmologique ou un flux de photons dans des accélérateurs synchrotron.



Figure 20 Signal d'un bolomètre

Comme l'indique la figure 20 le signal mesuré d'un bolomètre est un plateau dont l'amplitude est l'élévation de température $\Delta T = P_i / G_b$, où P_i est la puissance reçue par l'absorbeur. Dans ce cas-là, le temps de montée vaut $\tau_m = C / G_b$. Ici, il faut avoir le G_b le plus faible possible afin de maximiser ΔT et ainsi le rapport signal sur bruit. Si $\tau_x > \tau_d$ alors le détecteur est en mode calorimétrique. Ce mode est utilisé pour mesurer l'énergie de chaque photon. Ces détecteurs sont utiles pour la spectrométrie en énergie à haute précision.

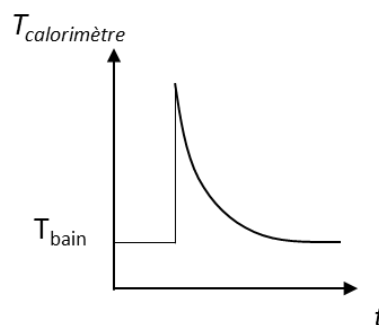


Figure 21 Signal d'un détecteur cryogénique en mode calorimètre

Comme l'indique la figure 21, le signal a la forme d'une impulsion dont l'amplitude est l'élévation de température $\Delta T = \frac{E}{C}$. Les conductances thermiques indiquées dans la figure 19 ont un impact direct sur la forme du signal. En effet, il est nécessaire d'avoir un fort lien thermique entre l'absorbeur et le

capteur pour transférer la chaleur de l'absorbeur vers le capteur le plus rapidement possible et avoir le moins de perte de chaleur possible vers le bain thermique. Cela permet aussi un temps de montée plus rapide. A l'inverse, la conductance thermique entre le bain thermique et le capteur est faible pour ne pas dissiper la chaleur trop rapidement et ainsi perdre de l'information. Cela permet donc de maximiser le signal. Cependant, si le lien thermique est trop faible, alors le temps de retour à l'équilibre thermique sera trop long et il y aura empilement des impulsions ou diminution du taux de comptage acceptable.

Que ce soit un bolomètre ou un calorimètre, un détecteur cryogénique thermique possède une source de bruit intrinsèque : le bruit lié aux fluctuations thermodynamiques de l'énergie interne du détecteur avec le bain au travers de la fuite thermique. Le bruit thermodynamique impose la limite fondamentale à la résolution d'un détecteur cryogénique thermique. Pour un bolomètre, il s'exprime en puissance de bruit équivalente (noise equivalent power, NEP) en $W/Hz^{1/2}$:

Équation 3-2

$$NEP = \sqrt{k_B T^2 G_b}$$

Et pour un calorimètre, la résolution en énergie ΔE_{FWHM} :

Équation 3-3

$$\Delta E_{FWHM} = 2,35 \sqrt{k_B T^2 C}$$

Cette résolution est la limite fondamentale des calorimètres. Rechercher la meilleure résolution revient à maximiser le rapport signal sur bruit. Dans ces deux modes, pour maximiser le signal et diminuer le bruit, il est impératif de diminuer la température d'équilibre donnée par le bain thermique. De plus, pour un calorimètre, il faut diminuer C , or, pour beaucoup de matériaux, la capacité diminue avec la température. C'est pour cela que la température de fonctionnement des détecteurs cryogéniques est généralement inférieure à 100 mK. Diminuer la température du détecteur à une température inférieure à 100 mK permet donc d'une part de maximiser le signal et d'autre part de diminuer le bruit. Dans les deux cas, cela améliore la résolution du détecteur.

3.2 Principaux types de senseurs de détecteurs cryogéniques

Il y a trois grands types de calorimètres qui se distinguent par leur senseur. En effet, il y a les thermistances, des senseurs semi-conducteur dopé, les senseurs à transition supraconductrice (Transition Edge Sensor, TES) qui ont un senseur en film mince supraconducteur, et les calorimètres métalliques magnétiques (metallic magnetic calorimeter, MMC) qui ont un senseur paramagnétique.

3.3 Les thermistances

Les thermistances sont des senseurs en semi-conducteur dopés utilisés depuis plus de 70 ans. Auparavant, les détecteurs thermiques manquaient de thermomètres à haute sensibilité. En effet, les thermocouples et les résistances métalliques utilisés en dessous de la température ambiante perdaient rapidement en sensibilité aux très basses températures. Les thermistances à semi-conducteur ont quant à elles une résistance qui augmente drastiquement à faible température. Une

fois les problèmes de reproductibilité réglés et les mécanismes de conduction mieux compris, les thermistances semi-conductrices sont devenues très sensibles et très fiables. Elles sont utilisées dans de nombreux projets nécessitant une excellente résolution en énergie. Ces détecteurs fonctionnent à des températures inférieures à 100 mK. Lorsque la température tend vers 0 K, un semi-conducteur se comporte comme un isolant, par conséquent il est nécessaire de doper le semi-conducteur pour introduire des niveaux d'énergie entre la bande de valence et la bande de conduction faisant apparaître une résistance fortement dépendante de la température. Le principe de fonctionnement du détecteur consiste à mesurer une forte variation de résistance en fonction de la température.

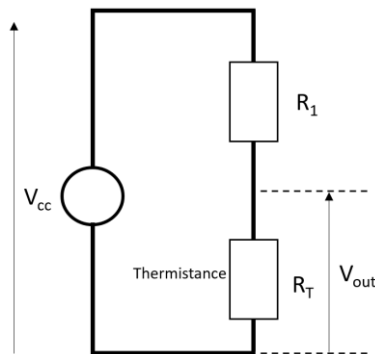


Figure 22 Schéma d'une thermistance

Comme l'indique la figure 22, la thermistance est exploitée en la polarisant à l'aide d'une différence de potentiel V_{cc} au travers d'un circuit électrique. La thermistance est connectée en série avec une résistance de charge $R_1 \gg R_T$. Ainsi, pour une tension V_{cc} , le courant circulant à travers la thermistance est quasi constant. La résistance R_1 est une résistance fixe permettant de créer un pont diviseur de tension et d'optimiser la sensibilité ainsi que la plage de mesure du détecteur. Le pont diviseur de tension permet de convertir la variation de résistance de R_T en une variation de tension mesurable pouvant être exprimée ainsi :

Équation 3-4

$$V_{out} = V_{cc} \frac{R_T}{R_1 + R_T}$$

Ensuite, V_{out} est amplifiée souvent à l'aide d'un transistor JFETs (Junction Field Effect Transistor). En effet, les JFETs sont utilisés en tant que préamplificateur, car ils ont une haute impédance d'entrée, un faible bruit et qu'ils peuvent fonctionner à basse température. La haute impédance d'entrée des JFETs leur permet de consommer peu de courant et ainsi minimiser leur contribution sur le faible signal de la thermistance. En effet, la forte résistance du senseur limite la mesure à de faibles courants, ce qui rend la mesure très sensible à des perturbations électromagnétiques ainsi qu'aux vibrations du système. De plus, la performance des JFETs est stable à faible température. Ils peuvent être utilisés à 120 K pour limiter leur contribution au bruit, car ils doivent être proches du détecteur fonctionnant à quelques dizaines de mK de sorte à minimiser les effets de microphonie (sensibilité du système aux vibrations). Pour une grande sensibilité, il faut une forte dépendance entre la résistance R_T et la variation de température. La résistance R_T du détecteur peut s'exprimer ainsi [58] :

Équation 3-5

$$R_T(T) = R_0 e^{\left(\frac{T_0}{T}\right)^p}$$

Avec T_0 qui est une température caractéristique dépendant de la densité d'états (dopage) et de la distance moyenne entre les sites. R_0 est la résistance à T_0 . Ici, ρ est une constante qui n'est pas encore parfaitement établie. Cette formule a été établie par Mott [59] et Anderson [60] puis développée par Efros-Shklovskii [61] pour modéliser le phénomène nommé « variable range hopping (VRH) ». De tels matériaux sont constitués de sites localisés où les électrons peuvent résider. Ces sites ont des énergies différentes et sont irrégulièrement répartis. A basse température, les électrons n'ont pas suffisamment d'énergie thermique pour se déplacer de manière continue comme dans un matériau cristallin. Au lieu de cela, ils sautent d'un site localisé à un autre. Le terme « variable range hopping » vient du fait que la distance à laquelle ces sauts se produisent varie. Les électrons privilégient les sauts qui minimisent l'énergie totale nécessaire, prenant en compte à la fois la distance entre les sites et la différence d'énergie entre eux. Si la température est suffisamment élevée, alors l'électron saute au site inoccupé le plus proche, alors qu'à plus basse température, l'électron saute vers le site dont l'énergie est la plus proche.

Etant donné que T_0 varie en fonction de la densité de dopage. Il y a une dépendance entre la résistivité et la température pour différents T_0 . Les thermistances peuvent utiliser des senseurs en germanium dopés par transmutation neutronique (Neutron Transmutation Doped ou NTD) ou en silicium dopé par des ions implantés. En effet, les matériaux en germanium peuvent être dopés par irradiation neutronique par des réacteurs nucléaires. Les matériaux en silicium dopé sont plus faciles à produire. Ces senseurs sont utilisables sur une large gamme de température, à condition d'adapter le dopage en fonction de la température de fonctionnement de sorte à avoir une résistance de quelques dizaines de k Ω jusqu'au M Ω . Du fait de la courbe de résistance continue, ils peuvent mesurer des énergies sur une grande gamme dynamique et donc jusqu'à de très grands dépôts d'énergie. Les thermistances ont une faible capacité thermique, car leur concentration d'électrons de conduction est faible. La dépendance de la résistance en fonction de la température suivant la loi de Mott (équation 3-5) de thermistors dont la conductivité électrique est régie par le phénomène VRH est représentée, pour l'exemple d'un NTD, sur la figure 23.

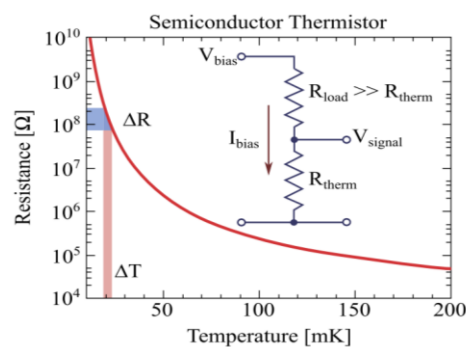


Figure 23 Résistance en fonction de la température d'un NTD [62]

Comme l'indique la figure 23, il y a une forte dépendance entre la résistance et la température. Ces détecteurs ont une excellente résolution qui peut atteindre 3,2 eV à 6,4 keV [63]. Les thermistances sont appliquées dans le spatial comme par exemple le projet Astro-E [63] ou d'autres domaines comme la recherche fondamentale avec le Lamb shift hydrogénoïde [22] ou la recherche de la double désintégration bêta sans émission de neutrinos [64] [65]. Comme mentionné plus haut, les thermistances ont une faible capacité thermique, car elles ont une faible concentration en électrons de conduction. Une conséquence de cette faible concentration est que le temps de réponse est long.

C'est acceptable lorsque que ces thermomètres sont utilisés pour les expériences de détection d'évènements rares, mais c'est problématique pour les applications de spectrométrie : le détecteur est susceptible à l'empilement d'impulsions limitant les capacités de taux de comptage. D'autres détecteurs cryogéniques ont des senseurs pouvant accepter un taux de comptage plus élevé comme les TES ou les calorimètres métalliques magnétiques.

3.3.1 Les thermomètres à transition supraconductrice

En 1911, Kammerlingh-Onnes découvre que le mercure voit sa résistance drastiquement diminuer lorsqu'il atteint une température critique d'environ 4,2 K [66]. En effet, il découvre la transition supraconductrice. Plus tard d'autres matériaux ayant des propriétés supraconductrices seront découverts. Ces propriétés seront plus tard utilisées pour mesurer des radiations avec précision. Les thermomètres à transition supraconductrice sont des calorimètres utilisant des senseurs supraconducteurs constitués d'un film supraconducteur. Ce film est exploité à des températures entre sa phase normale et sa phase supraconductrice. Lorsque la température d'un TES varie, elle entraîne une variation de résistance. Le film supraconducteur constituant le TES est le plus souvent déposé sur la surface de l'absorbeur. Les TES sont des détecteurs très sensibles. En effet, les exploiter aux alentours de la température critique du senseur permet d'avoir une très forte dépendance entre la température et la résistance.

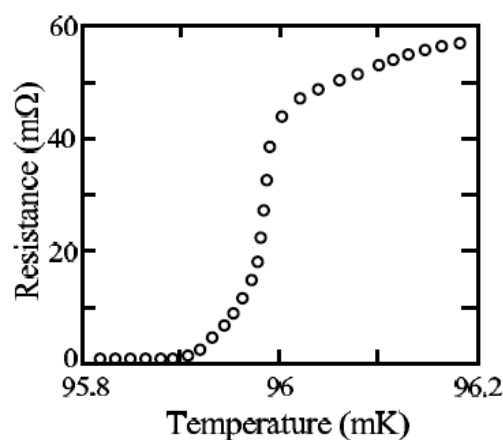


Figure 24 Résistance en fonction de la température d'un senseur de TES autour de sa température de transition entre la phase normale et la phase supraconductrice [67]

La figure 24 représente la résistance en fonction de la température d'un TES autour de sa température de transition entre la phase normale et la phase supraconductrice. La pente de la transition n'est pas constante et une partie en est quasi-virtuelle, cela permet une sensibilité impressionnante. Cependant, elle est aussi responsable d'une potentielle instabilité du détecteur ainsi que de sa non-linéarité. L'impédance des TES est généralement inférieure à 1 Ω , incompatible avec une amplification du signal par un JFET. En revanche, les SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) sont compatibles avec la faible impédance du TES. Un SQUID est un magnétomètre à très faible bruit, qui peut également servir de senseur de courant lorsqu'il comporte une bobine d'injection. Pour la lecture du signal d'un TES à l'aide d'un SQUID, dans le plus simple des cas, le circuit représenté en figure 25 est employé : le TES (R_{th}) est connecté en parallèle à une résistance de référence, ou shunt (R_{ref}). Ce

circuit est polarisé avec un courant d'intensité I_b constante. Lorsque la résistance du TES change, la répartition du courant de polarisation entre les deux branches varie. Une des deux branches (R_{ref} en figure 25) comporte en plus la bobine d'injection d'un SQUID ; la bobine traduit le courant circulant dans cette branche en flux magnétique qui traverse la boucle sensible du SQUID. La variation de courant suite à la détection d'une particule se traduit donc en variation du flux magnétique lu par le SQUID, dont la réponse est une variation de tension.

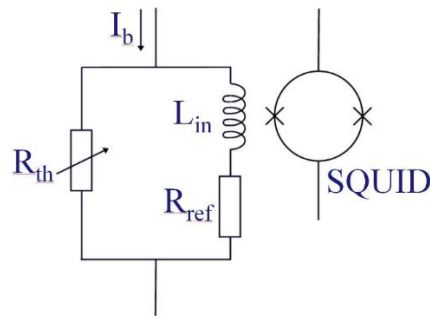


Figure 25 Circuit de lecture du signal d'un TES

Le SQUID en lui-même a un très faible niveau de bruit. Cependant, le préamplificateur de l'électronique à SQUID peut contribuer de façon non négligeable au bruit global de la chaîne de lecture. Afin de réduire l'impact de cette contribution par rapport au bruit du SQUID, le signal de ce dernier peut être amplifié par un deuxième SQUID. Comme dans l'exemple figure 26, l'étage d'amplification peut même être constitué d'une série de SQUID (« SQUID series array »). Celui-ci peut être placé à un étage du réfrigérateur à une température supérieure à celle du détecteur, afin de réduire la charge thermique sur l'étage froid. Il existe aussi des SQUID double étage intégrés sur une seule puce, dont le deuxième étage est généralement une série de SQUID.

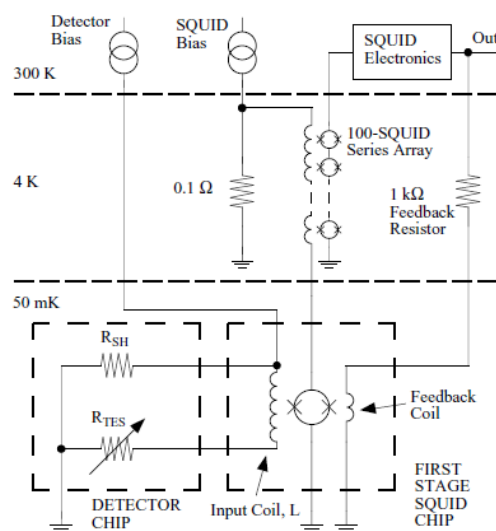


Figure 26 Schéma du circuit de lecture d'un TES avec un montage de SQUID à deux étages, l'étage d'amplification étant constitué d'une série de SQUID [13]

Les TES peuvent être optimisés en fonction du domaine énergétique des photons à mesurer : des longueurs d'onde de quelques millimètres (mesure en mode bolométrique dans ce cas) aux énergies de photons gamma de quelques centaines de keV. Cela fait des TES des instruments puissants qui ont une large gamme d'applications. Ils peuvent aussi mesurer des particules à faible interaction comme les neutrinos [68] ou les biomolécules avec l'analyse de la distribution d'énergie cinétique de faisceau moléculaire [69] ou la détection d'une seule macromolécule et ainsi déterminer le spectre de la protéine lysozyme [70]. Ils ont contribué aux études sur la matière noire [71], [72] ou à l'étude de composé chimique [73] et continuent de contribuer dans de nombreuses recherches en physique fondamentale nécessitant des instruments de pointe.

3.3.1.1 La contre-réaction électrothermique (ETF)

La variation de température d'un TES est traduite en variation de courant électrique due à la variation de résistance du TES. Le courant peut dissiper de l'énergie par effet Joule dont la chaleur influence la température du TES et impacte le signal. Cet effet est nommé contre-réaction électrothermique (electrothermal feedback ou (ETF)). Ce phénomène est analogue à la contre-réaction électronique d'un circuit de transistor. La contre-réaction peut être positive ou négative. Dans un TES la résistance augmente lorsque la température augmente. Dans le cas où $R_{ref} \gg R_{th}$, le TES est polarisé en courant ; la puissance de l'effet Joule s'exprime ainsi :

Équation 3-6

$$P_J = I^2 R_{th}$$

Ainsi, lorsque la résistance augmente, la puissance par effet Joule augmente aussi. Le phénomène ETF est dit positif. Dans ces conditions, l'opération du TES devient facilement instable : l'effet Joule s'auto-amplifiant peut chauffer le TES au-dessus de la transition dans son état normal. Il n'est dès lors plus sensible à la variation de température et ne revient plus à sa température de fonctionnement. Dans le cas où $R_{th} \gg R_{ref}$, le TES est polarisé en tension ; la puissance de la dissipation par effet Joule P_J s'exprime alors autrement :

Équation 3-7

$$P_J = \frac{V^2}{R_{th}}$$

Dans ces conditions, lorsque la résistance augmente, la puissance par effet Joule diminue. Ici, le phénomène ETF est dit négatif. Un ETF négatif présente des avantages : les performances du TES sont plus uniformes et reproductibles. De plus, les ETF négatifs permettent de linéariser la réponse des détecteurs et d'augmenter la gamme dynamique.

3.3.1.2 Senseur des TES

Les performances d'un TES sont grandement impactées par la température de la transition T_C choisie. Cela définira sa température de fonctionnement et imposera les matériaux du détecteur et leur

dimensionnement pour avoir les conductances thermiques et les capacités thermiques optimales. En conséquence, la majorité des TES ont une température de transition autour de 400 mK pour une utilisation en tant que bolomètre, ou alors autour de 100 mK pour une utilisation en tant que calorimètre. Les dispositifs de réfrigération sont aussi différents dans les deux cas. Pour avoir une température de transition dans ces gammes, trois types de supraconducteurs peuvent être employés. Ce sont l'utilisation de supraconducteurs élémentaires, l'utilisation de senseurs bicouches ou multicouches ou de supraconducteurs magnétiquement dopés. La méthode impliquant des supraconducteurs élémentaires a été la première à être utilisée pour des TES. Les premiers détecteurs utilisaient des films minces de Ti ou de W. Cependant, ces matériaux ont des propriétés qui limitent leur application. En effet, ils ont une grande résistivité qui dégrade le transfert de chaleur et le signal. Les deux derniers types, bi-couches et multicouches, sont les plus attractifs car ils permettent de moduler la température de transition d'un système. Les senseurs multicouches consistent en un supraconducteur composite. Il est réalisé en déposant une ou plusieurs couches d'un supraconducteur et d'un métal normal. Ces composites exploitent l'effet de proximité des supraconducteurs, lorsqu'un matériau supraconducteur est mis au contact d'un métal normal, la température critique T_c change et le métal normal gagne des propriétés supraconductrices si la couche est suffisamment fine. La première application de cette méthode pour des TES a été effectuée à l'aide d'une double couche de Ir/Au par Nagel [74]. Cette double couche a permis d'avoir une température de transition de 30 mK. Cette bicouche permettra plus tard de produire un détecteur très performant pouvant mesurer l'énergie de la transition $K\alpha_1$ du Mn avec une résolution en énergie de 15,5 eV [75]. Actuellement, d'autres combinaisons de matériaux sont développées comme le Al/Ti/Au [76] ou le Mo/Au [77]. Certains physiciens ont essayé de fournir un outil permettant de calculer T_c en fonction des matériaux utilisés et de leur épaisseur. C'est le cas de la référence [78] avec la théorie d'Usadel qui exprime T_c comme suit :

Équation 3-8

$$T_c = T_{co} \left(\frac{d_s}{d_n} \frac{1}{1,13(1 + \frac{1}{\alpha})} \frac{1}{t} \right)^\alpha$$

Avec d_n et d_s l'épaisseur du métal normal et du supraconducteur. T_{co} est la température de transition du supraconducteur sans effet de proximité. La grandeur α peut s'exprimer ainsi :

Équation 3-9

$$\alpha = \frac{d_n n_n}{d_s n_s}$$

Avec n_n et n_s les densités d'états du métal normal et du supraconducteur. La méthode impliquant le dopage de supraconducteur est moins utilisée, mais reste très étudiée. La première application dans les TES de la méthode impliquant le dopage de supraconducteur a été effectuée sur du W dopé avec des ions Fe par Young [79].

3.3.1.3 Multiplexage

La lecture d'un TES nécessite des connexions électriques plus ou moins nombreuses selon le schéma de SQUID (simple ou double étage) mis en place. Le développement de matrice de pixel de TES a été une nécessité pour augmenter la surface de détection sans dégrader la performance par rapport à un seul TES, ou même pour faire de la spectro-imagerie. Cela revient à un très grand nombre de connexions qui complexifie le câblage et apporte une charge thermique importante sur l'étage froid du détecteur. Pour remédier à cela, il est intéressant de recourir au multiplexage. Les multiplexeurs appliqués aux TES peuvent être divisés en un certain nombre de catégories. Les catégories principales sont le multiplexage temporel (TDM pour Time Domain Multiplexing) où plusieurs SQUID sont activés un après l'autre de façon séquentielle, et le multiplexage fréquentiel (FDM pour Frequency Domain Multiplexing) avec un filtre LC pour chaque pixel, de sorte que chaque pixel est adressé avec un signal en courant alternatif à une fréquence distincte, et finalement le multiplexage par différentes fonctions « boxcar » (CDM pour Code Division Multiplexing). Ces différentes catégories sont représentées figure 27.

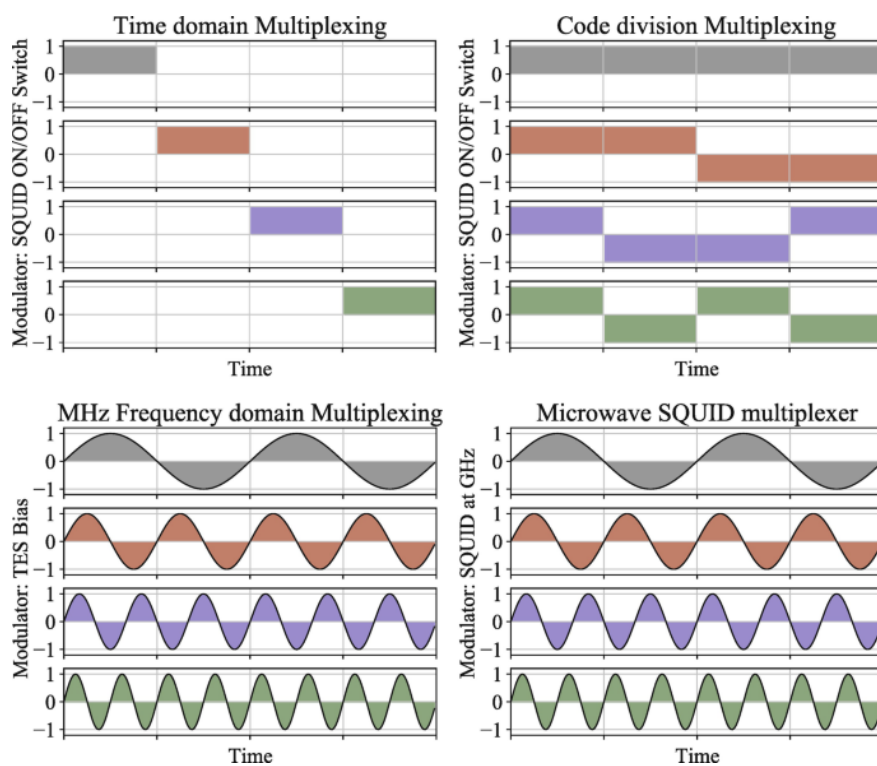


Figure 27 Comparaison des principales catégories de multiplexage de SQUID appliquées à la lecture du signal de plusieurs SQUID [80]

Les connexions des TES peuvent être simplifiées comme l'indique la figure 28. La partie a) de la figure 28 représente les six connexions d'un SQUID avec l'électronique à température ambiante. Ces connexions sont nécessaires pour la polarisation du SQUID, la lecture du signal et la contre-réaction. Comme l'indique la figure 28 (b) le nombre de fils connectés à l'électronique à température ambiante peut être réduit en connectant la sortie de plusieurs SQUID en série et en activant un SQUID à la fois. En effet, la partie b) de la figure 28 schématise le câblage de N SQUID connectés en série où chaque SQUID est activé par une paire de lignes de polarisation. Cette connexion en série permet d'avoir $N+5$ connexions avec l'électronique à température ambiante. C'est-à-dire que pour six SQUID il y aura 11 connexions au lieu de 36. C'est une diminution drastique du nombre de connexions qui en plus augmente avec le nombre de SQUID employés. Une autre amélioration peut encore être apportée.

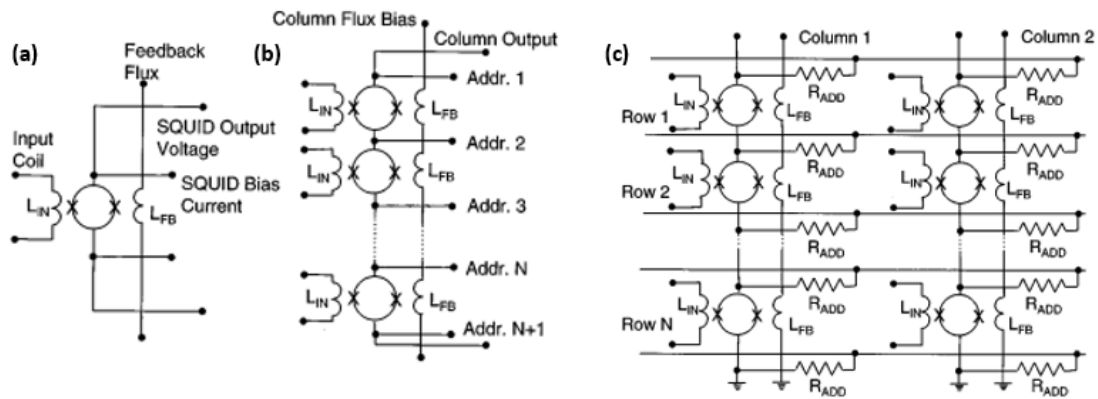


Figure 28 a) Schéma du câblage d'un SQUID, b) Schéma de N SQUIDs connectés en série et c) câblage des SQUID multiplexés avec ajout d'une colonne de SQUID [81]

Comme montré en figure 28 c) il est possible d'arranger les SQUID connectés en série en plusieurs colonnes et encore diminuer le nombre de connexions nécessaires. Le même câble de polarisation peut être utilisé pour chaque ligne et ainsi diviser le nombre de câbles par deux colonnes. Pour M colonnes et N lignes et donc $M \times N$ SQUID, le nombre de câbles utilisés est de $2M + N + 1$ contre $M \times N \times 6$ sans multiplexage. Par exemple, s'il y a 15 SQUID répartis en 3 colonnes et 5 lignes, cela nécessite 12 câbles contre 90 sans multiplexage. Lorsque le multiplexage utilisé est un FDM, il est nécessaire de polariser les senseurs du TES avec un courant alternatif avec une fréquence propre pour chaque senseur. Chaque signal de senseur est séparé par un amplificateur à détection synchrone placé à la sortie d'un SQUID [82].

Les TES sont des détecteurs remarquables, ils sont extrêmement sensibles et ont obtenu parmi les meilleurs pouvoirs de résolution en spectrométrie de photon, environ 2 eV à 6keV et environ 60 eV à 100 keV, tout en multiplexant des centaines, voire des milliers de senseurs [83] et [84] et [85]. Néanmoins, ils ont des non-linéarités importantes imposées à la fois par les propriétés thermodynamiques du détecteur et par les caractéristiques de la transition supraconductrice propre à chaque TES, cela rend la correction de non-linéarité délicate et complexe.

3.3.2 Les calorimètres métalliques magnétiques

Les calorimètres métalliques magnétiques (MMC) sont des détecteurs cryogéniques thermiques et mesurent des élévations de température à l'aide d'un thermomètre magnétique. Ce dernier consiste en un matériau paramagnétique dont l'aimantation varie fortement avec la température. Les MMC ont d'excellentes résolutions, similaires à celles des TES, tout en ayant une bonne linéarité similaire à celle des thermistances. C'est pourquoi leurs performances ont été mises à profit pour la mesure d'énergies de photons X et gamma lors de cette thèse. Ils sont par ailleurs capables de mesurer toutes les particules ionisantes.

3.3.2.1 Principe de fonctionnement des MMC

Les MMCs étant des détecteurs cryogéniques thermiques, l'absorbeur dans lequel interagissent les photons est fortement couplé au senseur paramagnétique qui joue le rôle de thermomètre. Ce dernier est constitué d'un alliage entre métal noble (or ou argent) et quelques centaines de ppm d'erbium. Soumis à un champ magnétique B , le senseur possède une aimantation fortement dépendante de la température. La réponse magnétique du senseur définit la sensibilité du détecteur. Le senseur paramagnétique permet de convertir la variation de température δT en variation d'aimantation δM qui peut être exprimée en fonction de la variation d'énergie δE et de la capacité thermique du détecteur C :

Équation 3-10

$$\delta M = \frac{\partial M}{\partial T} \delta T = \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C}$$

Pour répondre au besoin de la spectrométrie de photons haute résolution, il faut que le senseur ait une aimantation fortement dépendante de la température pour assurer une excellente résolution et qu'il puisse se thermaliser rapidement avec les états thermiques présents dans le senseur même et dans l'absorbeur (électrons de conduction et/ou phonons) pour maximiser le taux de comptage. Ces performances du senseur peuvent être optimisées en choisissant le bon matériau.

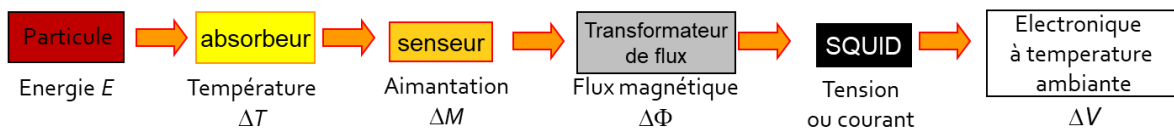


Figure 29 Principe physique d'un MMC de la conversion de l'élévation de température dans l'absorbeur à la variation de tension à température

Comme l'indique la figure 29, l'élévation de température consécutive à l'absorption du photon entraîne une variation d'aimantation. Ensuite, un circuit supraconducteur fermé constitué d'une bobine de lecture et d'une bobine d'injection, d'un SQUID, cf. figure 30, convertit la variation d'aimantation du senseur en variation de flux magnétique. Le senseur paramagnétique est couplé magnétiquement à la bobine de lecture et à la bobine d'injection du SQUID. Le flux magnétique perçu par le SQUID est à son tour converti en tension ou en courant. Le SQUID étant un dispositif basé sur la supraconductivité, il doit fonctionner à très basse température, entre 10 mK et 4,2 K. Le signal est finalement amplifié par une électronique à SQUID spécifique à température ambiante.

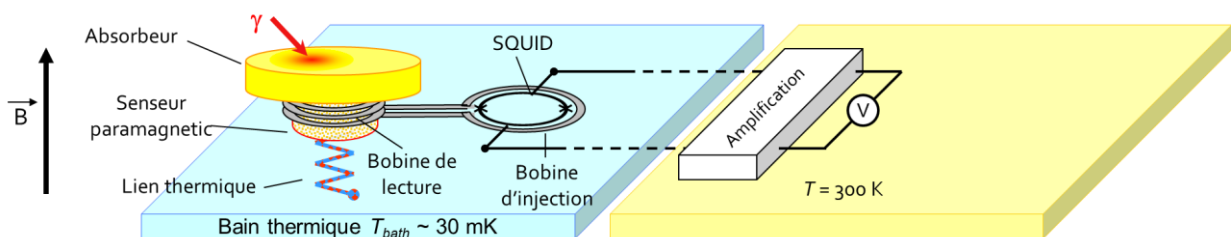


Figure 30 Composition d'un MMC

Les sections suivantes exposent le matériau du senseur, son impact sur la qualité du signal, puis les modélisations du signal avec et sans les interactions entre les moments magnétiques du senseur. Enfin, elles décrivent les différentes possibilités de coupler le senseur au SQUID.

3.3.2.2 *Matériau du senseur*

Le choix du matériau du senseur est très important, car il va imposer la sensibilité et le temps de réponse du MMC, soit sa résolution et sa capacité de taux de comptage. Le senseur magnétique est composé de deux composants : les ions magnétiques et la matrice dans laquelle ils sont dilués. Les caractéristiques du senseur vont dépendre des choix de ces deux constituants. Les ions sont dilués de sorte que, dans la mesure du possible, leurs moments magnétiques (ou spins) n'interagissent pas entre eux, mais qu'ils interagissent uniquement avec les états thermiques de la matrice. La réponse temporelle du senseur va dépendre du couplage thermique entre les moments magnétiques et les états thermiques au sein de la matrice.

Historiquement, les premiers senseurs magnétiques pour des détecteurs cryogéniques ont été obtenus à partir d'une matrice diélectrique (YAG ou TmAG) dopée avec des ions erbium [86]. Il est apparu que les temps de réponse de ce type de matériau étaient très longs [87], les impulsions présentaient des temps de montée de l'ordre de la centaine de millisecondes et un temps de retour à l'équilibre thermique de l'ordre de la seconde, ce qui est incompatible avec des applications de spectrométrie de photons. La matrice diélectrique a un faible couplage thermique avec les ions magnétiques du fait que les états excités de la matrice, des phonons, sont faiblement couplés aux spins et que la densité de phonons diminue drastiquement avec la température.

Pour pallier ce problème, George Seidel et son équipe ont proposé en 1993 d'utiliser un senseur magnétique métallique au lieu d'un diélectrique [88]. Un senseur avec des ions fer dilués dans une matrice en palladium a démontré des temps de montée de l'ordre de 100 μ s. En 1996, la même équipe propose d'utiliser de l'or dopé avec des ions erbium (Au:Er), qui reste aujourd'hui un des deux matériaux de choix avec l'argent dopé en erbium (Ag:Er). Bien que limités par la bande passante de l'électronique, des temps de montée de l'ordre de 10 μ s ont été obtenus [89]. Comme dit précédemment, les états thermiques d'un métal sont due aux électrons de conduction, qui possèdent un excellent couplage thermique avec les spins et donc un équilibre thermique rapide. Cela permet un temps de relaxation de l'ordre de la microseconde entre les deux systèmes thermodynamiques.

Toutefois, l'utilisation d'un alliage métallique possède quelques inconvénients entraînant une réduction de la sensibilité du senseur à la température du fait des interactions d'échange de Ruderman-Kittel-Kasuya-Yoshida (RKKY) [90]. Les moments magnétiques des ions sont couplés avec les électrons de conduction, entraînant une interaction indirecte entre les spins des ions paramagnétiques. L'influence de cette polarisation dépend de la distance entre l'ion paramagnétique et l'électron de conduction. Les interactions RKKY augmentent la capacité thermique et diminuent la dépendance entre la température et l'aimantation. C'est pourquoi les terres rares sont plus intéressantes comme dopants, car leurs interactions RKKY sont plus faibles.

Il y a deux principaux candidats pour la matrice métallique. Le premier est l'or, qui a une faible constante de Sommerfeld et donc une faible capacité thermique pour un métal, et l'une des meilleures conductivités thermiques. De plus, c'est un métal noble, relativement inerte et inoxydable.

Néanmoins, l'or a un moment quadropolaire qui augmente la capacité thermique total et dégrade la réponse du senseur [91]. En effet, l'isotope naturel de l'Au est le ^{197}Au avec un spin nucléaire $I=3/2$ et un large moment quadripolaire électrique du noyau de 0,55 barn [92]. Dans l'or pur la symétrie cubique du champ électrique mène à un niveau d'énergie nucléaire dégénéré. Ainsi, aucune contribution du spin nucléaire à la capacité thermique n'est attendu dans ce cas. Lorsqu'un noyau d'or est au voisinage d'un ion Er^{3+} la distribution de charge est modifiée et le réseau cristallin déformé. Le gradient des champs électrique lève la dégénérescence des niveaux nucléaires menant à plus de capacité thermique [93]. L'argent est un bon candidat, car il possède une constante de Sommerfeld proche de celle de l'or, une très bonne conductivité thermique et surtout il n'a pas de moment quadripolaire, les isotopes naturels abondants de Ag sont ^{107}Ag et ^{109}Ag et sont caractérisés par un spin nucléaire $I = \frac{1}{2}$. Néanmoins l'interaction γ est deux à trois fois plus importante et réduit la sensibilité du senseur.

Il faut ensuite doper la matrice métallique avec un matériau capable de donner à l'alliage une forte dépendance entre l'aimantation et la température. Le candidat le plus intéressant est un isotope de l'erbium ^{166}Er ou ^{168}Er . En effet, l'isotope ^{167}Er , présent naturellement à hauteur de 23%, est à exclure car il a spin nucléaire $I=7/2$ et donc des interactions hyperfines avec les électrons de la couche 4f, ce qui ajoute inutilement jusqu'à 50% de capacité thermique supplémentaire [89].

Les atomes de Er^{3+} remplacent des atomes d'argent ou d'or dans un système cristallin cubique face centrée en donnant 3 électrons à la bande de conduction. Les ions Er^{3+} ont la configuration électronique $[\text{Kr}]4d^{10}4f^{11}5s^25p^6$. La couche 4f est partiellement remplie et est responsable du comportement paramagnétique du matériau. L'influence du champ cristallin sur le paramagnétisme de l'erbium est supprimée dû au faible rayon de la couche 4f, qui est entourée et protégée par les couches 5s et 5p qui sont plus larges. En première approximation, les ions n'interagissent pas entre eux et sont soumis au champ magnétique extérieur, ce qui maximise la sensibilité du senseur.

Le moment magnétique μ peut être calculé en supposant le couplage du moment angulaire L et du spin total S :

Équation 3-11

$$\mu = \left(1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} \right) \mu_B J$$

Avec J le moment angulaire total ($L + S$) et μ_B le magnéton de Bohr. Le facteur $g = 1 + \frac{J(J+1)+S(S+1)-L(L+1)}{2J(J+1)}$ est aussi nommé facteur de Landé. Il permet de décrire comment une particule réagit dans un champ magnétique. Le senseur est sujet à un phénomène physique où un niveau atomique se sépare en deux sous-niveaux sous l'effet d'un champ magnétique externe. Cette dégénérescence des niveaux d'énergie est l'effet Zeeman. En conséquence, la susceptibilité magnétique \mathcal{X} et l'aimantation sont inversement proportionnelles à la température, suivant la loi de Curie qui peut s'exprimer ainsi :

Équation 3-12

$$\mathcal{X} = \frac{\partial M}{\partial B} = \frac{1}{3} \frac{N}{V} \frac{\mu_B^2 p^2}{k_B T}$$

Avec N le nombre d'atomes paramagnétiques et p le nombre de magnétons de Bohr effectifs dans un matériau de volume V . Cette relation est valable lorsque le matériau est loin de la saturation, où tous les moments magnétiques seraient alignés avec le champ.

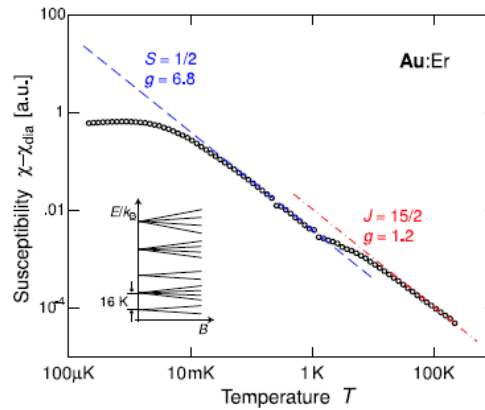


Figure 31 Susceptibilité magnétique de Au:Er en fonction de la température [58]

La figure 31 représente la susceptibilité magnétique en fonction de la température. Au-dessus de 100 K, selon la loi de Hund, on a $S = 3/2$, $L = 6$ et $J = S + L = 15/2$. A une température suffisamment inférieure à 1 K l'erbium dans l'or peut être décrit comme un système à deux niveaux avec un spin effectif $\tilde{S} = 1/2$ et un facteur de Landé effectif $\tilde{g} = 34/5$. Cela est dû au fait que les interactions entre les ions erbium et le champ cristallin de l'or ne sont plus négligeables. A une température inférieure à 50 mK, l'interaction d'échange RKKY entre les moments magnétiques devient plus significative, ce qui diminue la dépendance entre la température et la susceptibilité magnétique, comme le montre la figure 31. A une température inférieure à 0,9 mK une transition vers l'état de verre de spins est observée ; le verre de spins est un état magnétique caractérisé par des états magnétiques aléatoirement répartis et figés dans leur état magnétique, ce qui rend les spins insensibles à la température et au champ magnétique. C'est pourquoi il est recommandé d'utiliser les senseurs Au:Er ou Ag:Er à des températures supérieures à 7 mK.

3.3.2.3 Signal des MMC

L'amplitude du signal du senseur correspond à la variation d'aimantation créée par l'entrée d'énergie E dans le système et vaut :

Équation 3-13

$$\delta M = \frac{E}{(C_s + C_{abs})} \frac{\partial M}{\partial T}$$

Avec $\frac{\partial M}{\partial T}$ la dépendance entre l'aimantation et la température du senseur, C_s la capacité thermique du senseur et C_{abs} celle de l'absorbeur. L'amplitude du signal dépend donc des propriétés

thermodynamiques du senseur magnétique données par C_S et $\frac{\partial M}{\partial T}$ qui peuvent être calculées comme nous allons le montrer par la suite.

3.3.2.3.1 Modélisation du signal des MMC

3.3.2.3.1.1 Propriétés thermodynamiques magnétiques pour des spins indépendants

La capacité thermique du senseur C_S se compose d'une capacité thermique donnée par les spins des ions erbium, largement dominante et par celle des électrons de conduction de l'or. Le système des spins de Au:Er et Ag:Er s'apparente à un système à deux niveaux : l'aimantation et la capacité thermique de ce système peuvent être calculées, à partir du spin effectif \tilde{S} , du facteur de Landé effectif \tilde{g} et de la statistique de Boltzmann. En premier abord, il est intéressant d'analyser un modèle avec des spins $\frac{1}{2}$ qui n'interagissent pas entre eux pour aborder les grandeurs thermodynamiques propres au senseur. Les ions erbium placés dans l'or ont chacun un moment magnétique et occupent des sites définis dans le cristal. En conséquence, ils peuvent être traités comme des particules discernables et ainsi obéir à la statistique de Boltzmann. La valeur moyenne du moment magnétique peut donc s'exprimer ainsi :

Équation 3-14

$$\overline{\mu_Z} = \sum_{m=-\tilde{S}}^{\tilde{S}} P_m \mu_Z = \frac{1}{Z} \sum \tilde{g} \mu_B m B e^{\frac{\tilde{g} \mu_B m B}{k_B T}} = k_B T \left(\frac{\partial \ln Z}{\partial B} \right)_T$$

Avec m , le nombre associé à la projection de \tilde{S} ($-\tilde{S} \leq m \leq \tilde{S}$), B le champ magnétique externe et P_m la probabilité que l'ion soit dans un état d'énergie $\varepsilon_m = \tilde{g} \mu_B m B$ et Z la fonction de partition qui peut s'exprimer ainsi :

Équation 3-15

$$Z = \sum_{n=-\tilde{S}}^{\tilde{S}} e^{-\frac{\varepsilon_m}{k_B T}}$$

La valeur moyenne du moment magnétique peut s'écrire ainsi :

Équation 3-16

$$\overline{\mu_Z} = \tilde{g} \mu_B \tilde{S} \beta(\eta)$$

Avec $\eta = \frac{\tilde{g} \mu_B B}{k_B T}$ et $\beta(\eta)$ la fonction de Brillouin qui s'exprime ainsi :

Équation 3-17

$$\beta(\eta) = \frac{1}{\tilde{S}} \left[\left(\tilde{S} + \frac{1}{2} \right) \coth \left(\tilde{S} + \frac{1}{2} \right) \eta - \frac{1}{2} \coth \left(\frac{1}{2} \eta \right) \right]$$

Cette fonction permet d'exprimer l'aimantation qui est elle-même définie par le moment magnétique total moyen par unité de volume V_S . Celle-ci peut s'exprimer ainsi :

Équation 3-18

$$M = \frac{N}{V} \tilde{g} \mu_B \tilde{S} \beta(\eta)$$

Avec N le nombre d'ions dans le matériau. Dans la limite des hautes et des basses températures on a respectivement :

Équation 3-19

$$\eta \ll 1 \quad M = \frac{N}{V_s} \frac{\tilde{g}^2 \mu_B^2 B}{3k_B T} \tilde{S}(\tilde{S} + 1)$$

$$\eta \gg 1 \quad M = \frac{N}{V_s} \tilde{g} \mu_B \tilde{S}$$

En particulier à « haute température », si $\eta \ll 1$ l'aimantation suit la loi de Curie ; l'aimantation est inversement proportionnelle à la température. A basse température, lorsque $\eta \gg 1$, l'aimantation sature et est indépendante de la température, car la grande majorité des moments magnétiques sont orientés selon le champ appliqué.

La capacité thermique du matériau dépend aussi de la température. En effet, elle peut être exprimée ainsi à partir de l'énergie interne U_B :

Équation 3-20

$$C_{spin} = \left(\frac{\partial U_B}{\partial T} \right)_{B,N} = N k_B \left(\frac{\Delta E}{k_B T} \right)^2 \frac{e^{\frac{\Delta E}{k_B T}}}{\left(e^{\frac{\Delta E}{k_B T}} + 1 \right)^2}$$

Avec $\Delta E = \tilde{g} \mu_B B$.

Cette capacité thermique est connue sous le nom d'anomalie de Schottky car elle représente un pic en fonction de la température indiqué figure 32.

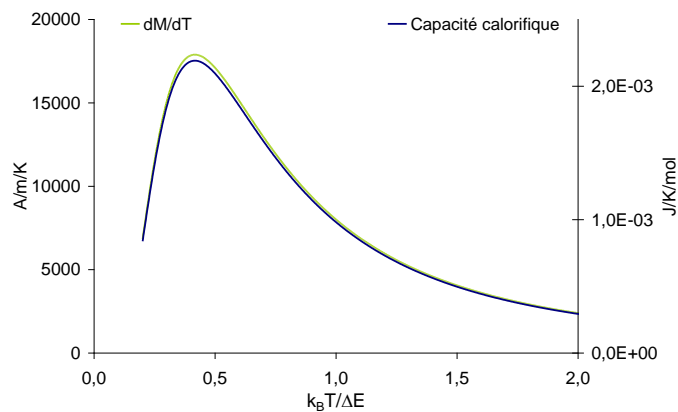


Figure 32 Capacité calorifique et dérivée partielle de l'aimantation par rapport à la température.

Lorsque l'on se situe dans le régime $k_B T \ll \tilde{g} \mu_B B$, la capacité calorifique a une dépendance en $e^{-\frac{\tilde{g} \mu_B B}{k_B T}}$ (figure 32). La capacité thermique est maximale pour $k_B T \approx \frac{1}{2} \tilde{g} \mu_B B$, et pour $k_B T \gg \tilde{g} \mu_B B$ elle décroît avec une dépendance en $\frac{B^2}{T^2}$. Un capteur avec quelques centaines de ppm d'ions Er, sous un

champ de quelques mT et en dessous de 100 mK possède une capacité thermique largement dominée par celle des moments magnétiques, celle des électrons de conduction ne contribuant à hauteur que de quelques pourcents.

3.3.2.3.1.2 Modèle avec les moments magnétiques qui interagissent entre eux

Idéalement, les spins n'interagissent qu'avec le champ magnétique, mais malheureusement, les spins interagissent entre eux via les interactions d'échange RKKY et les interactions dipôle-dipôle. En effet, les spins des ions erbium vont échanger de l'information magnétique à travers les spins des électrons de conduction. Les interactions RKKY entre les sous-couches 4f d'une paire d'ions i et j séparés par une distance r_{ij} peuvent être exprimées ainsi [94][88]:

Équation 3-21

$$H_{RKKY} = -9\pi \frac{Z^2 J_{sf}^2}{\varepsilon_F} \left[\left(\frac{g}{g_A} \right)^2 (g_A - 1)^2 \right] \frac{\cos(2k_F r_{ij}) - \frac{\sin(2k_F r_{ij})}{2k_F r_{ij}}}{(2k_F r_{ij})^3} \tilde{S}_i \cdot \tilde{S}_j$$

Avec ε_F l'énergie de Fermi (énergie du plus haut état quantique occupé dans un système par des fermions à 0 K), Z le nombre d'électrons de conduction par atome, k_F le vecteur d'onde de Fermi et $[(g/g_A)^2 \times (g_A - 1)^2]$ le facteur exprimant la projection du spin S sur le moment angulaire total J . Ici, les interactions entre les spins sont prises en compte, ce qui permet de prendre en compte deux grands effets qui sont les interactions dipôle-dipôle et RKKY. En faisant l'hypothèse que le parcours libre moyen des électrons de conduction est plus grand que la distance moyenne entre les ions erbium, l'interaction RKKY peut être décrite ainsi :

Équation 3-22

$$H_{ij}^{RKKY} = \Gamma_{RKKY} (\tilde{S}_i \cdot \tilde{S}_j) F(2k_F r_{ij})$$

Avec la fonction de Kittel :

Équation 3-23

$$F(x) = \frac{1}{x^3} \left(\cos(x) - \frac{\sin(x)}{x} \right)$$

L'amplitude d'interaction Γ_{RKKY} est donnée par :

Équation 3-24

$$\Gamma_{RKKY} = \mathcal{J}^2 \frac{4V_0 m_e^* k_F^4 \tilde{g}^2 (g_J - 1)^2}{\hbar^2 (2\pi)^3 g_J^2}$$

Avec \mathcal{J} l'énergie de couplage entre les moments magnétiques localisés et les électrons de conduction, V_0 le volume de la cellule élémentaire et m_e^* la masse effective des électrons de conduction.

L'interaction dipôle-dipôle qui décrit le spin effectif de deux dipôles interagissant entre eux peut être exprimée ainsi :

Équation 3-25

$$H_{ij}^{dd} = \frac{\Gamma_{dd} (\tilde{S}_i \cdot \tilde{S}_j - 3(\tilde{S}_i \cdot \hat{r}_{ij})(\tilde{S}_j \cdot \hat{r}_{ij}))}{(2k_F r_{ij})^3}$$

Avec S_i et S_j les spins effectifs des deux dipôles, k_F le vecteur d'onde de Fermi des électrons de conduction du matériau matrice et \hat{r}_{ij} le vecteur unitaire entre deux moments magnétiques i et j . Les interactions RKKY et dipôle-dipôle ont la même dépendance en $1/r_{ij}^3$. Ainsi, il est possible de définir le paramètre α comme le rapport entre les amplitudes d'interaction RKKY et dipôle-dipôle

Équation 3-26

$$\alpha = \frac{\Gamma_{RKKY}}{\Gamma_{dd}}$$

Ce paramètre permet d'ajuster les grandeurs thermodynamiques calculées aux valeurs mesurées. Elles sont calculées soit par des méthodes d'approximation semi-classiques (approximation de champ moyen) soit par la mécanique quantique (diagonalisation de l'Hamiltonien d'un système de spins aléatoirement distribués) [95]. Le matériau Au:Er possède un $\alpha = 5$ alors que pour l'Ag:Er α vaut 13 à 15, car il possède une interaction RKKY significativement plus importante [96]. En incluant les effets des interactions entre les moments magnétiques pour une concentration de 300 ppm d'Er dans un alliage Au:Er il est possible de simuler l'aimantation en fonction de l'inverse de la température.

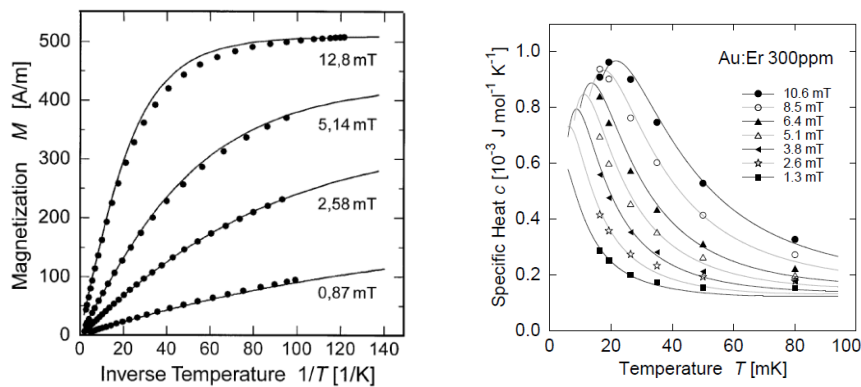


Figure 33 Aimantation du senseur en Au:Er en fonction de l'inverse de la température (à gauche) et chaleur spécifique du senseur en Au:Er fonction de la température (à droite) pour différents champs magnétiques [88]

Comme le montrent les graphiques de la figure 33 et l'équation 3-12 la dépendance entre l'aimantation et la chaleur spécifique avec la température et le champ magnétique peut être calculée. Cela permet d'optimiser les MMCs selon les conditions expérimentales et la capacité thermique de l'absorbeur et ainsi atteindre la meilleure résolution. D'après la loi de Curie, la susceptibilité magnétique d'un matériau paramagnétique est inversement proportionnelle à la température. En conséquence, lorsque la température diminue, la faculté du senseur à s'aimanter sous l'effet d'un champ magnétique externe est augmentée. En effet, cela est dû à l'interaction de Zeeman. En effet, il y a dégénérescence des niveaux d'énergie à peupler avec des spins. Il y a donc plus de spins orientés dans le même sens. Cela induit une croissance de l'aimantation qui peut aller jusqu'à la saturation. Lorsqu'il y a saturation,

il n'y a plus de dépendance entre la variation d'aimantation et la variation de température. En appliquant un faible champ magnétique, il est possible de repousser la saturation à des températures encore plus faibles. Il est donc possible de moduler la sensibilité du senseur en fonction de sa température d'exploitation en appliquant un champ magnétique ou en modifiant le taux de dopage du senseur.

3.3.2.3.2 Structure temporelle du signal du détecteur

Le signal du MMC est une impulsion dont l'amplitude et la forme peuvent varier selon les grandeurs thermodynamiques du système (capacités thermiques et conductances thermiques). Pour avoir la meilleure résolution en énergie, il faut maximiser l'amplitude et optimiser la forme de l'impulsion. L'impulsion peut en premier temps être décomposée par une constante de temps de montée et une constante de temps de descente. Les constantes de temps de réponse dépendent du temps de thermalisation à l'intérieur de l'absorbeur, du flux de chaleur entre l'absorbeur et le senseur qui lui-même dépend de la conductivité du lien thermique entre les deux composants et de leur capacité thermique. Les senseurs Au:Er ou Ag:Er qui sont tous deux utilisés pour les MMC ont cependant des impulsions de forme différente.

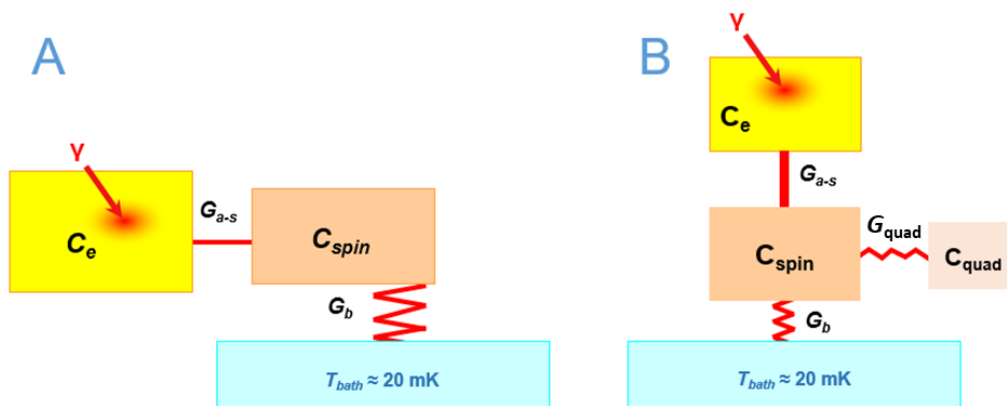


Figure 34 Système thermodynamique d'un MMC avec un senseur ayant un alliage dans la figure A en Ag : Er et dans la figure B en Au:Er

La figure 34 schématise les systèmes thermodynamiques de MMC, l'un ayant un senseur en Ag:Er (à gauche) et l'autre ayant un senseur en Au:Er. Les deux systèmes diffèrent par la présence des moments quadripolaires dans l'or qui ajoute une capacité thermique additionnelle C_{quad} comme évoqué dans la section 3.3.2.2. Les deux systèmes comportent chacun la capacité thermique des électrons de conduction C_e de l'absorbeur¹ et du senseur qui est fortement couplée thermiquement à la capacité thermique des spins du senseur C_{spin} . Ce schéma simple suppose que le contact entre l'absorbeur et le senseur est métallique, de façon à pouvoir considérer les électrons de conduction de ces deux éléments comme un seul système. La conductance thermique G_{a-s} entre les deux capacités

¹ Nous verrons dans la partie 3.4 qu'il est préférable d'utiliser des absorbeurs métalliques normaux avec les MMC pour établir ce lien fort en senseur et absorbeur. La capacité thermique des métaux normaux est alors dominée par les électrons de conduction.

thermiques est très forte ; le temps de relaxation entre les deux sous-systèmes est donné par la relation de Korringa :

Équation 3-27

$$\tau_{e-s} = \frac{K}{T}$$

Avec K la constante de Korringa = $7 \cdot 10^{-9}$ K.s et T température du système [58]. Si le temps de diffusion thermique au sein de l'absorbeur et entre absorbeur et senseur est négligeable et si la bande passante de l'électronique est suffisante, le temps de montée τ_m est égal à τ_{e-s} . Cela permet d'avoir des constantes de temps de montée de quelques dizaines de ns pour des MMC avec des absorbeurs dont la capacité thermique ne dépasse pas environ 1 pJ/K à quelques dizaines de mK. Cela en fait les détecteurs cryogéniques thermiques les plus rapides parmi les MMC, les TES et les thermistances. Néanmoins, d'autres facteurs peuvent limiter les temps de montée, comme la diffusivité thermique de l'absorbeur, la présence d'autres conductances thermique limitantes en série avec G_{a-s} ou la bande passante de l'électronique.

L'ensemble de ces deux systèmes est faiblement couplé thermiquement à un bain thermique à une température typiquement compris entre 10 et 50 mK via la conductance thermique G_b . Dans le cas d'un système composé de deux conductances et de deux capacités thermiques comme indiqué figure 34. A pour le système avec un senseur Ag:Er, le temps de retour à l'équilibre thermique τ_d est donné par l'équation 3-1.

Pour le cas d'un senseur Au:Er, le temps de retour à l'équilibre thermodynamique peut être décomposé en deux constantes de temps du fait de la présence de la capacité thermique C_{quad} reliée à la capacité C_{spin} via la conductance G_{quad} . Lorsque l'énergie du photon est thermalisée dans le système des électrons de conduction, le fort couplage au système des spins conduit à une constante de temps de montée rapide. Ensuite l'énergie s'équilibre avec la capacité additionnelle C_{quad} due aux moments quadrupolaires dont le couplage avec les spins est plus faible que couplage électron-spin, mais plus fort que le couplage de l'ensemble au bain thermique. L'énergie dans le système des spins diminue et conduit à une première constante de temps de l'ordre de la centaine de microsecondes, τ_{quad} . Enfin vient le temps de retour à l'équilibre thermique τ_d comme l'alliage précédent qui est aussi de l'ordre de la ms (figure 35). En dessous de 30 mK, température en dessous de laquelle la capacité C_{quad} devient significative dans le système thermodynamique du MMC, les impulsions entre un MMC doté d'un senseur Ag:Er et d'un MMC doté un senseur Au:Er seront différentes. L'amplitude de l'impulsion de température entre les deux MMC sera pratiquement identique, car dans le senseur Au:Er, l'énergie sera initialement répartie quasi uniquement entre électrons et spins du fait du couplage faible entre spins et moments quadrupolaires. Cependant, l'amplitude de l'impulsion en variation d'aimantation avec un senseur Ag:Er sera plus faible du fait de l'interaction d'échange RKKY plus importante dans ce matériau par rapport au Au:Er. La capacité C_{quad} introduit une constante de descente rapide. De plus, le temps global de retour à l'équilibre avec un MMC Au:Er sera plus long car $C = C_e + C_{spin} + C_{quad}$.

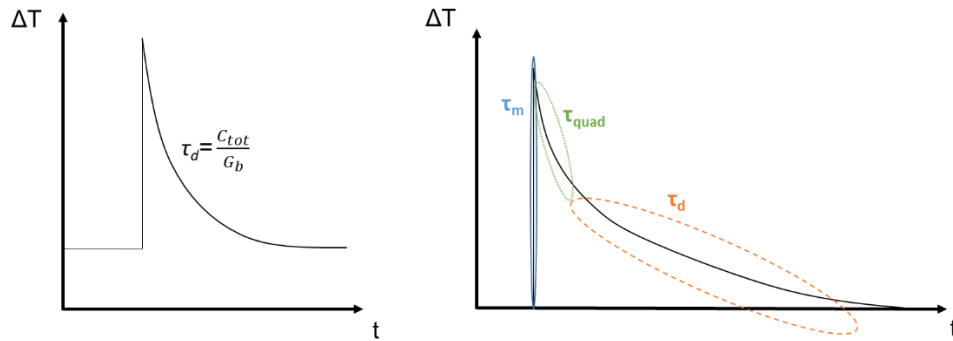


Figure 35 : à gauche, impulsions de MMC avec un senseur en Ag:Er et à droite avec un senseur en Au:Er

Dans la figure 35, la partie à gauche représente une impulsion obtenue à l'aide d'un MMC avec un senseur Ag:Er et l'impulsion de droite avec un senseur Au:Er. Les deux impulsions ont une constante de temps de montée τ_m similaire. La différence notable est au niveau du temps de retour à l'équilibre thermique. Le MMC avec un senseur Ag:Er a une constante temps de retour à l'équilibre τ_d sous forme d'une simple exponentielle décroissante alors que l'impulsion de droite a deux constantes de retour à l'équilibre τ_{quad} et τ_d formant deux exponentielles décroissantes.

3.3.2.4 Couplage du signal du senseur au SQUID

3.3.2.4.1 Les transformateurs de flux magnétique

Comme dit précédemment, il est important de bien étudier la géométrie du détecteur pour optimiser ses performances. Il en va de même pour le couplage de certains composants du détecteur. En effet, la variation d'aimantation du senseur doit être couplée au SQUID qui va convertir cette grandeur en une variation de tension mesurable. Le senseur peut être couplé directement au SQUID en le plaçant dans la boucle circulaire de certains modèles de SQUID, ou il peut être couplé indirectement via un transformateur de flux magnétique. Il est intéressant d'utiliser un transformateur de flux puisqu'il permet de coupler un senseur de large volume avec un SQUID, dont la boucle sensible est toujours de faible taille. Le transformateur de flux est un circuit supraconducteur fermé formant une bobine de lecture et une bobine d'injection ayant respectivement une inductance L_l et L_i . Le transformateur de flux introduit un facteur de couplage entre le signal de la bobine de détection, le signal du SQUID et son bruit. La puissance spectrale en flux $S_{\phi S}$ peut être exprimée ainsi :

Équation 3-28

$$S_{\phi S} = \frac{M_i^2}{(L_l + L_i)^2} S_{\phi d}$$

Avec $S_{\phi d}$ la puissance spectrale en flux de la bobine de lecture. La sensibilité en énergie de la bobine de lecture $\varepsilon_d(f)$ peut être exprimée ainsi :

Équation 3-29

$$\varepsilon_d(f) = \frac{S_{\phi d}(f)}{2L_l} = \frac{(L_l + L_i)^2 S_{\phi}(f)}{L_l L_i 2k_i^2 L_s}$$

Avec L_s l'inductance du SQUID et k_i le facteur de couplage inductif. Lorsque $L_i = L_l$, $\varepsilon_d(f)$ est minimal et vaut $\varepsilon_s(f)k_i/4$, avec $\varepsilon_s(f)$ la sensibilité en énergie du senseur. En conséquence, lorsque le senseur est petit, le rapport signal sur bruit avec un transformateur de flux est au mieux deux fois plus faible que dans le cas d'un couplage direct.

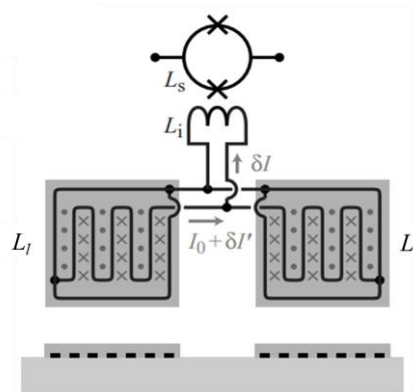


Figure 36 Senseur et circuits conducteurs vue de dessus [89]

Les MMC utilisés par le LNHB sont constitués comme la figure 36 de deux senseurs planaires et de bobines de lecture en forme de méandre pour aimanter le senseur et lire son signal sur toute sa surface [58]. Il y a deux senseurs et donc deux bobines de lecture. Les bobines de lecture sont connectées en parallèle et à la bobine d'injection du SQUID. Le champ magnétique pour aimanter le senseur est généré par un courant permanent circulant I_0 dans les deux bobines de lecture formant un circuit supraconducteur fermé [97]. Lorsque le senseur change de température alors son aimantation varie, cela fait varier le champ magnétique dans la bobine de lecture ce qui crée une variation de courant $\delta I'$ et une variation de courant δI dans la bobine d'injection, cette dernière va être convertie en variation de flux magnétique pour être mesurée par le SQUID. Le méandre produit un champ magnétique dont la distribution dans le senseur est inhomogène. La valeur du champ magnétique en un point du senseur est donnée par :

Équation 3-30

$$B(r) = \mu_0 G \left(\frac{r}{p} \right) \frac{I_0}{p}$$

Avec $B(r)$ le champ magnétique à une position r , $G(r/p)$ le facteur géométrique de couplage magnétique, I_0 le courant permanent circulant dans la bobine de lecture et p la distance entre deux pistes de méandre. La valeur moyenne du champ magnétique chute exponentiellement en fonction de la distance entre un méandre et le plan du senseur.

$G(r/p)$ est indépendant des dimensions totales du méandre, mais il change avec w/p qui est le rapport entre la largeur de la piste du méandre w et la distance entre deux pistes p . Il quantifie le couplage entre le moment magnétique d'un élément de volume et la bobine de lecture, donc le flux magnétique résultant dans la bobine.

3.3.2.4.2 DC SQUID

Le DC SQUID est un magnétomètre extrêmement précis fonctionnant à basse température.

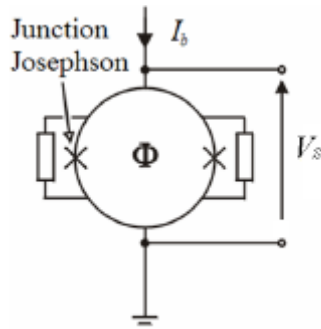


Figure 37 DC SQUID

La figure 37 représente un DC SQUID. Il consiste en une boucle supraconductrice interrompue par deux jonctions de Josephson connectées en parallèle qui sont soit des matériaux isolants, soit des matériaux métalliques non supraconducteurs. Lorsque le SQUID est en dessous de sa température critique, les électrons de conduction circulent par paires de Cooper et traversent la jonction de Josephson par effet tunnel jusqu'à un certain courant critique. Pour des courants de polarisation supérieurs au courant critique, une tension apparaît entre les deux contacts du SQUID. L'application d'un champ magnétique dans la boucle du SQUID va changer le flux magnétique traversant la boucle du SQUID et le courant critique et ainsi moduler la tension en fonction du champ appliqué. Le SQUID comporte deux résistances dit de « shunt » en parallèle des jonctions Josephson permettant d'éviter un comportement hystérétique de la tension.

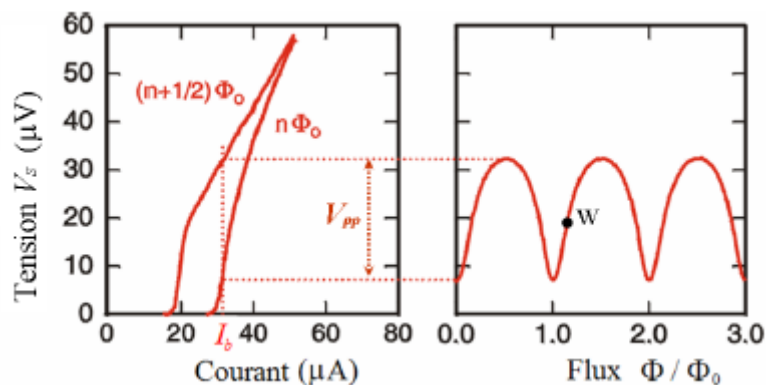


Figure 38 Tension en fonction du courant (caractéristique V-I) et tension en fonction de flux Φ (caractéristique V- Φ) par unité de flux $\Phi_0 = 2,07 \times 10^{-15}$ Wb qui est le quantum de flux magnétique.

Le SQUID est polarisé avec un courant constant I_b supérieur au courant critique du circuit. Comme l'indique la figure 38, lorsqu'un flux magnétique traverse la boucle, la tension aux bornes du SQUID change. La tension varie alors périodiquement en fonction du champ appliqué avec une période d'un

quantum de flux magnétique Φ_0 . La variation de la tension est maximale entre $n\Phi_0$ et $(n + \frac{1}{2})\Phi_0$, n étant un entier et la période en Φ_0 de la caractéristique $V - \Phi$.

3.3.2.4.3 Electronique de contre-réaction

Le DC SQUID n'est pas linéaire avec le flux magnétique appliqué, sa réponse est linéarisée grâce à un intégrateur, à une bobine de contre-réaction et une résistance de contre-réaction R_f . Pour opposer un flux magnétique à celui mesuré par le SQUID (figure 39). La différence de tension aux bornes du DC SQUID est amplifiée puis intégrée.

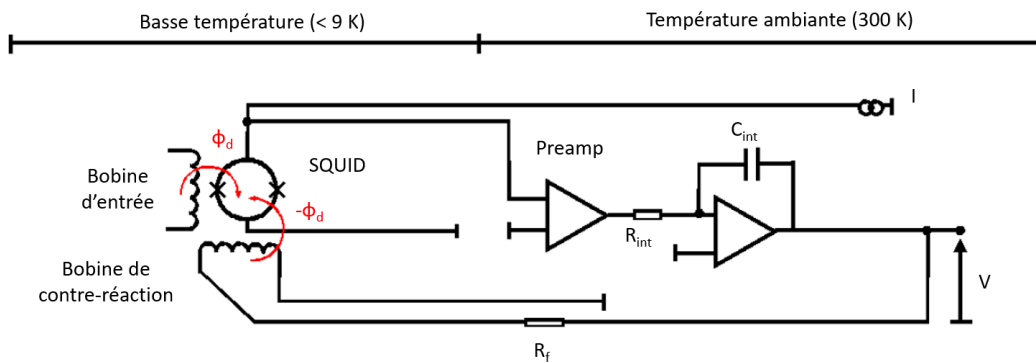


Figure 39 Schéma de l'électronique du DC SQUID

Ensuite, la tension en sortie de l'électronique est convertie en courant à l'aide d'une résistance de contre-réaction. Le courant circule ensuite dans la bobine de contre-réaction qui va produire un flux magnétique qui est l'opposé du flux initial dans le SQUID. Il peut s'exprimer ainsi :

Équation 3-31

$$\Phi_c = \frac{M_{rs}V}{R_f}$$

Avec Φ_c le flux généré par la bobine de contre-réaction, M_{rs} l'inductance mutuelle entre la bobine de contre-réaction et le SQUID, V la tension à la sortie du préamplificateur et R_f la résistance de contre-réaction. Le SQUID est maintenu autour du point W de la caractéristique $V - \Phi$ cf. figure 38. L'électronique en aval du DC SQUID est à température ambiante. Elle contribue au bruit du système. En effet, la densité spectrale du bruit de l'électronique peut être exprimée en flux magnétique rapporté au niveau du SQUID :

Équation 3-32

$$S_\Phi = S_V/V_\Phi^2$$

Avec S_V la densité spectrale de l'amplificateur et V_Φ le coefficient de transfert flux-tension. Ce coefficient $V_\Phi = \left(\frac{\partial V}{\partial \Phi}\right)_W$ est la pente de la caractéristique $V - \Phi$ autour du point de fonctionnement W . Ceci permet de comparer la contribution du bruit de l'électronique avec le bruit en flux du SQUID même et le bruit intrinsèque du MMC mesuré par le SQUID. Dans le cas du schéma électronique de la

figure 39, L'amplificateur domine souvent sur le bruit du SQUID. Pour diminuer sa contribution, un système à double étage SQUID est nécessaire.

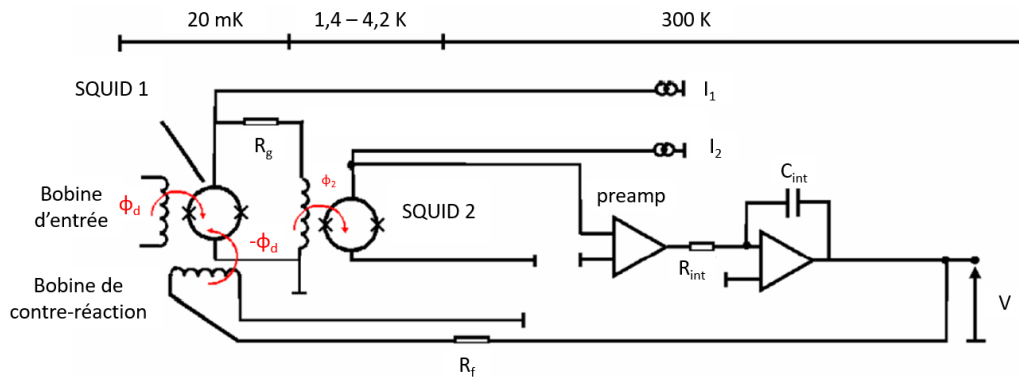


Figure 40 SQUID à double étage

En effet comme l'indique la figure 40 le SQUID 2 joue le rôle de préamplificateur. Il amplifie le signal avec un bas niveau de bruit. Cette fois-ci le signal à l'entrée du préamplificateur est plus élevé, la contribution de l'électronique au bruit global s'en retrouve diminuée. Les SQUID 1 et 2 sont inductivement couplés via la résistance de gain R_g . Le gain du SQUID 2 peut être exprimé ainsi :

Équation 3-33

$$G_{\Phi} = \frac{\Phi_2}{\Phi_d} = \frac{M_{1,2}}{R_g + R_{dyn,1}} V_{\Phi,1}$$

Avec $M_{1,2}$ l'inductance mutuelle entre le SQUID2 et sa bobine d'injection, $R_{dyn,1}$ la résistance dynamique du SQUID1 et $V_{\Phi,1}$ le coefficient de transfert flux-tension du SQUID1.

Pour améliorer la résolution, il est aussi nécessaire de maximiser le rapport signal sur bruit du détecteur. Il y a différentes sources de bruit intrinsèques aux MMC à prendre en compte, celles-ci sont présentées ci-dessous avec leur densité de puissance spectrale respective.

3.3.2.5 Bruit des MMC

3.3.2.5.1 Fluctuation thermodynamique de l'énergie pour un MMC

Comme dans tout détecteur cryogénique thermique, la source de bruit fondamentale d'un MMC est le bruit lié aux fluctuations thermodynamiques issues de l'échange d'énergie interne du détecteur avec le bain. En supposant les conditions réalistes suivantes : $0,1 < \frac{C_{spin}}{C_e} < 10$ (C_{spin} et C_e sont respectivement la capacité thermique des spins et des électrons de conduction), $\tau_d \gg \tau_m$ et en supposant que le bruit thermodynamique pose la limite intrinsèque du bruit du détecteur, la résolution à mi-hauteur d'un pic mesuré est exprimée ainsi :

Équation 3-34

$$\Delta E_{FWHM} = 2,35\sqrt{4k_B T^2 C_e} \left(\frac{1}{\beta(1-\beta)} \frac{\tau_m}{\tau_d} \right)^{\frac{1}{4}}$$

Avec $\beta = C_{spin} / (C_{spin} + C_e)$. Cette relation n'est valable que lorsque le bruit thermodynamique domine toutes les autres sources de bruit. Il est intéressant de noter que la résolution est dépendante de τ_m et τ_d . Pour une meilleure résolution, il faut un temps de montée faible et un temps de descente long. Cependant, un temps de descente plus long diminue le taux de comptage.

3.3.2.5.2 Bruit magnétique de Johnson

Etant donné que le senseur du MMC est métallique et que son absorbeur l'est généralement aussi, le mouvement Brownien, ou agitation thermique des électrons de conduction génère un bruit en courant dans l'absorbeur et le senseur qui se traduit par un bruit magnétique dans la bobine de lecture ou dans le SQUID. La densité spectrale du bruit magnétique de Johnson généré par un cube métallique dans le méandre peut être exprimée ainsi [98] :

Équation 3-35

$$S_{\Phi,J}(f) = \frac{2,376}{4\pi} \mu_0^2 k_B T \sigma A p \left(e^{-\frac{2\pi d}{p}} - e^{-\frac{2\pi(d+h)}{p}} \right)$$

Avec h la hauteur du cube métallique (senseur ou absorbeur), σ sa conductivité électrique, d la distance entre le cube et la bobine de lecture, p la distance entre les pistes de la bobine de lecture en forme de méandre et A la surface de recouvrement entre le cube et le méandre. A noter que la conductivité thermique du senseur et de l'absorbeur sont très différentes, le senseur étant un matériau dopé, sa conductivité est faible alors que celle de l'absorbeur est très élevée, mais celui-ci est plus éloigné de la bobine de lecture.

En pratique, les MMC sont configurés d'une façon qui rend le MMC peu sensible au bruit magnétique Johnson : comme on le voit dans la figure 36, la bobine en forme de méandre est enfermée dans un carré supraconducteur fermé. Cette configuration transforme chacun des méandres en gradiomètre local ; le bruit Johnson magnétique vu par les parties marquées par des points en figure 36 s'annule avec celui vu par les parties marquées par des croix.

3.3.2.5.3 Bruit du SQUID

Même si le SQUID est le magnétomètre avec le plus faible niveau de bruit qui existe, dans la chaîne de mesure, le bruit du SQUID a l'une des plus grandes contributions. Le spectre du bruit du flux du SQUID consiste en un bruit blanc, donc indépendant de la fréquence et un composant en $1/f$ (« flicker noise ») qui augmente à faible fréquence. Le bruit blanc est généré par les résistances shunt.

En pratique le bruit blanc est indépendant de l'inductance du SQUID. Par ailleurs, le bruit du SQUID peut être dominé par celui de son électronique à température ambiante, il est alors nécessaire d'utiliser des SQUID à double étage comme mentionné en 3.3.2.4.3.

3.3.2.5.4 Bruit des ions erbium

Il existe dans le bruit des MMC une contribution en $1/f$ dont l'origine n'est pas clairement comprise. Elle semble provenir des ions Er dans le senseur puisqu'elle augmente lorsque la concentration en ions Er augmente. Le bruit paramagnétique est proportionnel à $1/f^\xi$ avec ξ une valeur empirique dépendant de la géométrie et des propriétés du senseur, elle est comprise entre 0,7 et 1. Sa densité spectrale peut être exprimée ainsi :

Équation 3-36

$$S_{\Phi,Er}(f) = \frac{\mu_0^2 \langle G^2 \rangle}{p^2} S_m(f) N_{Er}$$

Avec $S_m(f)$, la fluctuation du moment magnétique d'un atome d'erbium, G un facteur géométrique, p le pas du méandre et N_{Er} le nombre d'ions erbium. Ce bruit est indépendant de la température. $S_m(f) = \frac{k_{sens}}{f^\xi}$ où ξ et k_{sens} dépendent du matériau du senseur Au:Er ou Ag:Er. Les valeurs de k_{sens} ont longtemps étaient incertaines, car ce bruit est mélangé avec d'autres contributions, comme le bruit $1/f$ du SQUID, le bruit thermodynamique ou encore les fluctuations de températures. Récemment, grâce à un pont de mesure qui a permis de décorréler ces sources et de mesurer les contributions du bruit k_{sens} et ξ [111]. Pour l'Au:Er $k_{sens} = 0,115$ et $\xi = 1$ et pour l'Ag:Er $k_{sens} = 0,0175$ et $\xi = 0,856$ [95].

3.4 Absorbants des détecteurs cryogéniques

L'absorbant permet d'absorber un photon et de convertir son énergie en chaleur et en une élévation de température. Il est fortement couplé thermiquement au senseur. Un absorbant idéal pour la spectrométrie de photon se thermalise instantanément et de manière homogène dans l'ensemble du volume de l'absorbant avant que l'élévation de température n'atteigne le senseur. En conséquence, il faut une bonne conductivité thermique pour une thermalisation parfaite, de sorte que l'élévation de température dans l'absorbant soit égale en tout point, et que toute l'énergie soit thermalisée, c'est-à-dire que l'élévation de température de l'absorbant ΔT_a soit égal à

Équation 3-37

$$\Delta T_a = \frac{E}{C_a}$$

Avec C_a la capacité thermique de l'absorbant. Par ailleurs, la capacité thermique C_a doit être minimale pour maximiser l'élévation de température et pour minimiser le bruit thermodynamique (cf. 3.1). Le choix du matériau de l'absorbant est donc très important. Il y a plusieurs types de matériaux utilisés par les détecteurs cryogéniques comme absorbant selon l'application et les performances visées. Par exemple les détecteurs cryogéniques pour la matière noire utilisent des cristaux volumineux, avec une thermalisation relativement lente, alors que les spectromètres de photons utilisent des absorbants relativement petits et métalliques, supraconducteurs ou normaux, avec une thermalisation beaucoup plus rapide. Les matériaux en question se distinguent en trois types : les cristaux diélectriques, les métaux normaux et les supraconducteurs.

3.4.1 Capacité thermique de l'absorbant

Dans les paragraphes suivants seront donnés les chaleurs spécifiques des principaux matériaux qui peuvent être employés comme absorbant de rayonnement ou particules de détecteurs cryogéniques calorimétriques.

3.4.1.1 Absorbant diélectrique cristallin

Les diélectriques sont des candidats intéressants, car ils ont une faible capacité thermique due au fait qu'il n'y a que les phonons qui contribuent à celle-ci. La capacité thermique peut être exprimée au travers de la chaleur spécifique. Elle est donnée par l'équation 3-38 où seuls les phonons transportent la chaleur dans ces matériaux.

Équation 3-38

$$c_{ph} = \frac{12}{5} \pi^4 N_0 k_B \left(\frac{T}{\theta_D} \right)^3 = 1944 \left(\frac{T}{\theta_D} \right)^3 = \beta T^3$$

Avec N_0 le nombre d'atomes par mole, k_B la constante de Boltzmann et θ_D la température de Debye, caractéristiques de chaque matériau. La chaleur spécifique d'un matériau diélectrique dépend fortement de la température.

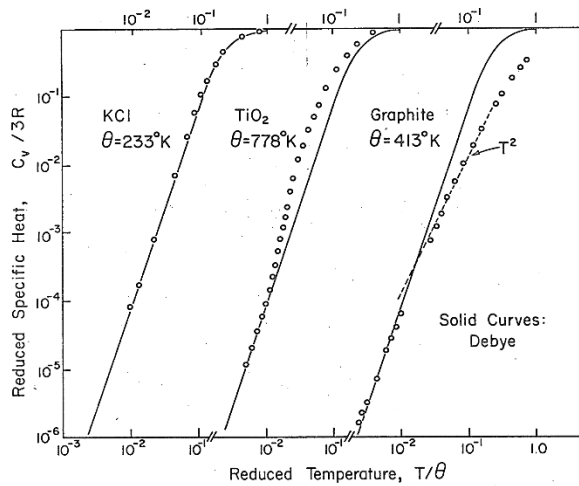


Figure 41 Chaleurs spécifiques en fonction de la température de différents matériaux [99]

Comme l'indique la figure 41, la capacité thermique diminue avec la température. La capacité thermique d'un diélectrique est faible comparé aux métaux normaux. Pour les supraconducteurs suffisamment en dessous de leur température critique, il existe seulement la contribution des phonons. Cependant, son application en tant qu'absorbeur n'est pas viable pour notre application, les raisons seront présentées plus tard.

3.4.1.2 Absorbeur métallique normal

Contrairement aux diélectriques, les phonons ne sont pas les seuls à contribuer à la capacité thermique. En effet, les métaux ont des électrons de conduction qui dominent la chaleur spécifique à basse température. Elle est la somme de deux contributions, la chaleur spécifique des phonons c_{ph} et celle des électrons de conduction c_e :

Équation 3-39

$$c = c_e + c_{ph} = \gamma T + \beta T^3$$

γ est la constante de Sommerfeld, elle dépend de la densité d'états des électrons de conduction. Cette constante est propre à chaque matériau et peut s'exprimer ainsi :

Équation 3-40

$$\gamma = \frac{\pi^2}{2T_F} N_0 k_B$$

Avec T_F la température de Fermi et N_0 le nombre d'atomes par mole. Du fait de la différence de dépendance de ces contributions en fonction de la température, la contribution des électrons de conduction devient dominante à très basse température (< 100 mK), et celle des phonons est négligeable. Ce sont pratiquement seulement électrons de conduction qui transportent la chaleur dans l'absorbeur. On verra plus loin que ces électrons sont à la fois un avantage et un inconvénient pour les absorbeurs.

3.4.1.3 Absorbeur supraconducteur

Les métaux supraconducteurs sont intéressants. Ils ont une faible chaleur spécifique à faible température tout comme les diélectriques.

Au-dessus de la température critique, la capacité thermique diminue linéairement avec la température, car elle est dominée par la chaleur spécifique des électrons de conduction. Elle met en évidence une transition de la chaleur spécifique lorsque le matériau atteint ses propriétés supraconductrices. La variation de capacité thermique ΔC de la transition supraconductrice peut être exprimée ainsi :

Équation 3-41

$$\Delta c = 1,43\gamma T_c$$

Avec γT_c la chaleur spécifique du matériau lorsqu'il est encore un simple conducteur. A plus basse température que la transition à l'état supraconducteur, la chaleur spécifique $c_{e,s}$ des paires de Cooper chute encore plus rapidement. Elle peut être exprimée ainsi :

Équation 3-42

$$c_{e,s} = 1,34\gamma T_c \frac{\Delta E}{k_B T_c} e^{-\frac{\Delta E}{k_B T_c}}$$

Avec ΔE le gap en énergie du supraconducteur. La capacité thermique des phonons dans un supraconducteur n'est pas influencée par la transition du matériau. En effet, en dessous de la température de transition T_c , il y a deux contributions à la capacité thermique, celle des phonons et celle des paires de Cooper. Les électrons sont appariés en paires de Cooper qui ont une faible contribution à la capacité thermique. Plus précisément, ils ajoutent un excès de capacité thermique qui décroît très rapidement avec la température. En dessous de plus d'un ordre de grandeur sous la T_c , seuls les phonons contribuent à la capacité thermique et au transport de chaleur.

Du point de vue de la capacité thermique en dessous de 100 mK, les absorbeurs supraconducteurs et diélectriques sont plus intéressants, car seule la chaleur spécifique donnée par les phonons contribue et elle décroît en T^3 . Alors que dans un métal normal, la chaleur spécifique des électrons de conduction domine et ne décroît qu'avec une dépendance linéaire en T . Mais d'autres caractéristiques des matériaux sont à considérer pour assurer au détecteur cryogénique de bonnes performances en termes de résolution en énergie. En effet, la thermalisation dans les supraconducteurs reste encore peu comprise et peut être longue due à la création de quasi-particules ayant un long temps de vie avant leur recombinaison en paires de Cooper [100].

3.4.2 Thermalisation de l'énergie en fonction du matériau de l'absorbeur

Quel que soit le matériau, les photons, jusqu'à quelques centaines de keV, interagissent dans l'absorbeur par effet photo-électrique ou effet Compton. Ils peuvent alors céder tout ou une partie de leur énergie à un électron, laissant un atome excité. L'atome se désexcite rapidement en émettant des photons X et des électrons Auger. L'ensemble continue de se désexciter par ionisation secondaire

jusqu'au minimum d'ionisation du matériau. Ensuite, la désexcitation des électrons s'effectue au travers de différents états excités hors équilibre selon le type de matériau. L'un des états excités communs à tous les matériaux est les phonons athermiques. Après certaines interactions qui varient selon le type de matériau, ces états se thermalisent et génèrent un grand nombre d'états excités thermiques. Cette thermalisation est importante à comprendre. Il est nécessaire que le temps de thermalisation soit inférieur à la constante de temps de montée du signal afin que la température soit homogène dans l'absorbeur avant que la chaleur n'atteigne le senseur.

3.4.2.1 Cas des matériaux métalliques

Lorsqu'un photon est absorbé par l'absorbeur, il y a génération d'un électron par effet photoélectrique. Cet électron perd de l'énergie par diffusion électron-électron jusqu'à atteindre une énergie d'environ 0,1 eV au bout d'environ 1 ps. Ensuite, les électrons ayant une énergie insuffisante pour exciter d'autres électrons vont générer des phonons athermiques à haute fréquence qui vont se thermaliser via diffusion avec les électrons de conduction. Le système phononique et électronique atteint un équilibre thermique. La majorité de l'énergie est retournée au système électronique. La thermalisation complète de l'absorbeur se produit via la diffusion thermique dont la durée est de l'ordre de la microseconde selon les dimensions de l'absorbeur.

3.4.2.2 Cas des matériaux cristallins diélectriques et semi-conducteurs

Dans un matériau diélectrique ou semi-conducteur, les électrons énergétiques produisent des paires électron-trou.

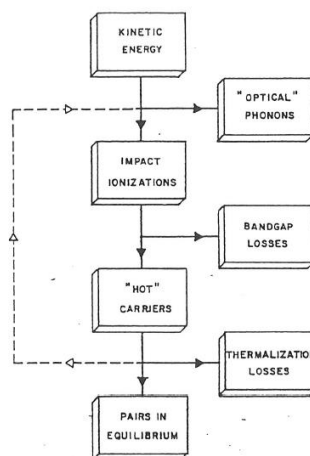


Figure 42 Diagramme de la thermalisation d'un matériau diélectrique ou semi-conducteur [101]

Comme l'indique la figure 42, la production de paires électron-trou est en concurrence avec la production de phonons athermiques. Lorsque les électrons n'ont plus d'énergie suffisante pour produire des paires, ils se thermalisent vers des phonons thermiques. Les paires électron-trou produites peuvent se recombiner pour céder leur énergie sous forme d'autres états excités. La recombinaison s'effectue autour des impuretés et des défauts cristallins. Elle est accompagnée par

l'émission de photons (scintillation) et/ou de phonons athermiques. Il y a trois phénomènes qui se produisent lors de la recombinaison des paires qui dégradent la résolution en énergie du détecteur. Le premier est le long temps de recombinaison des paires. En effet, le temps de recombinaison est variable. Il dépend du nombre d'impuretés. Si le temps de recombinaison est trop long, alors l'énergie portée par les paires non recombinées ne sera pas mesurée par le senseur. Le deuxième phénomène est le piégeage d'une des charges de la paire. Cette capture de charge empêche la recombinaison et donc, encore une fois, empêche la paire de céder de l'énergie. Il est aussi possible qu'une recombinaison émette des photons de scintillation qui ne sont pas réabsorbés par l'absorbeur. En conséquence, l'énergie du photon n'est pas mesurée. Il est possible d'accélérer le temps de recombinaison en dopant le matériau. Cependant, cela peut augmenter le nombre de pièges empêchant la recombinaison. De plus, la présence de dopant peut favoriser la luminescence et ainsi être une source supplémentaire de perte d'énergie qui diminue l'amplitude ΔT du signal et ainsi la résolution.

3.4.2.3 Cas des matériaux supraconducteurs

Dans un supraconducteur, les électrons sont appariés en paires de Cooper. Lorsqu'un absorbeur supraconducteur absorbe un photon, les processus d'ionisation primaires et secondaires sont les mêmes que dans d'autres matériaux. L'essentiel de l'énergie déposée est cédée dans un premier temps à des phonons athermiques. Les phonons ayant une énergie supérieure à deux fois le gap Δ du supraconducteur brisent les paires de Cooper en quasi-particules. Ces quasi-particules vont céder leur énergie de deux manières différentes. La première est la diffusion inélastique avec les phonons présents. La deuxième est la recombinaison des quasi-particules en paire de Cooper en émettant un phonon d'énergie d'au moins 2Δ qui peut à son tour briser une paire de Cooper. Les phonons perdent leur énergie principalement par diffusion inélastique avec d'autres phonons. Lorsque les phonons ont une énergie inférieure à 2Δ et que les quasi-particules ont une énergie inférieure à 3Δ , il n'est plus possible de créer de nouvelles quasiparticules, celles-ci peuvent se recombinaison et créer des phonons athermiques qui vont se thermaliser comme dans un matériau diélectrique ou semi-conducteur. Le nombre de quasi-particules maximum créées N_Q en fonction de l'énergie du photon incident E s'exprime ainsi :

Équation 3-43

$$N_Q = \frac{E}{\varepsilon}$$

Avec $\varepsilon \approx 1,68\Delta$. Cela indique qu'environ 60 % de l'énergie du photon est répartie dans les quasi-particules et 40 % dans les phonons. Ces phonons thermalisent le senseur, mais si les quasi-particules ne se recombinent pas assez rapidement par rapport au temps de montée des impulsions, alors l'amplitude du signal est diminuée de 60 %. La fluctuation statistique sur le nombre de quasi-particules créées s'exprime ainsi :

Équation 3-44

$$\sigma_{E,stat} = \sqrt{1,68 \cdot \Delta \cdot E \cdot F}$$

Avec F le facteur de Fano. Le processus de thermalisation peut être long et partiel, en fonction des propriétés macroscopiques et microscopiques (densité et type d'impuretés, morphologie

cristallographique...) du supraconducteur. Une longue thermalisation, par exemple du fait d'une longue durée de vie des quasi-particules, pose deux problèmes : si le temps de thermalisation moyen est plus long que la constante de temps imposée par la conductance thermique entre l'absorbeur et le senseur, la chaleur peut se propager vers le senseur avant que l'élévation de température soit homogène dans l'absorbeur. Cet effet va dépendre de la position d'interaction du photon dans l'absorbeur par rapport à l'interface thermique entre le senseur et l'absorbeur. Or, les photons, selon leur énergie, peuvent interagir dans n'importe quelle partie de l'absorbeur. Il s'ensuit un défaut balistique, c'est-à-dire que la forme des impulsions va dépendre de cette position d'interaction ainsi que de l'énergie mesurée². Si le temps moyen de thermalisation est plus long que la constante de temps de descente, le signal sera fortement réduit et la résolution dégradée. Lorsque l'énergie absorbée n'est que partiellement thermalisée, l'élévation de température sera inférieure à celle attendue par $\Delta T_a = E/C_a$. Cette réduction peut être statistiquement distribuée, car le nombre N d'états excités athermiques est statistiquement distribué avec une incertitude de \sqrt{N} , ce qui ajoute une dégradation à la résolution en énergie.

3.5 Choix du senseur et de l'absorbeur

Après avoir exposé en détail les trois types de senseurs thermiques des détecteurs cryogéniques (les thermistances, les TES et les MMC), ainsi que les trois types d'absorbeur, (métalliques normaux ou supraconducteurs et les diélectriques cristallins), nous pouvons discuter du choix de senseur et d'absorbeur pour réaliser des mesures précises des énergies X et gamma jusqu'à 200 keV environ. La qualité de la mesure est jugée sur trois figures de mérite : la résolution en énergie, la linéarité du détecteur et la fonction de réponse du détecteur. Cette dernière doit être autant que possible gaussienne, c'est-à-dire que le détecteur ne doit pas engendrer des pics en énergie avec des traines, et que les photons ayant interagi dans l'absorbeur contribuent au pic d'absorption totale et non au fond Compton ou aux pics d'échappement. Quant à la non-linéarité, elle est reliée à la dépendance avec la température des grandeurs thermodynamiques en jeu dans l'élévation de température du détecteur, soit les capacités thermiques $C(T)$, et à la dépendance des grandeurs en jeu dans la sensibilité du thermomètre, soit la résistance de thermistances et des TES $R(T)$ et à l'aimantation des MMC $M(T)$.

Les détecteurs à base de thermistances ont été les premiers détecteurs thermiques cryogéniques développés pour la spectrométrie de photons dans une gamme d'énergie de quelques keV [102]. Ils ont obtenu des résolutions de l'ordre de 5 eV à 6 keV et des matrices de quelques dizaines de pixels ont été développées pour des missions spatiales [103]. Cette technologie peine en revanche à augmenter la gamme d'énergie des photons à mesurer, car leurs performances se dégradent rapidement avec la capacité thermique de l'absorbeur alors qu'il faut plus d'épaisseur pour absorber les photons. Par conséquent, ils nécessitent de fonctionner à très basse température avec la contrepartie de rendre les détecteurs plus lents. A noter, toutefois qu'ils ont été développés pour les mesures de décalage de Lamb d'atomes lourds hydrogénoïdes, pour lesquelles des absorbeurs en

² La variabilité de l'énergie mesurée en fonction du défaut balistique dépend aussi du traitement du signal appliqué.

plomb de 47 μm ont été couplés aux thermistances. Ces absorbeurs permettent d'avoir un bon rendement autour de 50 keV et une résolution de l'ordre de 65 eV a été démontrée [104] et [105].

La technologie basée sur les TES est de loin la plus mure pour la spectrométrie de photons. Des résolutions de 1,6 eV à 6 keV et de l'ordre de 60 eV à 100 keV ont été obtenues [106] et [84], avec des matrices qui vont bientôt atteindre le millier de pixels grâce à différentes méthodes de multiplexage. Des modules de TES sont installés sur des synchrotrons pour la spectrométrie haute résolution et sur des accélérateurs pour mesurer les transitions X d'atomes muoniques [107] et [108]. Ces modules comportent des absorbeurs en or ou bicouche Au-Bi pour bénéficier des excellentes propriétés de l'or (thermalisation, conductivité thermique et pouvoir d'absorption). Pour la spectrométrie gamma autour de 100 keV, des matrices de centaines d'absorbeurs en étain de $1,25 \times 1,25 \times 0,5 \text{ mm}^3$ sont capables de faire de l'analyse isotopique d'actinides [84]. Les TES ont été utilisés à la métrologie des énergies X émis par les lanthanides en dessous de 10 keV [109], sujet voisin des travaux présentés dans cette thèse. Le principal défaut des TES pour la métrologie des énergies de photon est leur importante non-linéarité et chaque transition de TES a sa propre non-linéarité, la correction de non-linéarité doit d'être appliquée à chaque pixel avec des méthodes mathématiques complexes et un nombre important de raies d'étalonnage [110]. La non-linéarité des TES est le prix à payer de la raideur de la transition supraconductrice, raideur qui par ailleurs leur permet d'atteindre d'excellentes résolutions.

Bien que les MMC sont une technologie moins mature que celle des TES, car c'est la plus récente, ils ont d'excellentes performances, en termes de résolution en énergie et de rendement de détection. A 6 keV, ils détiennent le record de résolution de 1,25 eV [111] et celui du pouvoir de résolution de 6000 avec 10 eV à 60 keV (figure 43) [112]. Grâce à la capacité thermique élevée du senseur qui ne pénalise pas pour autant sa sensibilité, les MMC peuvent être couplés à des absorbeurs de capacité thermiques importantes en or. Ils peuvent fonctionner à très basse température tout en restant les plus rapides des détecteurs cryogéniques et ils sont bien moins non-linéaires que les détecteurs à TES et à thermistances. La non-linéarité d'un MMC peut-être simplement corrigée par un polynôme de second degré (figure 43) [112]. En revanche, le développement de matrice de pixels est plus contraignant, car la contribution du bruit de l'électronique à SQUID est plus importante que pour les TES.

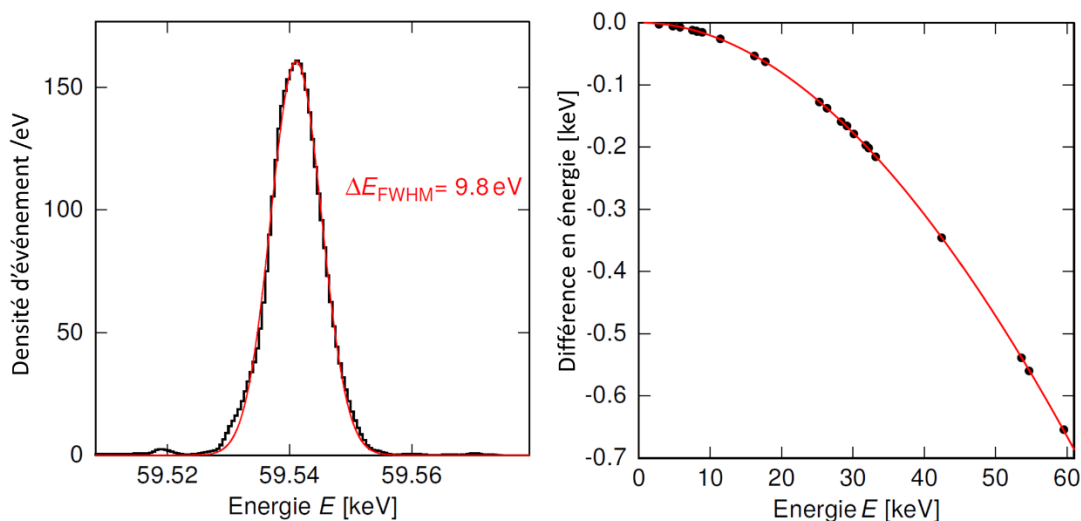


Figure 43 A gauche, un pic gamma de 60 keV de ^{241}Am mesuré à l'aide d'un MMC, à droite l'écart de non-linéarité en énergie en fonction de l'énergie [113].

Parmi tous les absorbeurs étudiés pour la spectrométrie de photons, l'or reste un matériau de choix même si sa capacité thermique est importante du fait de la contribution des électrons de conduction. Sa thermalisation simple est rapide évite les problèmes de défauts balistiques dans l'absorbeur (dépendance de la forme de l'impulsion en fonction du point d'impact), et évite les problèmes de piégeage d'une partie de l'énergie dans des états excités athermiques comme les quasi-particules dans les supraconducteurs ou les paires électrons tous dans les diélectriques. De plus, avec son grand numéro atomique de 79 et sa grande masse volumique de 19,3 g/cm³) l'or fait partie des matériaux avec le meilleur pouvoir d'absorption des photons ; 100 μm d'or suffisent à absorber 70% des photons de 50 keV. Toutes ces qualités permettent aux détecteurs cryogéniques utilisant des absorbeurs d'or d'avoir une fonction de réponse au plus près d'une gaussienne, facilitant ainsi le traitement des spectres en énergie. Des groupes de recherche utilisant des TES avec des absorbeurs en bismuth ont finalement opté pour des absorbeurs en or pour avoir des réponses gaussiennes malgré la dégradation de la résolution à cause de la capacité thermique plus importante de l'or [114].

Dans cette thèse, nous avons fait le choix d'utiliser des MMC, car ils associent résolution, faible non-linéarité, rapidité et les MMC sont de préférence couplés à des absorbeurs en or. A noter, que la capacité thermique élevée de l'or et sa dépendance avec la température (équation 3-39) sont des avantages pour la linéarité du détecteur. En effet, une capacité thermique élevée amortie l'élévation de température, ce qui fait que le signal du détecteur reste dans la limite des petits signaux, là où le détecteur est linéaire. Il y a donc un compromis à trouver entre résolution et linéarité, puisque l'un cherche à maximiser l'élévation de température et l'autre à la minimiser ; et la sensibilité importante des senseurs Au:Er et Ag:Er modère ce compromis. Enfin, la dépendance linéaire de la capacité thermique des absorbeurs métalliques normaux est un avantage, car elle moins forte que celle des absorbeurs diélectriques et supraconducteurs dont la capacité varie en T^3 (équation 3-38). La dépendance pour ces derniers exacerbe la non-linéarité. Le chapitre suivant décrit le dispositif expérimental utilisé pour le fonctionnement des MMC à très basse température. Il présente également le nouveau détecteur MMC développé au cours cette thèse pour mesurer précisément les énergies X et gamma.

4 Méthode expérimentale

4.1 Sélection des radionucléides

Les photons X et gamma mesurés sont émis suite à la décroissance radioactive de radionucléides qui doivent être préalablement sélectionnés pour satisfaire certaines conditions. Il y a deux types de radionucléides sélectionnés, ceux servant à étalonner le détecteur et corriger sa non-linéarité, et ceux pour lesquels les énergies des photons émis seront mesurées pour être réévaluées. Il est préférable que les radionucléides étalons aient des énergies recommandées et évaluées à partir de mesures absolues effectuées par des spectromètres haute résolution à dispersion de longueur d'onde plutôt que par des détecteurs à semi-conducteur. Les énergies étalons doivent être comprises entre 10 keV et 200 keV et avoir une incertitude inférieure à 0,1 eV. Parmi les deux types de raies d'émission, X et gamma, nous avons privilégié les raies gamma, car leur largeur naturelle est négligeable par rapport à la résolution du détecteur, ce qui n'est pas le cas des raies X. Par exemple, pour les raies X des éléments de numéro atomique supérieur à 60, la largeur à mi-hauteur de la Lorentzienne est supérieure à 20 eV. De plus, l'intensité des émissions photoniques et la demi-vie du radionucléide ont été considérées pour sélectionner ceux-ci. Les radionucléides doivent avoir une demi-vie supérieure à 30 jours pour des raisons de logistique ; le délai entre la fabrication des sources et la mise en place de l'expérience peut être de quelques semaines au mieux, et l'acquisition des spectres est relativement longue, de l'ordre de deux semaines. L'intensité d'émission photonique doit être supérieure à environ 5 photons pour 100 désintégrations pour éviter d'utiliser des sources trop actives et pour avoir suffisamment de statistiques de comptage dans le pic correspondant. Les radionucléides dont les énergies de photon doivent être réévaluées remplissent les mêmes conditions, mais doivent avoir une incertitude en énergie supérieure à 0,1 eV. Il faut éviter les radionucléides qui émettent des photons gamma dont l'énergie est supérieure à 300 keV afin d'éviter de saturer certains étages de la chaîne électronique et de produire un fond dans le spectre par diffusion Compton.

Tableau 3 Emissions gamma des radionucléides sélectionnables pour l'étalonnage du MMC

Radionucléide	Type de désintégration	Demi-vie (jour)	Energie (keV)	Intensité pour 100 désintégrations
$^{57}\text{Co} \rightarrow ^{57}\text{Fe}$	Capture électronique	271	14,41295 (31)	9,18
			122,06065 (12)	85,49
			136,47356 (29)	10,71
$^{169}\text{Yb} \rightarrow ^{169}\text{Tm}$	Capture électronique	35	63,12044 (4)	44,05
			93,61447 (8)	2,571
			109,77924 (4)	17,36
$^{161}\text{Tb} \rightarrow ^{161}\text{Dy}$	β^-	7	25,65135 (3)	23,2
			48,91533 (5)	17
			74,56669 (6)	10,2
$^{170}\text{Tm} \rightarrow ^{170}\text{Yb}$	Capture électronique	128	84,25474 (8)	2,48
$^{153}\text{Gd} \rightarrow ^{153}\text{Eu}$	Capture électronique	240	97,43100 (21)	29,0
			103,18012 (17)	21,1

Tableau 4 Emissions gamma de radionucléides intéressants à mesurer

Radionucléide	Type de désintégration	Demi-vie (année)	Energie (keV)	Intensité pour 100 désintégrations
$^{129}\text{I} \rightarrow ^{125}\text{Xe}$	β^-	$16,1 \times 10^6$	39,578 (4)	7,42
$^{155}\text{Eu} \rightarrow ^{155}\text{Gd}$	β^-	4,8	86,5479 (10)	30,7
			105,3083(10)	21,1
$^{241}\text{Am} \rightarrow ^{237}\text{Np}$	α	432,6	59,5409(1)	35,92
$^{243}\text{Am} \rightarrow ^{239}\text{Np}$	α	7367	43,53(2)	5,89
			74,66(2)	67,2
$^{109}\text{Cd} \rightarrow ^{109}\text{Ag}$	Capture électronique	1,3	88,0336(10)	3,66
$^{181}\text{W} \rightarrow ^{181}\text{Ta}$		0,3	6,24(2)	1,03
$^{195}\text{Au} \rightarrow ^{195}\text{Pt}$		0,5	98,882(4)	11,21
$^{133}\text{Ba} \rightarrow ^{133}\text{Cs}$		10,5	80,9979(11)	33,31
$^{210}\text{Pb} \rightarrow ^{210}\text{Bi}$	β^-	22,2	46,539 (1)	4,252

Les radionucléides étalons sélectionnés comme les plus adaptés sont représentés ci-dessus dans le tableau 3 dont les incertitudes sont inférieures ou de l'ordre de 0,1 eV. La gamme en énergie va de 14 keV à 136 keV, ce qui permet de corriger la non-linéarité du détecteur pour des mesures en énergie jusqu'à 150 keV environ. De plus, certaines transitions gamma des étalons ont des énergies proches des transitions gamma des raies à mesurer. Cela permet d'optimiser la correction des non-linéarités. Le ^{161}Tb est un excellent candidat étalon ; cependant, sa demi-vie est inférieure à 7 jours, ce qui imposerait des contraintes de planning trop serrées pour la mise en œuvre expérimentale.

Le tableau 4 liste les radionucléides émettant des photons dont les énergies ont un intérêt à être remesurées et réévaluées. En effet, leur demi-vie est suffisamment longue, les énergies sont inférieures à 150 keV (gamme utile à de nombreux projets) et toutes les transitions gamma ont une intensité d'émission photonique satisfaisante. Les valeurs des énergies gamma sélectionnées affichées dans les tableau 3 et tableau 4 sont toutes issues de l'évaluation de Helmer [11]. Parmi les radionucléides listés dans les tableaux, une condition de sélection s'ajoute à celles mentionnées plus haut : leur disponibilité. Le LNHB possède un stock pour un certain nombre de radionucléides usuellement utilisés pour fabriquer des sources étalons pour la métrologie des rayonnements ionisants, par exemple l' ^{241}Am , le ^{109}Cd ou le ^{210}Pb . D'autres sont commercialement disponibles, comme le ^{243}Am , mais onéreux. Enfin, certains radionucléides sont difficiles à se procurer, comme le ^{181}W ou le ^{169}Yb . Parmi les radionucléides du tableau 3, le ^{161}Tb a été exclu en plus de sa période pour des raisons d'approvisionnement. Le ^{169}Yb n'est pas disponible au LNHB ; le centre Polatom en Pologne l'offre dans son catalogue, mais le réacteur nucléaire utilisé pour sa production était en maintenance au moment de la thèse. Du fait de l'importance de ce radionucléide comme étalon, il a donc été décidé de le produire spécifiquement pour la thèse auprès du cyclotron Arronax à Nantes. Parmi les radionucléides du tableau 4, le ^{181}W et le ^{195}Au n'ont pas été retenus pour des questions d'approvisionnement : ils ne sont pas commercialement disponibles. L'iode-129 n'a pas été retenu, car bien que disponible au LNHB, il est volatil. La fabrication de sources impose des contraintes importantes de radioprotection. A noter, que tous les radionucléides sélectionnés sont disponibles sous forme de solution, à l'exception de ^{169}Yb qui est sous forme solide. Les solutions ont une concentration en Bq/g qui doit être suffisamment élevée pour préparer les sources avec l'activité voulue. Les sources retenues ainsi que leur fabrication seront détaillées dans la partie 4.3.

4.2 Conception du détecteur MMC

4.2.1 Dimensions de l'absorbeur et des pixels

4.2.1.1 *Compromis entre résolution, rendement et linéarité*

Pour mesurer les énergies des photons émis par les radionucléides sélectionnés dans la section précédente, un détecteur MMC spécialement dédié a été conçu. Sa conception doit répondre à différentes performances qui peuvent être antinomiques et un compromis doit être trouvé. Dans cette partie, à partir d'approximations et d'équations simples, nous allons définir la taille des absorbeurs du détecteur MMC pour mesurer des énergies avec une incertitude inférieure à 0,1 eV. L'objectif étant de mesurer des énergies avec une faible incertitude σE_{stat} , il est nécessaire d'avoir une excellente résolution $\Delta E_{FWHM} = 2,35\sigma_E$ et une grande statistique de comptage N pour diminuer l'incertitude statistique $\sigma E_{stat} = \sigma_E/\sqrt{N}$. Par ailleurs, il est souhaitable d'avoir un MMC avec une faible non-linéarité pour minimiser la correction de non-linéarité et les erreurs systématiques σE_{syst} associées à cette correction.

Une excellente résolution s'obtient avec un absorbeur de faible capacité thermique, soit de faible volume, et une constante de temps de descente typiquement de l'ordre de la milliseconde. Une grande statistique s'obtient avec un rendement de détection élevé, notamment avec un absorbeur de grande surface, pour avoir un grand angle solide entre la source et l'absorbeur, et de grande épaisseur pour avoir un rendement intrinsèque élevé, ce qui revient à avoir un absorbeur de grande capacité thermique. De plus, le MMC doit être rapide puisqu'un rendement élevé équivaut à un taux comptage élevé, la constante de temps de descente doit donc être faible. Néanmoins, un absorbeur de grande capacité thermique et une constante de temps faible tendent à dégrader la résolution. Enfin une bonne linéarité en énergie va de paire avec un absorbeur de capacité thermique élevée mais va à l'encontre d'une bonne résolution.

4.2.1.2 *Incertitude, résolution et taux de comptage*

Si l'on vise une incertitude statistique ne limitant pas l'incertitude totale de la mesure visée de l'ordre de 0,1 eV, une incertitude statistique inférieure à 0,02 eV est souhaitable pour les raies les plus intenses. Le tableau 3 montre que pour un même radionucléide (par exemple le ^{169}Yb et le ^{57}Co), certaines raies d'intérêt ont des intensités d'émission de près d'un ordre de grandeur plus faible que la plus intense, leur incertitude sera donc de l'ordre de 0,06 eV, ce qui reste acceptable. Si l'on vise une résolution à mi-hauteur ΔE_{FWHM} d'environ 20-30 eV, cela revient à avoir une statistique de comptage de 400000 évènements dans les raies les plus intenses émises par les radionucléides.

Un radionucléide peut émettre plusieurs raies d'intérêt. Il est donc possible d'atteindre un total d'environ 5 millions de photons détectés dans la somme des raies d'intérêt. Sauf que d'autres raies sont émises lors de la désintégration, notamment des raies X et des raies gamma à plus haute énergie. Le cas le plus flagrant est le ^{169}Yb , où pour un photon émis parmi les trois raies de 63,1 keV, 93,6 keV et 109,8 keV, six autres photons seront émis. Ainsi, pour les dix radionucléides sélectionnés, s'ajoute

20 millions de photons au 5 millions de photons d'intérêt, soit un total d'environ 25 millions d'évènements à détecter. Ce chiffre est un ordre de grandeur, car le nombre de photons interagissant dans l'absorbeur dépend du rendement intrinsèque ; ainsi les photons de 356 keV du ^{133}Ba dont l'intensité d'émission de 62% ont une faible probabilité d'interaction. De plus, la proportion de photons de faible énergie peut être réduite par l'utilisation d'un écran entre la source et le détecteur, comme c'est le cas pour les photons X du ^{57}Co autour de 6 keV avec une intensité d'émission de 57%.

Mesurer un spectre avec environ 25 millions d'évènements, revient à mesurer 20 photons par seconde sur deux semaines d'acquisition (durée acceptable d'une acquisition), alors qu'un MMC avec une constante de temps de quelques ms ne peut mesurer que quelques coups par secondes ; au-delà, le nombre d'empilements devient trop important et la résolution se dégrade. Par conséquent, il est indispensable de pixeliser le détecteur pour répartir le taux de comptage entre plusieurs absorbeurs. En utilisant par exemple 8 pixels, on peut atteindre 20 coups par seconde en limitant le taux par pixel à 2,5 photons par seconde. A noter, que les pixels sont appariés deux à deux, car deux bobines de lecture sont couplées gradiométriquement à un SQUID, l'une donnant des impulsions positives l'autre, négatives. Ce schéma gradiométrique de lecture n'augmente pas le taux de comptage, car les deux pixels partagent la même voie de mesure et le même temps mort, il y a des empilements entre impulsions positives et négatives. En revanche, ce schéma augmente l'angle solide. Pixeliser le détecteur et ses absorbeurs a un second avantage : l'angle solide de détection est multiplié par le nombre de pixels, ce qui permet soit d'augmenter le taux de comptage pour une activité de source donnée et ainsi diminuer l'activité nécessaire pour atteindre un taux de comptage acceptable. Ce dernier point est appréciable, car il est toujours préférable d'utiliser des sources moins actives, d'une part, pour des raisons de radioprotection et, d'autre part, car leur fabrication requiert des solutions moins concentrées qui sont plus courantes dans les catalogues de fournisseurs et moins chères.

4.2.1.3 Rendement d'absorption total rendement intrinsèque, rendement intrinsèque et angle solide

Le rendement d'absorption totale ε_{total} est la probabilité pour un photon émis de déposer toute son énergie E dans l'absorbeur, il contribue au pic d'absorption totale dans le spectre. Il est imposé par la surface et l'épaisseur des absorbeurs ainsi que le nombre de pixels. Le rendement d'absorption totale est le produit du facteur de géométrie f_{geo} , (défini comme le rapport entre l'angle solide et 4π stéradian) et du rendement intrinsèque ε_{int} . Le facteur de géométrie (aussi appelé le rendement géométrique) est la probabilité qu'un photon émis aille en direction de l'absorbeur, et le rendement intrinsèque est la probabilité pour un photon incident sur l'absorbeur d'y déposer toute son énergie. Le facteur géométrique sera déterminé par le nombre de pixels, la surface d'un pixel et la distance entre la source et les pixels. Il peut être réduit par la présence d'un collimateur. Dans ce cas, le facteur de géométrie est déterminé par la surface de l'ouverture du collimateur, la distance source-collimateur et la fraction de la surface couverte par les pixels « visible » à travers le collimateur. Le rendement intrinsèque dépend de l'épaisseur de l'absorbeur, de son matériau, et de l'énergie des photons.

L'équation suivante met en relation le taux de comptage τ_s , le rendement d'absorption totale et l'activité de la source A_{Bq}

Équation 4-1

$$A_{Bq} = \frac{100 \cdot \tau_s}{\sum_i I(E_i) \cdot \varepsilon_{total}(E_i)} = \frac{100 \cdot \tau_s}{f_{geo} \cdot \sum_i I(E_i) \cdot \varepsilon_{int}(E_i) t_{fen}}$$

Équation 4-2

$$\tau_s = A_{Bq} \cdot f_{geo} \cdot \sum_i \frac{I(E_i)}{100} \cdot \varepsilon_{int}(E_i)$$

$I(E_i)$ est l'intensité d'émission des photons émis à l'énergie E_i pour 100 désintégrations, donnée par les valeurs recommandées par la DDEP [37].

Le rendement intrinsèque $\varepsilon_{int}(E_i)$ et la transmission de la fenêtre du détecteur t_{fen} peuvent être calculés par simulations Monte Carlo ou par approximation avec la loi de Beer Lambert :

Équation 4-3

$$\varepsilon_{int}(E_i) = 1 - e^{-\mu_{XCOM}(E) \cdot \rho_{abs} \cdot x_{abs}}$$

Équation 4-4

$$t_{fen} = e^{-\mu_{XCOM}(E) \cdot \rho_{fen} \cdot x_{fen}}$$

Où ρ_{abs} (ρ_{fen}) est la masse volumique du matériau de l'absorbeur (de la fenêtre) et x_{abs} (x_{fen}) son épaisseur respective et μ_{XCOM} le coefficient massique d'atténuation (cm^2/g) du matériau de l'absorbeur ou de la fenêtre extrait de la base de donnée du NIST XCOM [115]. Comme expliqué dans le chapitre 2, les absorbeurs métalliques normaux sont intéressants avec les MMC du fait du bon couplage thermique entre absorbeur et senseur via les électrons de conduction ; parmi eux l'or a l'avantage d'avoir une excellente conductivité thermique et une faible capacité thermique par rapport à d'autres métaux. En plus de ces propriétés thermiques et thermodynamiques, il a des avantages pour la spectrométrie de photons : en effet l'or possède l'une des plus importantes masses volumiques ($\rho = 19,3 \text{ g/cm}^3$) des éléments du tableau périodiques et un numéro atomique ($Z = 79$) élevé, grandeurs favorables aux interactions par effet photoélectrique et donc au dépôt de toute l'énergie du photon dans l'absorbeur.

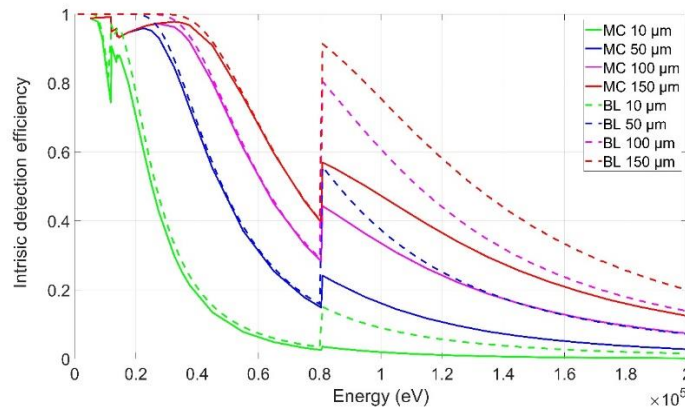


Figure 44 Rendement intrinsèque en fonction de l'énergie déterminé par simulations par méthode de Monte-Carlo et avec la loi de Beer-Lambert pour différentes épaisseurs d'or.

La figure 44 montre le rendement intrinsèque pour différentes épaisseurs d'absorbeur en or calculé par simulations Monte Carlo avec le code PENELOPE [116] et comparé au calcul avec la loi de Beer Lambert (équation 4-3). Pour les deux calculs, il y a une importante discontinuité à 80,7 keV, soit au seuil de la couche électronique K de l'or. Au-dessus du seuil, les coefficients d'atténuation massiques augmentent soudainement, car le photon a une grande probabilité d'interagir par effet

photoélectrique avec un électron de la couche K, augmentant également le rendement intrinsèque. Les deux calculs du rendement intrinsèque sont en accord jusqu'à 80,7 keV. Au-delà le rendement simulé est inférieur à celui calculé par Beer-Lambert. En effet, pour des photons d'énergie supérieures à 80,7 keV, la couche K de l'or est très probablement excitée par effet photoélectrique. Le cortège électronique se réorganise en émettant principalement des photons de fluorescence $X K\alpha$ et $K\beta$ entre 67 keV et 77 keV. Du fait de leur grande énergie, ils ont une forte probabilité de s'échapper de l'absorbeur. En conséquence, l'énergie du photon incident est mesurée seulement partiellement, ce qui réduit le rendement intrinsèque. En outre, cela rajoute des pics d'échappement dans le spectre qui peuvent interférer avec d'autres pics. Le calcul de Beer-Lambert ne tient pas compte des photons d'échappement, il suppose que toute l'énergie est absorbée, alors que la simulation Monte Carlo a l'avantage de considérer les interactions multiples. L'écart de rendement intrinsèque entre les deux calculs rend compte de l'intensité des pics d'échappement. On remarque également des discontinuités autour de 15 keV, qui correspondent aux énergies des électrons des sous-couches L1, L2 et L3. Ces discontinuités sont moins prononcées que celle à 80,7 keV, car l'énergie des photons de fluorescence issus de ces couches est seulement autour de 12 keV, et que le rendement de fluorescence des couches L est faible.

Pour atteindre une certaine statistique de comptage et un taux de comptage d'environ 20 coups par seconde, il est possible d'adapter l'activité des sources ou le facteur de géométrie en jouant sur la distance source - détecteur. Nous avons la possibilité de mettre les sources radioactives dans le cryostat à très basse température au plus proche du détecteur, ce qui permet d'augmenter considérablement le facteur de géométrie par rapport au cas où la source devrait être placée à l'extérieur du cryostat. La source peut être au plus près à une dizaine de mm du détecteur. Concernant l'activité, il est préférable d'utiliser des sources de quelques kBq, car plus simples à fabriquer que des sources d'activité plus élevée. Pour obtenir un taux de comptage d'environ 20 s^{-1} le facteur de géométrie doit être de l'ordre de $5 \cdot 10^{-3}$ si on suppose qu'en moyenne il y a un photon émis par désintégration par radionucléide, que le rendement intrinsèque est d'environ 0,5 et que l'activité des sources est d'environ $A_{Bq} \approx 10 \text{ kBq}$.

Pour calculer la surface nécessaire d'un pixel, on peut en première approximation considérer que la source est ponctuelle et que les pixels sont cylindriques de rayon r_{abs} .

Pour un pixel le facteur de géométrie est de $\frac{r_{abs}^2}{4 \cdot d^2}$ par conséquent pour 8 pixels, on a :

Équation 4-5

$$f_{geo} = \frac{2 \cdot r_{abs}^2}{d^2}$$

A une distance d de 10 mm, il en découle que les pixels doivent avoir un rayon de 0,5 mm, soit une surface de $0,8 \text{ mm}^2$ par absorbeur. L'épaisseur de l'absorbeur est déterminée pour atteindre une résolution en énergie d'environ 30 eV ou mieux et un rendement intrinsèque de 0,5 autour de 50 keV. Il existe une relation simple qui permet de déduire la résolution en fonction de la capacité thermique de l'absorbeur C_{abs} et de son volume V_{abs} à une température donnée et avec des constantes de temps données : la résolution est proportionnelle à $\sqrt{C_{abs}}$ et à $\sqrt{V_{abs}}$. Le détecteur MMC SMX3 avait une résolution de 30 eV dans les meilleures conditions expérimentales pour des absorbeurs en AuAg de $1 \times 1 \times 0,07 \text{ mm}^3$ (soit 95 pJ/K à 20 mK). A partir de ces caractéristiques, on en déduit qu'un MMC avec

un absorbeur de $0,8 \text{ mm}^2$ et une épaisseur $50 \text{ }\mu\text{m}$ aura une résolution de 23 eV (soit 54 pJ/K à 20 mK); et une épaisseur de $100 \text{ }\mu\text{m}$ (soit 108 pJ/K) à 20 mK donnera une résolution de 34 eV .

4.2.2 Choix des puces MMC et SQUID

4.2.2.1 Puces MMC

Les absorbeurs, une fois fabriqués, doivent être couplés thermiquement au senseur magnétique qui est lui-même lu par une bobine en forme de méandre. Afin d'optimiser les performances des MMC et afin de concevoir les MMC en petites séries reproductibles, les MMC sont produits par microfabrication en salle blanche sur des wafers de silicium. Typiquement, un wafer de 2 pouces peut contenir une centaine de puces MMC. Usuellement, tous les composants du MMC sont microfabriqués : les deux absorbeurs, les deux senseurs, les deux bobines de lecture connectées en parallèle, l'interrupteur thermique supraconducteur et les points de contacts électriques et thermiques.

Le LNHB a fait le choix de dissocier la partie absorbeur du reste de la puce MMC pour les MMC développés au cours de ses différents projets de métrologie. En effet, en fonction des applications et des radionucléides mesurés, il est nécessaire d'optimiser à chaque fois les dimensions de l'absorbeur. S'ils n'étaient pas séparés de la puce, cela nécessiterait de fabriquer de nouvelles puces pour chaque application. Or, le LNHB ne possède pas de moyens de fabrication et de salle blanche. Au lieu de cela, des puces sans absorbeur avec des senseurs de différentes tailles et donc de capacités thermiques différentes ont été optimisées, dessinées et fabriquées par le KIP (Kirchhoff-Institut für Physik de l'université de Heidelberg) ou par l'IMS-KIT (Institut für Mikro- und Nanoelektronische Systeme de l'institut de technologie de Karlsruhe) dans le cadre de trois projets européens de métrologie (tableau 5 et figure 45). Les absorbeurs adaptés à l'application sont ensuite collés au senseur dont la capacité thermique est proche de celle de l'absorbeur. Trois modèles de puces MMC ont été considérés au cours de cette thèse : le modèle MetroBeta (2016 – 2019), le modèle MetroMMC (2018-2021) puis plus tardivement le modèle PrimA-LTD (2021 - 2024). A noter, que ces modèles n'ont pas été développés spécifiquement pour la spectrométrie de photons, mais pour des mesures de sources en géométrie 4π , la source étant alors enfermée dans l'absorbeur.

Tableau 5 Paramètres des différents modèles de puces

Type de détecteur MMC	<u>XS</u>	<u>S</u>	<u>M</u>	<u>L</u>	<u>XL</u>
Capacité thermique optimale de l'absorbeur ($\mu\text{J}/\text{K}$ à 20 mK)	8	28	110	400	1700
Surface du senseur et du méandre de la bobine de lecture (μm^2)	249x249	335x335	538x538	1427x1427	2663x2663
Capacité thermique du senseur ($\mu\text{J}/\text{K}$)	7,57	17,9	50,6	308	1170
Inductance de la bobine de lecture (nH)	3,4	3,1	8	56	196
Pas du méandre de la bobine de lecture (μm)	5	10	10	10	10
Courant permanent optimal (I_0) (mA)	38,2	67,8	75,7	63,3	67,1
Amplitude du signal attendue ($m\phi_0/\text{keV}$)	23,2	12,9	6,41	2,97	1,61
Résolution en énergie attendue (eV)	5,17	9,46	19,1	37,5	74,4

Le tableau 5 résume les caractéristiques des différentes tailles de puces et les paramètres optimaux de fonctionnement pour atteindre la meilleure résolution en énergie à une température de 20 mK et pour une taille d'absorbeur donnée. Le modèle MetroMMC peut être considéré identique à celui du MetroBeta, à l'exception de la géométrie du bain thermique de la puce (figure 45): le senseur des puces MMC de MetroBeta est en Au:Er, tandis que celui des puces MetroMMC et Prima-LTD est en Ag:Er. Les puces MetroBeta et MetroMMC ont été produites en cinq tailles (XS, S, M, L et XL) et les puces Prima-LTD en deux tailles, M et L.

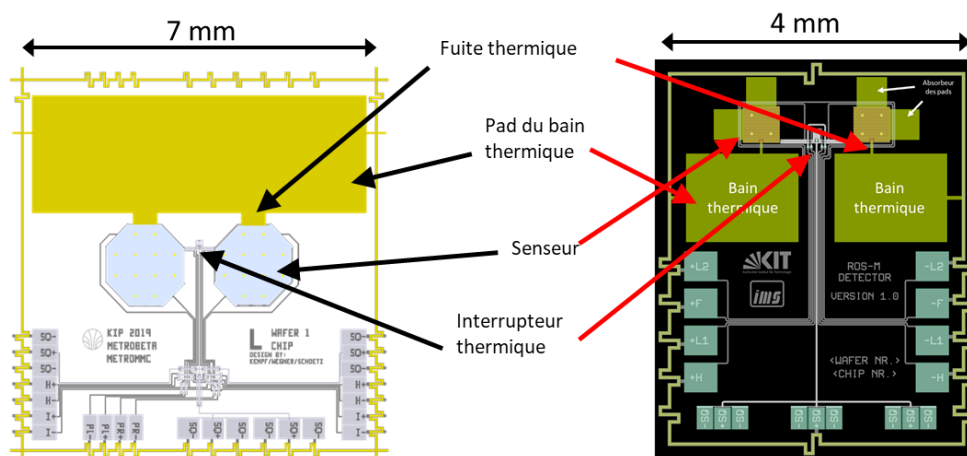


Figure 45 Modèles de puce MMC: MetroMMC taille L à gauche et Prima-LTD taille M à droite. Chaque puce comporte deux senseurs lus par deux bobines de lecture en forme de méandre

A l'exception du modèle XS de MetroMMC et MetroBeta, tous les modèles ont des méandres dont les pistes supraconductrices en niobium sont d'une largeur de 5 μm et distantes de 10 μm . Ainsi, pour ces bobines, l'inductance est proportionnelle à leur surface (égale à la surface du méandre), et pour un même courant dans le méandre, le champ magnétique généré dans le senseur est identique.

Les senseurs sont recouverts d'or pour favoriser la conduction thermique du film et sa thermalisation, en outre, elle protège les senseurs Ag:Er de l'oxydation. Le senseur est connecté au « pad » du bain thermique via un film d'or dont les dimensions sont ajustées pour obtenir une constante de temps de descente de l'ordre de la milliseconde à 20 mK comme indiqué Figure 45. Le pad du bain thermique est un film d'or pour y souder par ultrason de multiples fils d'or jusqu'au support métallique de la puce MMC. Ce support fait office de bain thermique. Un interrupteur supraconducteur thermique est utilisé pour générer le courant permanent circulant dans le méandre, il est disposé entre les deux bobines de lecture. L'interrupteur consiste en un film d'AuPd d'une résistance d'une dizaine d'ohm déposé sur une piste de niobium isolée électriquement qui ferme le circuit supraconducteur formé par pas les deux bobines de lecture (figure 46).

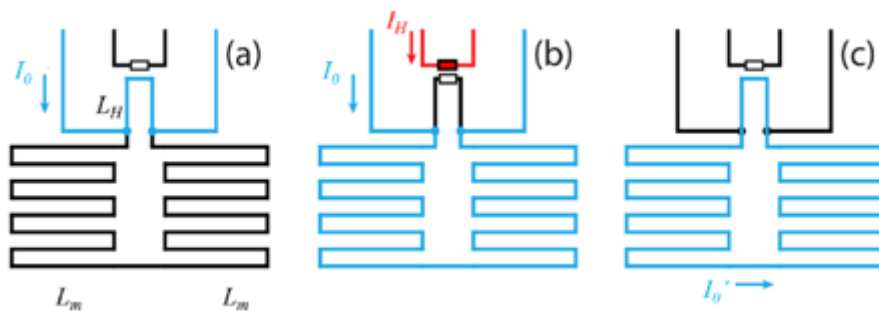


Figure 46 Etapes de création d'un courant permanent dans le méandre d'un MMC.

La figure 46 illustre la procédure de création d'un courant permanent en trois étapes. Le courant permanent permet d'éviter d'avoir à injecter en continu un courant pour aimanter le senseur et ainsi éviter d'injecter un bruit de l'extérieur. Pour créer un courant permanent, il faut être en dessous de 9,2 K pour profiter des propriétés supraconductrices du méandre en niobium. En général, la procédure est effectuée pendant la descente en froid du cryostat, lorsque la température est à 4,2 K, température de l'hélium liquide. Il faut d'abord injecter un courant I_0 de quelques dizaines de mA dans le circuit supraconducteur fermé formé par les deux bobines de lecture en forme de méandre (figure 46a). Le courant a la possibilité de passer par deux chemins étant donné que le circuit n'a pas de résistance. Ensuite, un courant I_H de quelques mA est injecté dans la résistance AuPd, elle chauffe localement par effet Joule le film de Nb à sa proximité (figure 46b). Une partie du circuit fermé en Nb augmente en température et il devient résistif. Le courant privilégie donc le chemin avec la résistance nulle, c'est-à-dire le méandre. Ensuite, il faut arrêter d'injecter un courant I_H pour piéger le courant I_0 dans les deux méandres (figure 46c). Tant que le circuit est à moins de 9,2 K, I_0 circulera dans le double méandre. Les deux sources de courant utilisées pour injecter I_H et I_0 peuvent désormais être déconnectées.

Comme l'indique la figure 45, les puces comportent différents pads pour les connexions électriques du MMC. Il faut un minimum de six pads :

- Deux connexions (pads I^+/I^- ou F^+/F^-) permettent d'injecter un courant I_0 dans le méandre et ainsi aimanter le senseur.

- Deux connexions (pads H⁺/H⁻) permettent d'injecter le courant I_H dans la résistance AuPd.
- Deux connexions (pads SQ⁺/SQ⁻) connectent les bobines de lecture à la bobine d'injection du SQUID sur une autre puce.

Les puces PrimA-LTD ont des pads L2+/L2- et L1+/L1- pour pouvoir connecter des puces en série aisément. Les soudures sur ces pads sont réalisées par ultrason avec des fils en aluminium qui sont supraconducteurs en dessous de 1,2 K, ce qui est indispensable pour les connexions entre les bobines de lecture et la bobine d'injection du SQUID. Les pads I⁺/I⁻ ou F⁺/F⁻ et H⁺/H⁻ sont connectés à des circuits imprimés assurant les liaisons avec le reste du câblage vers 300 K. Chaque modèle propose une disposition de plus de six pads de connexions pour offrir une plus grande flexibilité de disposition entre plusieurs puces MMC et entre les puces MMC et SQUID.

Le tableau 5 résume les paramètres de fabrication et les performances attendues des différentes tailles de puce. D'après ce tableau, pour un absorbeur de 0,8 mm² et d'une épaisseur située entre 50 µm et 100 µm (soit 54 à 108 pJ/K) le choix se portera sur des puces de taille S ou M optimisées pour des absorbeurs de 28 pJ/K et 110 pJ/K. A noter, qu'au moment de faire ce choix (courant 2022) seules les puces MetroBeta et MetroMMC étaient en stock. Les puces PrimA-LTD ont été livrées par le KIT mi-2023.

4.2.2.2 Puces SQUID

Les différentes puces MMC et leurs paramètres (tableau 5) ont été optimisés pour une lecture par certains types de SQUID commercialement disponibles et fournis par la société Magnicon³ sous forme de puce. Pour optimiser le rapport signal sur bruit, il faut que l'inductance de la bobine d'injection du SQUID soit environ deux fois plus petite que l'inductance du méandre. Les deux principaux paramètres considérés lors de l'optimisation sont l'inductance de la bobine d'injection L_i et l'inductance mutuelle entre le SQUID et la bobine d'injection M_{is} . Les puces MMC sont adaptées soit à des SQUID de lecture avec $L_i = 2$ nH (puces XS, S et M), soit avec $L_i = 27$ nH (puces L et XL). La société Magnicon fournit des SQUID à double étage, c'est-à-dire avec un SQUID de lecture comme premier étage couplé au MMC, et un second étage de SQUID de préamplification couplé au SQUID de lecture, consistant à une quinzaine de SQUID en série. La puce « SQUID » comprend le ou les SQUID, leur bobine d'injection et leur bobine de contre-réaction. Les deux étages des SQUID peuvent être fournies sur une même puce ou sur deux puces distinctes. L'intérêt d'utiliser deux puces est de déporter de la puce MMC la puce du second étage avec les SQUID en série, car ils dissipent quelques nW, ce qui peut augmenter la température du bain thermique des MMC et dégrader la résolution. Nous avons fait le choix d'utiliser une puce intégrant le double étage par souci de compacité et de simplicité du câblage. La figure 47 montre la puce SQUID X114 avec deux voies à double étage dont l'inductance de la bobine d'injection est $L_i = 2$ nH, adaptée aux puces S et M. Le second étage a 14 SQUID d'amplification en série. Chaque voie du double étage possède 8 pads pour y connecter par soudure ultrason 10 fils aluminium (les noms des pads MMC et des puces SQUID sont indépendants) :

- -V/+V pour polariser le second étage, c'est-à-dire les SQUID en série de préamplification et pour mesurer la tension.

³ <http://www.magnicon.com/>

- -FX/+FX pour la bobine de contre-réaction des SQUID du second étage (ces connexions sont utilisées avec un signal de test pour régler le courant de polarisation du second étage, elles ne sont pas utilisées lors de la mesure).
- -I/+I permet de polariser le SQUID de lecture.
- -F/+F permet de linéariser le SQUID de lecture en utilisant sa bobine de contre-réaction.
- -INR/+IN permet de coupler la bobine d'injection du SQUID de lecture aux bobines de lecture du MMC.

Les connexions -I, -V, -FX partagent le même pad. Les deux fils en aluminium connectant -INR/+IN de la puce SQUID à SQ⁺/SQ⁻ de la puce MMC doivent être le plus court et le plus proche l'un de l'autre possible, car l'ouverture entre ces fils correspond à une inductance parasite L_p par laquelle le signal des MMC est réduit. C'est pour cette raison qu'il y a trois ou quatre groupes de connexions SQ⁺/SQ⁻ sur les puces MMC pour choisir la disposition minimisant la longueur et l'ouverture de ces fils.

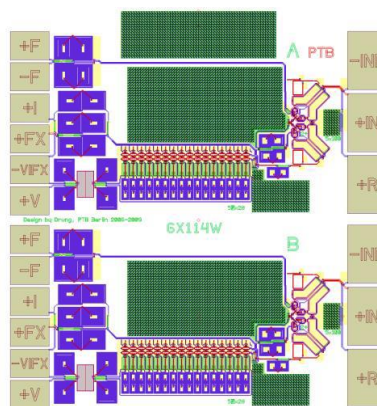


Figure 47 Puce SQUID du modèle X114 comportant deux voies (A et B) de SQUID double étage

4.2.2.3 Test des puces MMC à 4,2 K

Le rendement de fabrication des puces MMC n'est pas de 100%. Il arrive fréquemment que les puces MMC ne soient pas fonctionnelles à basse température. Les différentes puces MetroMMC et MetroBeta de taille S et M ont été testées à 4,2 K pour vérifier leurs performances et aussi pour déterminer certains de leurs paramètres. Cela a également permis de vérifier que le stock de puces fonctionnelles était suffisant pour réaliser la matrice de 8 pixels nécessitant 4 puces MMC. Le test est réalisé à l'aide d'une canne de test permettant de tester quatre puces MMC dans un vase d'hélium liquide. Les puces MMC sont collées sur un circuit imprimé (PCB pour printed circuit board) et connectées à des puces SQUID simple étage.

La canne de test permet de réaliser trois tests. Le premier est de déterminer l'inductance du méandre. Elle est obtenue à partir d'une mesure du spectre de bruit à 4,2 K du signal à la sortie de l'électronique à SQUID. En effet, à cette température, les fils en aluminium reliant les bobines de lecture à la bobine d'injection du SQUID (qui sont-elles en niobium et supraconductrices à 9,2 K) sont résistifs, voir figure 48, et produisent un bruit blanc Johnson dont la densité spectrale en courant S_f est donnée par :

Équation 4-6

$$S_I = \frac{4k_B T}{R}$$

Où k_B est la constante de Boltzmann, T la température et R la résistance de chaque fil d'aluminium. Les résistances R des fils d'aluminium connectés aux bobines forment un filtre passe-bas LR dont la fréquence de coupure est donnée par :

Équation 4-7

$$f_C = \frac{R}{2\pi \cdot L_{tot}}$$

Où L_{tot} est l'inductance totale du circuit des bobines d'injection et de lecture, soit $L_{tot} = L_i + L_p + L_m/2$ où L_i est l'inductance de la bobine d'injection au SQUID, L_m l'inductance d'un méandre et L_p l'inductance « parasite » formée par la connexion entre les méandres et la bobine d'injection.

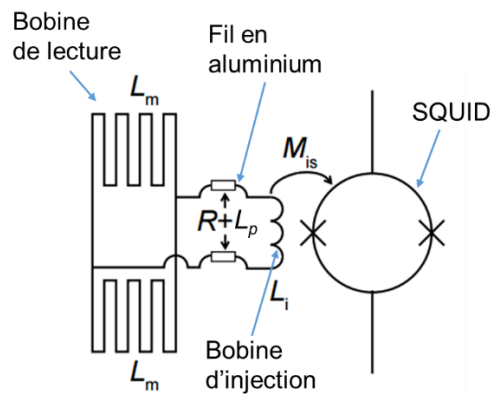


Figure 48 Circuit formé par les bobines de lecture, le SQUID et les fils d'aluminium.

La densité spectrale de flux magnétique dans le SQUID en fonction de la fréquence est alors donnée par :

Équation 4-8

$$S_{\Phi}(f) = M_{IS}^2 \frac{4k_B T}{R} \frac{1}{\left(1 - \frac{f}{f_C}\right)} + S_{\Phi,SQ}$$

Où le premier terme est la densité spectrale de bruit Johnson des résistances R , M_{IS} est l'inductance mutuelle entre la bobine d'injection et le SQUID. Le deuxième terme $S_{\Phi,SQ}$ est la densité spectrale de flux magnétique propre au SQUID qui peut être approximée par un bruit blanc.

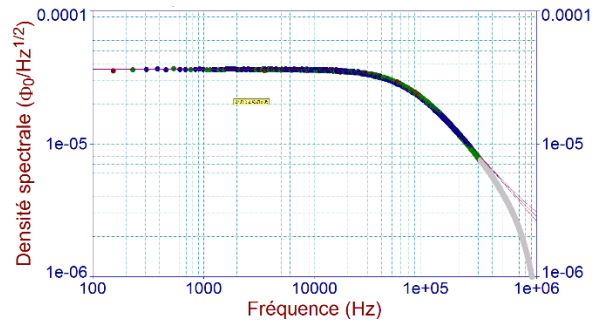


Figure 49 Densité spectrale de flux magnétique mesurée pour une puce de taille M et ajustée avec l'équation 4-8.

La figure 49 montre la densité spectrale de bruit exprimée en flux magnétique et mesurée pour une puce de taille M avec un SQUID de type Supracon⁴ VC1A. En ajustant l'équation 4-8 au spectre mesuré, les caractéristiques suivantes ont été déduites : $R = 0,0048 \Omega$, $L_{tot} = 11,06 nH$.

Le second test consiste à mesurer l'intensité du courant nécessaire pour ouvrir l'interrupteur supraconducteur (étape b) de la figure 46. Pour cela, on injecte un signal sinusoïdal d'une fréquence de quelques kHz dans les méandres via I_0 (figure 46.a et figure 48), l'essentiel du signal passe par l'inductance L_H puisque $L_H \ll L_m$. Peu de signal passe vers la bobine d'injection, on observe donc un faible signal sinusoïdal à la sortie de l'électronique à SQUID. Un courant est injecté dans I_H et augmenté progressivement jusqu'à observer une grande sinusoïdale à la sortie du SQUID, signifiant que l'interrupteur est ouvert, c'est-à-dire résistif (figure 46.b), forçant le signal à passer par le méandre et la bobine d'injection du SQUID.

Le dernier test détermine le courant critique, c'est-à-dire l'intensité du courant maximum que peut supporter le méandre avant de perdre ses propriétés supraconductrices. Pour cela un courant I_H est injecté dans l'interrupteur supraconducteur pour le maintenir ouvert pendant qu'un courant croissant I_0 est injecté dans le méandre jusqu'à ce que la tension mesurée aux bornes du méandre augmente brutalement, car le méandre perd sa supraconductivité : on a alors atteint le courant critique.

Sur l'ensemble des puces MetroBeta et MetroMMC testés, 7 puces S et 4 puces M avaient les caractéristiques requises et étaient fonctionnelles. Leur courant critique était de l'ordre de 200 mA, largement supérieur au courant optimal d'environ 70 mA (voir tableau 5), et le courant d'ouverture de l'interrupteur était compris entre 2,8 et 3,7 mA. Comme le future MMC doit disposer de quatre puces, les puces de taille S ont été sélectionnées afin d'avoir des puces de rechange en cas de défaut pour l'une d'entre elle. Malheureusement, comme nous le verrons dans la section suivante aucune de ces puces n'a fonctionné à très basse température, nous nous sommes ensuite tournés vers quatre puces PrimA-LTD M.

⁴ <http://www.supracon.com>

4.2.3 Conception du montage pour les puces MetroMMC

L'objectif du nouveau détecteur est d'avoir 8 pixels, soit 20 coups par seconde, pour obtenir environ 25 millions de coup sur deux semaines. Le détecteur doit être capable de mesurer des énergies inférieures à 200 keV avec une résolution attendue de 20 eV. Le montage du détecteur a été conçu et optimisé de sorte à pouvoir supporter quatre puces MetroMMC S et 2 puces SQUID X114W, à deux voies et à double étage (soit quatre SQUID à double étage). Les puces MetroMMC n'ayant pas fonctionné, il a dû être adapté aux puces Prima-LTD, rendant le montage moins optimum.

Le montage a été modélisé à l'aide de SolidWorks pour les pièces mécaniques et sous Eagle pour les circuits imprimés. Il est constitué de deux platines, une platine pour les détecteurs et leur SQUID et une platine pour les sources incluant un passeur cryogénique de sources. Chaque platine est munie de pinces permettant de fixer les platines à trois tiges, les reliant mécaniquement et thermiquement à la boîte à mélange du cryostat.

4.2.3.1 Platine détecteur

Les puces MMC et SQUID sont collées avec de l'époxy Stycast 1266 sur les supports de puce MMC, indépendants et détachables figure 50. Ainsi, en cas de puce défectueuse, elle peut aisément être remplacée. Les quatre supports de puces MMC sont fixés sur la base de supports de puces MMC. Il y a deux bases de support SQUID accueillant chacune un support SQUID. Les bases pour les supports SQUID et MMC ne se touchent pas. En effet, les SQUID dissipent de la puissance et s'il y a un contact thermique direct entre les supports SQUID et MMC alors la température des puces MMC risque d'être plus élevée.

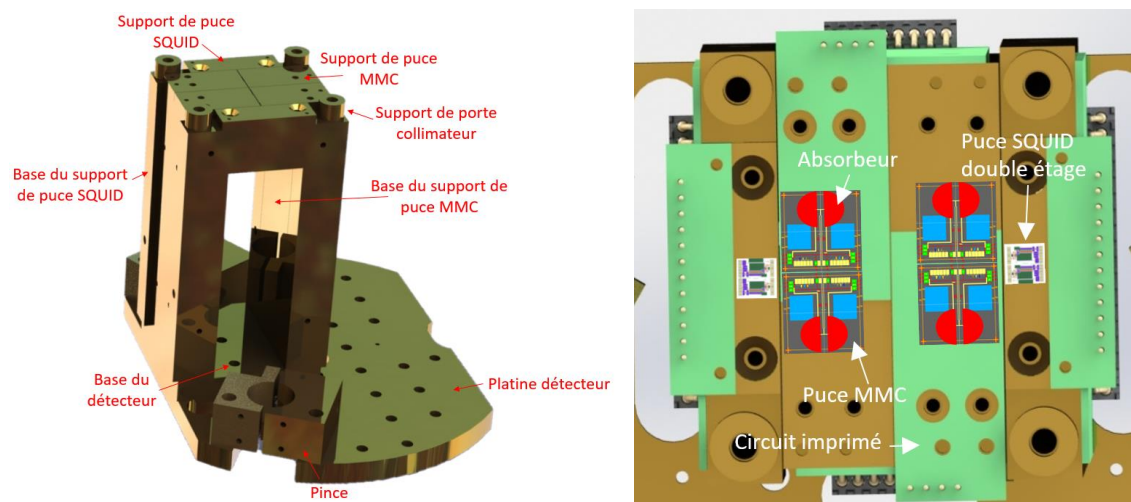


Figure 50 A gauche, rendu d'image Solidworks de la platine du détecteur et des supports pour les puces MMC et SQUID. A droite vue de haut des supports de puces MMC et SQUID (cf. figure 53)

Les supports possèdent quatre circuits imprimés, deux circuits imprimés dédiés à la connexion des puces MMC et deux pour les deux puces SQUID. Les circuits imprimés ont l'arrière et des vias (connexions entre les deux faces) dorés pour assurer un meilleur transfert thermique. Un circuit imprimé permet de connecter les méandres et les interrupteurs thermiques de deux puces MMC en

série. Ce système en série permet de réduire d'un facteur deux le nombre de fils pour générer les courants permanents et de rendre le circuit imprimé plus compact. Néanmoins, il y a le risque que si sur l'une des puces MMC, le méandre ou l'interrupteur supraconducteur sont défectueux, les deux puces MMC en série sont inutilisables. Les supports des puces SQUID maintiennent un porte-collimateur sur lequel est fixé le collimateur en tungstène (figure 51). Le tungstène a l'avantage d'avoir un numéro atomique élevé (74) et une masse volumique élevée ($19,3 \text{ g/cm}^3$) offrant un fort pouvoir d'absorption des photons qui pourraient interagir dans l'environnement des absorbeurs et des senseurs. Les pièces en cuivre des étages détecteurs ont été recuites à une température de 1020°C pour augmenter leur conductivité thermique et éliminer des traces de dihydrogène qui ont la propriété de relaxer de la chaleur pendant plusieurs semaines en dessous de quelques dizaines de mK. Les pièces en cuivre ont ensuite été dorées pour éviter leur oxydation et ainsi améliorer les contacts thermiques avec d'autres pièces métalliques.

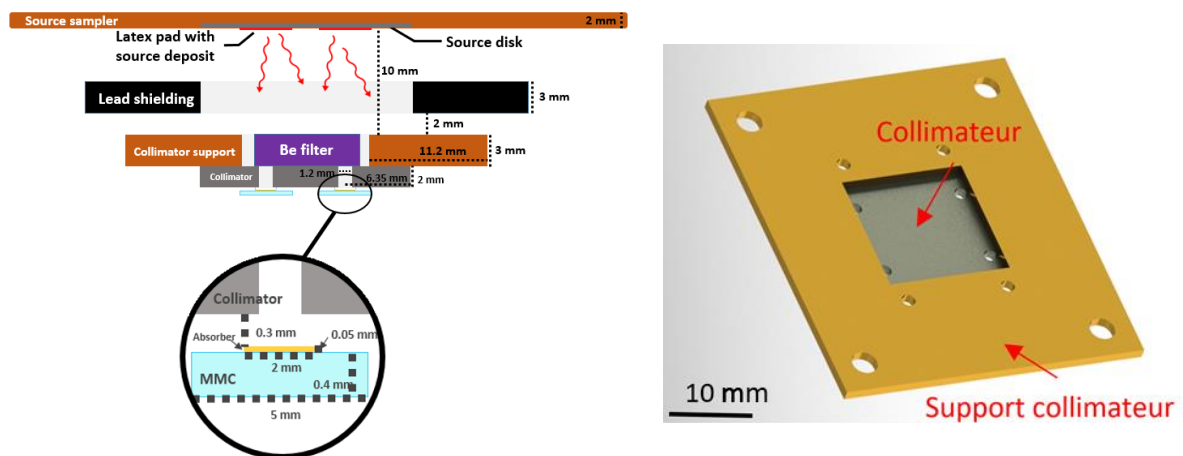


Figure 51 A gauche, coupe du montage au niveau du MMC, du support de la source et du collimateur. A droite plan du collimateur pour les puces MetroMMC.

Un filtre en béryllium d'une épaisseur de 3 mm est placé sur le collimateur (figure 51). Il est utilisé pour absorber les particules alpha, les électrons de conversion interne et les électrons Auger émis lors de la désintégration radioactive tout en laissant passer les photons de quelques keV. Son épaisseur déterminée à l'aide de simulation par méthode de Monte Carlo. L'épaisseur a été choisie de sorte à ce que les électrons ayant une énergie de 1 MeV soient stoppés, tandis que les photons ayant une énergie supérieure à 15 keV ne sont pratiquement pas absorbés. Un blindage électromagnétique en plomb protège le détecteur jusqu'à la platine. Il permet de protéger les MMC et les SQUID du champ magnétique terrestre résiduel et des perturbations électromagnétiques. En effet, les SQUID sont très sensibles au champ magnétique, notamment les SQUID de préamplification en série.

4.2.3.2 Platine source et passeur cryogénique de sources

Pour mesurer les énergies des photons des radionucléides listés dans les tableau 3 et tableau 4, nous avons fait le choix d'utiliser un passeur de sources cryogénique pour deux raisons. Comme le cryostat ne possède pas de fenêtre d'entrée, la source est placée à froid avec le détecteur. Nous avons fait le

choix de mesurer plusieurs sources avec pour chacune d'elles un mélange de radionucléides différent listé dans le tableau 7 de la page 99, ceci afin de minimiser les interférences spectrales entre pics. Auparavant, pour mesurer plusieurs sources, il était nécessaire de descendre en température et réchauffer cryostat pour manuellement remplacer la source et ainsi recommencer la procédure de refroidissement du cryostat pour la source suivante. Cela est couteux en temps et en hélium. De plus, généralement, les conditions expérimentales entre deux descentes en froid ne sont pas reproductibles : la température de base du cryostat, le bruit des SQUID, les sensibilités des MMC peuvent être différentes, ce qui démultiplie le temps d'analyse et de traitement de données, car les non-linéarités peuvent être différentes entre chaque mesure.

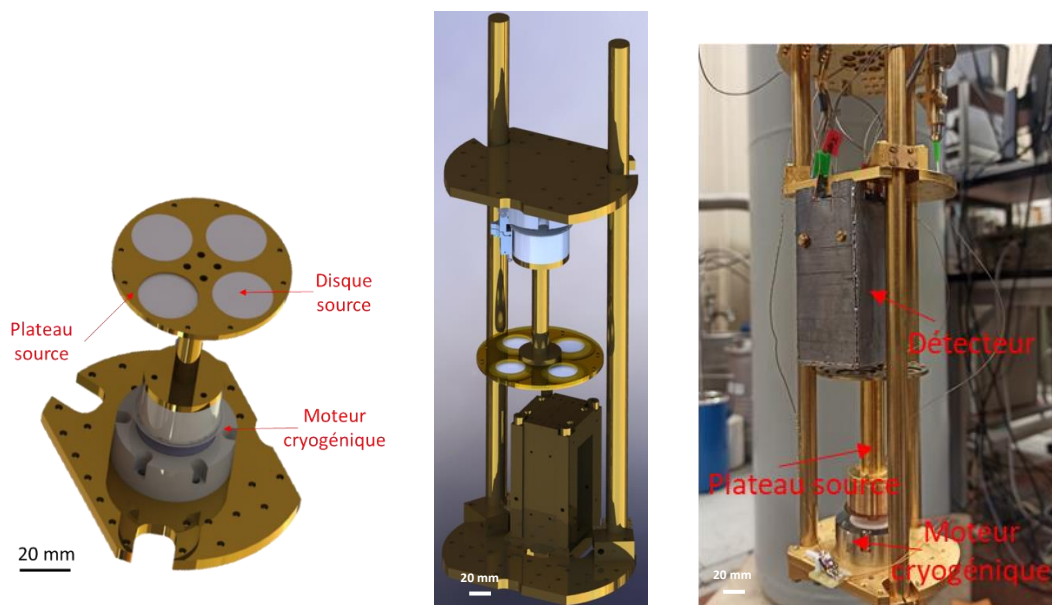


Figure 52 A gauche, passeur de source avec quatre emplacements. A droite vue d'ensemble du détecteur et du passeur de source dans le cryostat

La figure 52 représente le passeur de sources ainsi que sa disposition. Il peut porter jusqu'à quatre sources mesurées séquentiellement pour une seule descente en froid du cryostat. Le passeur de sources est constitué de deux parties :

- Un moteur piézoélectrique rotatif sans fin fourni par la société JPE⁵. Ce moteur est compatible avec des températures jusqu'à 10 mK. La position est lue par un encodeur optique avec 850 positions pour 360°. En conséquence, une fibre optique a été installée dans le cryostat jusqu'au moteur. Le moteur peut supporter une masse totale de 200 g.
- Un plateau source permettant de maintenir quatre disques d'un diamètre de 24 mm sur lesquels sont déposés les mélanges de radionucléides. Une rotation de 90° permet de passer d'une source à l'autre.

⁵ <https://www.jpe-innovations.com/cryo-uhv-products/cryo-rotary-motor/>

4.2.3.3 Assemblage des puces et de leurs absorbeurs

4.2.3.3.1 Puces MetroMMC

Une fois les puces MetroMMC sélectionnées, huit absorbeurs en demi-lune d'une surface de $0,8 \text{ mm}^2$ et d'une épaisseur $50 \text{ }\mu\text{m}$ ont été fabriqués avec de l'or 5N. Les absorbeurs sont disposés par deux sur une puce de sorte à former un disque de rayon de $0,65 \text{ mm}$. Chaque absorbeur a une capacité thermique de 45 pJ/K à 20 mK . Ils ont été collés avec de la Stycast 1266 sur les senseurs des puces MetroMMC de taille S figure 53. Lors de la polymérisation de l'époxy, l'absorbeur est pressé sur le senseur avec une masse de quelques centaines de grammes et tout en chauffant à $50 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 24 h pour avoir une couche de colle la plus fine possible, ce qui minimise l'impédance thermique entre les deux parties et minimise la constante de temps de montée. Le collimateur en tungstène de 1 mm d'épaisseur avec quatre trous de $0,6 \text{ mm}$ de rayon ouvert au niveau des absorbeurs en demi-lune repose à environ $300 \text{ }\mu\text{m}$ des absorbeurs figure 50.

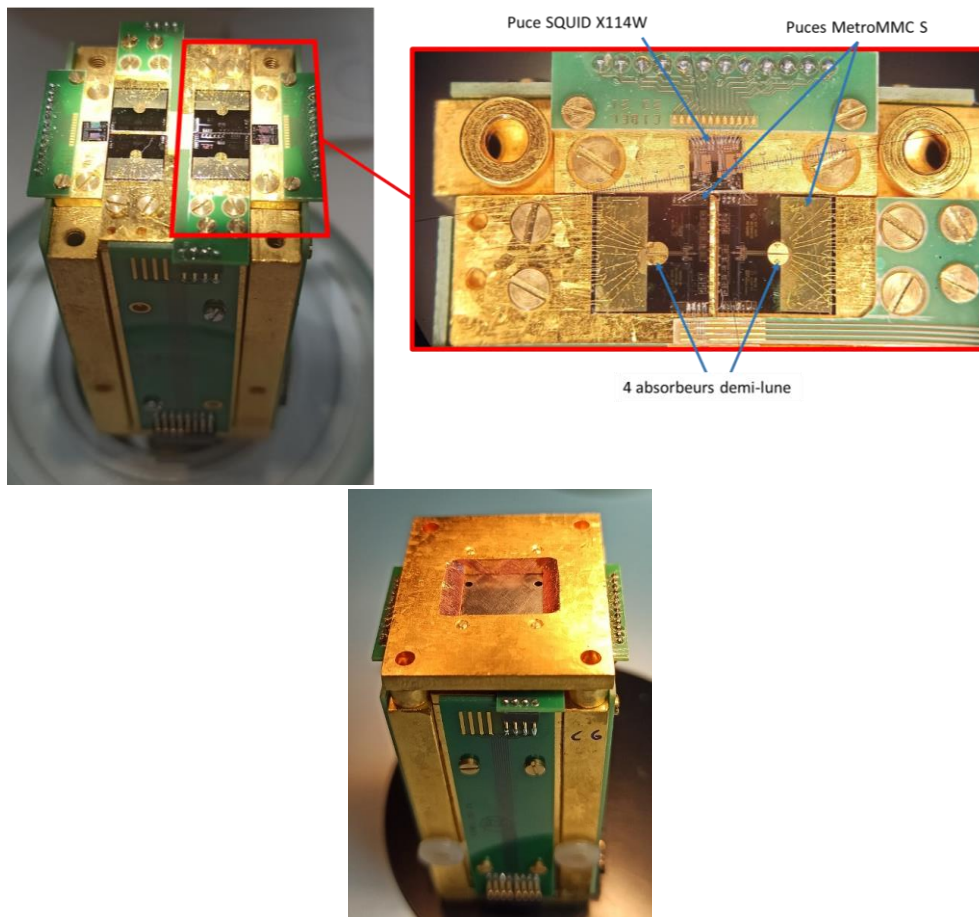


Figure 53 En haut à gauche, photo des supports de puces et des puces MetroMMC une fois assemblées. En haut à droite, zoom sur deux des quatre puces MetroMMC avec leurs quatre absorbeurs demi-lune. En bas, photo des supports et du porte collimateur et du collimateur.

Lors de la première descente en froid du détecteur, aucune des puces MetroMMC n'a fonctionné sans raison évidente. Une hypothèse est que les interrupteurs thermiques supraconducteurs ont été

endommagés lors du collage des absorbeurs. En effet, comme le montrent les figure 45 et figure 53, ils sont très proches des deux senseurs et situés sous les absorbeurs.

4.2.3.3.2 Puces PrimA-LTD

Les puces MetroMMC S ont été remplacées par quatre puces PrimA-LTD M. Ces puces ne disposent que de deux tailles, M et L. La taille L est adaptée à des absorbeurs de capacité thermique beaucoup plus importante (tableau 5). Etant donné la disposition des senseurs sur ces puces (figure 45), et aussi pour épargner les interrupteurs thermiques d'un possible dommage, les absorbeurs de $50\ \mu\text{m}$ d'épaisseur ont été découpés sous forme rectangulaire d'une surface de $0,75 \times 1,4 = 1,05\ \text{mm}^2$ (figure 54). Leur capacité thermique est de $71\ \text{pJ/K}$ à $20\ \text{mK}$, plus élevée que celle de $45\ \text{pJ/K}$ pour les absorbeurs demi-lune, mais elle est aussi plus proche de la capacité thermique de l'absorbeur pour laquelle les puces PrimA-LTD M ont été optimisées, $110\ \text{pJ/K}$ (tableau 5). Les puces ont été collées avec de l'époxy Stycast 1266 de la même manière que pour les absorbeurs demi-lune, mais en prenant soin de tenir à distance l'interrupteur thermique. Le collimateur fabriqué pour les absorbeurs demi-lune n'étant plus compatible avec la géométrie et la disposition des absorbeurs rectangulaires, le collimateur a été remplacé par deux rectangles de plomb de $1,5\ \text{mm}$ d'épaisseur (figure 54).

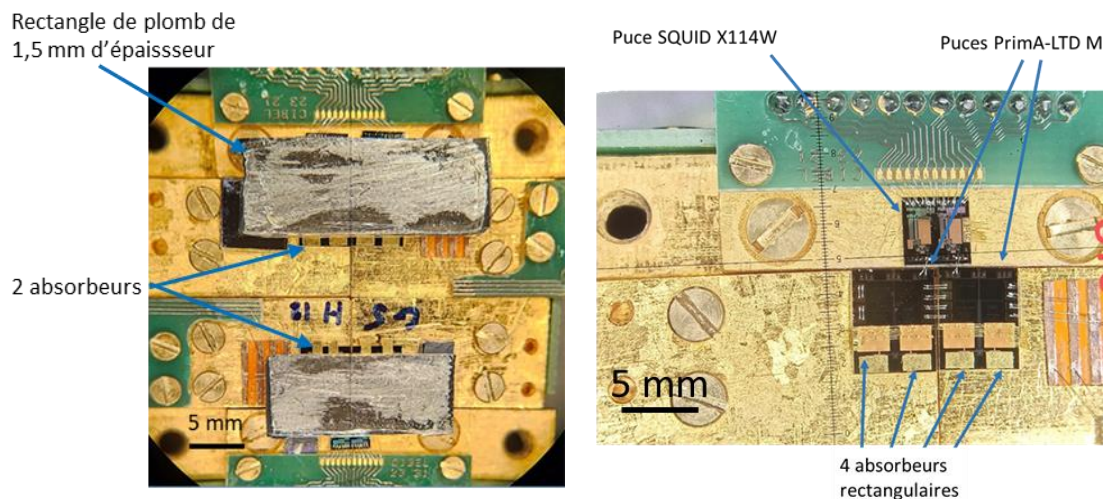


Figure 54 A gauche, photo des supports de puces et des puces PrimA-LTD une fois assemblées sous deux rectangles de plomb. A droite, zoom sur deux des quatre puces PrimA-LTD avec leurs quatre absorbeurs rectangulaires.

4.2.4 Performances attendues avec les puces MetroMMC et PrimA-LTD

Dans la section 4.2.1, la résolution a été approximativement estimée autour de $20\text{-}30\ \text{eV}$. Nous allons calculer la résolution en énergie attendue pour les deux tailles d'absorbeur, à savoir les absorbeurs demi-lune de $0,66\ \text{mm}^2$ et les absorbeurs rectangulaires d'une surface de $1,08\ \text{mm}^2$. Pour les absorbeurs demi-lune, les calculs de résolution ont été effectués avec les puces MMC de type MetroBeta (senseur Au:Er) et pour les puces MetroMMC (senseur en Ag:Er), et pour les tailles S et M pour chaque puce. Nous avons gardé les mêmes paramètres pour le senseur en ce qui concerne la concentration en erbium et la hauteur du senseur par simplicité. Pour les absorbeurs rectangulaires, les calculs ont été effectués pour les puces PrimA-LTD M, dont les senseurs sont en Ag:Er ; nous avons également réalisé le calcul pour les senseurs Au:Er à titre de simple comparaison.

La résolution en énergie ΔE_{FWHM} peut être calculée à l'aide de la puissance équivalente de bruit (NEP, noise equivalent power) d'intégrée dans le domaine fréquentiel.

Équation 4-9

$$\Delta E_{FWHM} = 2,35 \int_0^{\infty} \left[\frac{4df}{NEP^2} \right]^{-\frac{1}{2}}$$

La NEP est elle-même donnée par le rapport entre la densité spectrale de bruit S_{ez} et la responsivité du détecteur p_d , c'est-à-dire la dépendance du signal dans le domaine fréquence lorsque que le détecteur reçoit de l'énergie.

Équation 4-10

$$NEP^2 = \frac{S_{ez}}{(\widetilde{p_d}^* \widetilde{p_d})}$$

Cela permet donc de tenir compte de la dépendance fréquentielle du bruit et de la structure temporelle du signal. Pour calculer la responsivité il faut donc connaître l'amplitude des impulsions par unité d'énergie déposée et les constantes de temps des impulsions. Les constantes de temps de montée et de descente sont respectivement de 1 μ s (limitée par l'électronique) et de 1 ms (imposée par la géométrie et la conductivité du lien thermique). L'amplitude du signal doit être calculée à partir des paramètres géométriques suivants résumés dans le tableau 5 :

- surface du méandre et du senseur selon la taille de la puce S et
- distance entre les pistes du méandre p (10 μ m)
- largeur des pistes du méandre w (5 μ m)
- distance entre les pistes du méandre et le senseur imposée par le couche d'isolation électrique SiO₂ (environ 250 nm)
- hauteur du senseur
- courant permanent parcourant le méandre

Ceux-ci permettent de calculer par simulation par éléments finis le champ magnétique produit dans le senseur. La figure 55 montre la distribution du champ magnétique créé par un courant de 100 mA dans un senseur de 2,5 μ m de hauteur à 250 nm au-dessus du méandre. La valeur moyenne du champ magnétique est proportionnelle au courant permanent.

Le champ, la température du détecteur et la concentration en erbium permettent ensuite d'interpoler les grandeurs thermodynamiques du senseur issues de tables compilées par l'université de Heidelberg [89]. Ces tables contiennent la capacité thermique et la variation d'aimantation par Kelvin et l'aimantation du système Au:Er pour 9 valeurs de concentration en erbium, 19 températures et 21 champs magnétiques.

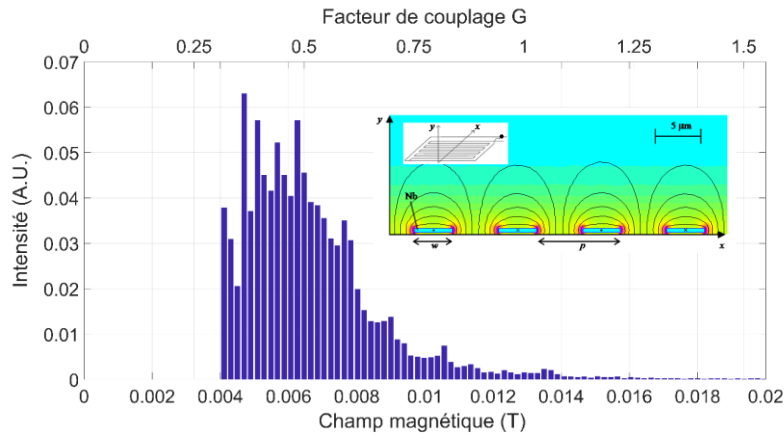


Figure 55 Distribution du champ magnétique B produit par un courant de 100 mA circulant dans le méandre et distribution du facteur de couplage G entre le senseur et le méandre. L'encart montre une coupe du méandre avec les lignes de champ magnétiques créées autour de chacune des pistes du méandre.

La variation d'aimantation par degré Kelvin est convertie en la variation d'aimantation par keV déposé grâce aux capacités thermiques du senseur et de l'absorbeur. Une fois l'amplitude calculée en variation d'aimantation par keV, elle est convertie en variation de flux magnétique dans le SQUID, grâce au facteur de couplage G entre le senseur et le méandre, aux inductances des méandres et de la bobine d'entrée au SQUID, et de l'inductance mutuelle entre le SQUID et la bobine d'entrée (voir la section 3.3.2.4.1). Le facteur de couplage G est proportionnel au champ magnétique B et présente la même distribution figure 55.

Il n'y a pas de données tabulées pour le matériau Ag:Er similaires à celle de l'Au:Er. En revanche, il est simple de les calculer à partir de ces dernières en supposant que la seule différence entre les deux systèmes soit la force de l'interaction RKKY (voir la section 3.3.2.3.1.2). L'astuce décrite dans [117] et [118] consiste à calculer les grandeurs thermodynamiques avec les données de l'Au:Er pour une concentration en erbium plus élevée, car l'interaction RKKY augmente avec la concentration. La force d'interaction RKKY est paramétrée par le facteur α (équation 3-26 et équation 3-22) pour calculer les grandeurs thermodynamiques en accord avec celles mesurées. Pour l'Au:Er ce paramètre est $\alpha_{Au:Er} = 5$ tandis que pour l'Ag:Er $\alpha_{Ag:Er} = 12,5$, l'interaction RKKY est 2,5 fois plus importante. Donc l'aimantation et la capacité thermique du senseur AgEr pour une concentration $x_{Ag:Er}$ est calculée avec les données d'Au:Er pour une concentration $\frac{\alpha_{Ag:Er}}{\alpha_{Au:Er}} x_{Ag:Er}$, puis multiplié par le rapport $\frac{\alpha_{Au:Er}}{\alpha_{Ag:Er}}$.

La densité spectrale de bruit du détecteur tient compte des contributions suivantes :

- les fluctuations thermodynamiques de l'énergie interne du senseur et de l'absorbeur. Elles peuvent être représentées par la somme de deux bruits blanc de niveaux différents et avec deux fréquences de coupure différentes données par les constantes de temps de montée et de descente,
- le bruit du SQUID se composant d'un bruit $1/f$ et d'un bruit blanc, le niveau de bruit blanc et le bruit à 1 Hz sont données par le fournisseur de SQUID Magnicon.
- Le bruit $1/f^2$ des ions erbium calculé à partir de la formule empirique de l'équation équation 3-36.

Sachant qu'une puce possède deux senseurs et deux absorbeurs couplés au SQUID, ils produisent chacun de manière non corrélé leur bruit $1/f$ issu des ions erbium et leur bruit thermodynamique. Leur contribution est donc sommée quadratiquement. La figure 56 représente le résultat du calcul de la

densité spectrale de bruit magnétique produit par les deux absorbeurs demi-lune, les deux senseurs et le SQUID. Le bruit $1/f$ des ions erbium domine sur une large gamme de fréquence entre les très basses fréquences et environ 10 kHz, alors que c'est le bruit blanc du SQUID qui domine au-delà de 10 kHz. L'impact du bruit sur la résolution doit être comparée à la responsivité du signal. La figure 56 montre la dépendance dans le domaine fréquentiel du bruit, de la responsivité et du rapport signal sur bruit exprimée en $1/NEP^2$. Le rapport signal sur bruit est maximum autour de 100 Hz. Bien que le bruit thermodynamique a une faible contribution par rapport aux autres bruits, il domine là où le rapport signal sur bruit est maximum. Pour atteindre la meilleure résolution en énergie, le filtrage appliqué devra préserver le rapport signal sur bruit dans cette gamme de fréquence, à savoir un filtre passe-haut et un filtre passe-bas devront avoir des fréquences de coupure respectivement de quelques dizaines de Hz et environ 1 kHz. De plus, toutes les sources de bruit n'ont pas été considérées ici, par exemple, il faudra prendre soin de limiter autant que possible le bruit 50 Hz et de ses harmoniques dus au réseau électrique, qui apparaissent dans la gamme de fréquence du rapport signal sur bruit maximum.

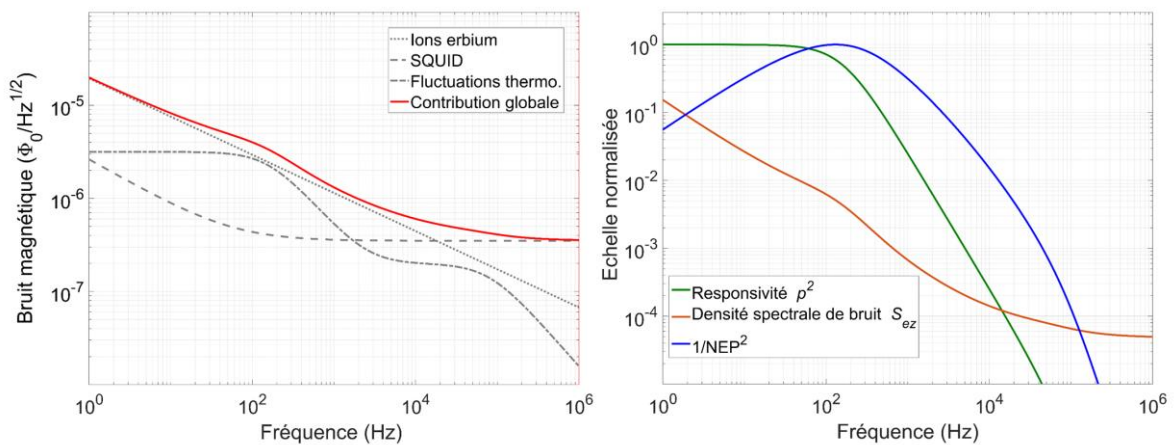


Figure 56 : A gauche, le bruit de flux magnétique et ses différentes contributions produites dans le SQUID par un MMC avec une puce MetroMMC de taille S et deux absorbeurs demi-lune. A droite, comparaison normalisée entre la responsivité, la densité spectrale de bruit.

A partir de ces calculs basés sur l'équation 4-9 et l'équation 4-10, les résolutions en énergie ont été calculées pour chacune des cinq puces : deux puces MetroBeta (taille S et M), deux puces MetroMMC (taille S et M) et une puce ROS (taille M). La tableau 6 résume les résultats de ces calculs pour deux températures, 15 mK et 20 mK.

Tableau 6 Résultats des calculs de la résolution en énergie à 15 et 20 mK, pour les différentes puces disponibles au cours de la thèse. Le nom des puces est indiqué en vert. Pour les puces MetroMMC et MetroBeta, l'absorbeur a une capacité thermique de 45 pJ/K à 20 mK, alors que pour les puces PrimA-LTD, elle est de 71 pJ/K.

Taille S (335 μm) ²					Taille M (538 μm) ²				
Senseur	T (mK)	I ₀ (mA)	ΔE (eV)	A ($\mu\Phi 0/\text{keV}$)	Senseur	T (mK)	I ₀ (mA)	ΔE (eV)	A ($\mu\Phi 0/\text{keV}$)
Ag:Er (MetroMMC)	15	80	7,4	12,4	Ag:Er (MetroMMC)	15	70	8,2	11,7
	20	100	10,7	9,0		20	90	11,2	9,0
Au:Er (MetroBeta)	15	60	6,7	18,5	Au:Er (MetroBeta)	15	60	7,2	17,5
	20	70	10,0	12,5		20	70	10,1	12,5

PrimA-LTD M (495 μm) ²				
Senseur	T (mK)	I ₀ (mA)	ΔE (eV)	A ($\mu\Phi 0/\text{keV}$)
Ag:Er	15	90	10,1	8,4
	20	100	14,2	6,2
Au:Er	15	60	8,7	13,0
	20	80	12,7	9,0

Concernant les puces MetroMMC et MetroBeta, la différence de résolution entre les deux tailles S et M n'est pas significative, elle est au plus de 10%, de même que la différence entre les puces MetroMMC et MetroBeta qui possèdent deux matériaux de senseur différents. Bien que la différence d'amplitude de signal A entre les puces MetroMMC et MetroBeta est importante (plus de 30%), à cause de l'interaction RKKY plus importante dans l'Ag:Er, cette différence est compensée par un nettement plus faible bruit $1/f$ pour l'Ag:Er. L'utilisation de senseur Au:Er apparaît toujours plus avantageux en termes de résolution, mais il faut nuancer les résultats par le fait que la capacité additionnelle due au moment quadrupolaire de l'or n'est pas prise en compte dans le calcul (cf. partie 3.3.2.3.2). Cette capacité additionnelle ajoute une constante de temps de descente rapide de l'impulsion (quelques centaines de microsecondes) et réduit alors le rapport signal sur bruit et à dégrader la résolution.

Nous avons choisi d'utiliser les puces MetroMMC pour concevoir le détecteur et son montage, mais face à des aléas expérimentaux, nous avons été contraints d'utiliser des puces PrimA-LTD M avec des senseurs Ag:Er et des absorbeurs rectangulaires. Le tableau 6 montre que la résolution est dégradée d'environ 25% par rapport aux puces MetroMMC M et MetroBeta M. La raison est que la capacité thermique de leurs absorbeurs rectangulaires est 58% plus importante que celle des absorbeurs demi-lune. La résolution est dégradée de $\sqrt{60}\% = 26\%$. Si les conditions expérimentales correspondent aux paramètres utilisés pour ces calculs théoriques, la résolution devrait satisfaire l'objectif d'avoir un détecteur avec moins de 20 eV de résolution.

4.3 Les sources radioactives

Pour mesurer les énergies listées dans les tableau 3 et tableau 4, quatre sources ont été préparées pour être placées sur le passeur de sources. Elles sont composées de plusieurs radionucléides avec au moins un radionucléide avec des raies étalons. En effet, il est préférable d'étalonner le détecteur sur toute sa plage de mesure pour corriger le plus efficacement possible la non-linéarité. De plus, il faut des raies étalons dont l'énergie est proche des raies que l'on souhaite mesurer, tout en évitant des interférences entre raies. Etant donné que plusieurs sources sont mesurées dans une même session de mesure, il faut au moins un radionucléide étalon commun à toutes les sources.

4.3.1 Interférences entre pics en énergies et choix des mélanges

Etant donné que les sources sont des mélanges de trois à quatre radionucléides, il est possible que les raies des radionucléides étalon et à mesurer interfèrent entre elles en fonction de l'écart en énergie entre les raies, de la largeur naturelle des raies X et de la résolution en énergie du détecteur. Pour estimer la compatibilité entre les différents radionucléides d'une source, des simulations par méthode de Monte Carlo ont été effectuées avec le code Penelope, en plus des raies émises par les radionucléides cela permet de tenir compte des pics d'échappement qui s'ajoutent aux raies à mesurer.

La simulation a été effectuée à l'aide du code PenNuc couplé au code Penelope [116] [119]. PenNuc simule les cascades des particules émises par désintégration pour chaque radionucléide, les données sont basées sur des données de désintégration recommandées par la DDEP [37], notamment pour ce qui nous concerne les énergies et les intensités d'émission photonique. Il génère les particules puis le code Penelope simule leur trajectoire ainsi que les interactions rayonnement-matière. Les spectres en énergie pour chaque radionucléide des tableau 3 et tableau 4 ont été simulés, puis combinés pour vérifier les possibles interférences. La simulation considère que le système est dans le vide. Il est constitué d'un absorbeur en or d'une épaisseur de 50 μm à une distance de 2,5 mm d'un filtre en Be qui lui a une épaisseur de 3 mm. La source est placée à 1,5 cm de l'absorbeur et chaque simulation comporte 5 à 8 millions de désintégrations. Les spectres ont été convolués avec une gaussienne d'une largeur de 10 eV représentant la résolution du détecteur.

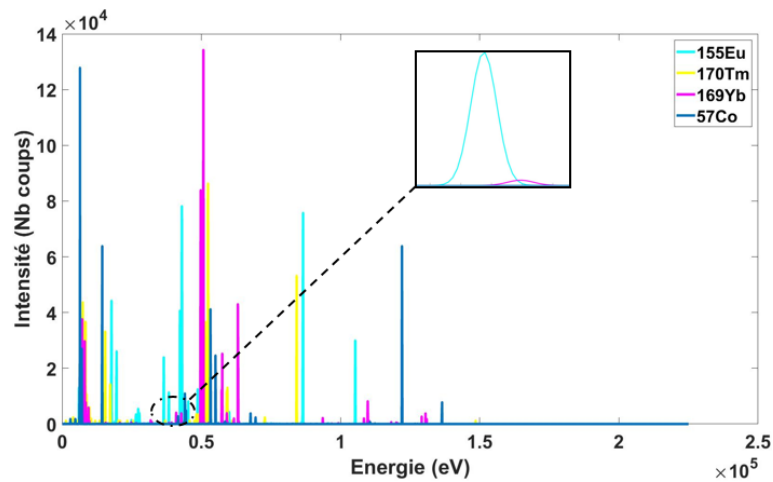


Figure 57 Spectre simulé du mélange 3 du lot 1 avec un exemple d'interférence

Les spectres simulés ont été tracés selon plusieurs combinaisons de radionucléide pour vérifier la présence d'interférences sur les pics importants pour la mesure. Les combinaisons de radionucléides pour lesquelles il n'y a pas d'interférences sur les pics cibles ont été sélectionnées, comme le spectre figure 57. Il y a certes quelques interférences mais elles sont minimales et sur des pics non exploités. La figure 57 montre de nombreux pics pour les plus faibles énergies et moins à partir de 60 keV. Cela est dû au fait qu'à faible énergie, il y a des raies X et gamma mais aussi les pics d'échappement, tandis qu'après 60 keV, il ne reste que quelques raies gamma. Les mélanges compatibles, c'est-à-dire sans interférences sur les pics ciblés sont présentés tableau 7.

4.3.2 Activités des mélanges

Une fois les radionucléides par mélange sélectionnés, les activités nécessaires par radionucléide et par mélange ont été calculées. Comme l'indique le tableau 7, il y a deux lots de sources. Ces lots ont été conçus pour deux sessions de mesure, soit deux descentes en froid du cryostat pour lesquelles la distance entre les sources et le détecteur était différente. Les activités sont estimées en fonction du taux de comptage visé. En effet, si l'activité est trop élevée pour le taux de comptage du détecteur, il va y avoir des probabilités d'empilements d'impulsion importantes. Cependant, si l'activité est trop faible, alors il n'y aura pas assez de statistiques dans les pics mesurés, ce qui augmentera l'incertitude sur les énergies des raies à déterminer. Le nombre de photons absorbés par pixel par seconde est de l'ordre d'environ 2,5 coups par seconde, le détecteur étant constitué de 8 pixels, un taux de comptage optimal de 20 coups par seconde est visé. Les activités des lots 1 et 2 ont été calculées à l'aide de l'équation 4-1 en fonction du taux de comptage, du facteur géométrique du détecteur et du rendement intrinsèque du détecteur tout en prenant en compte la transmissibilité du filtre en béryllium du détecteur. Comme l'indique le tableau 7, les mélanges du lot 1 ont une plus faible activité que pour le lot 2, car la distance entre les sources et le détecteur du lot 1 était plus courte. Toutes les sources sont constituées d'au moins un radionucléide à mesurer et de deux étalons adaptés : le ^{57}Co et ^{169}Yb . Ils permettent de corriger la non-linéarité du détecteur sur une plage en énergie entre 14,4 keV et 136,5 keV. L'autre étalon est le ^{153}Gd , il est utilisé en fonction du radionucléide mesuré. Le lot 1 est conçu pour mesurer du ^{210}Pb , ^{241}Am , ^{243}Am , ^{155}Eu et du ^{109}Cd , pour le lot 2 est du ^{133}Ba a été ajouté. La proportion d'activité en ^{243}Am est moindre pour le lot 2, car la quantité de solution radioactive était insuffisante.

Tableau 7 Mélanges et estimation des activités des radionucléides

	Mélange 1	Activité (Bq)	Mélange 2	Activité (Bq)	Mélange 3	Activité (Bq)	Mélange 4	Activité (Bq)
Lot 1	⁵⁷ Co- ²¹⁰ Pb- ²⁴¹ Am- ¹⁵³ Gd- ¹⁶⁹ Yb	7200	⁵⁷ Co- ²⁴³ Am- ¹⁵³ Gd- ¹⁶⁹ Yb	3700	⁵⁷ Co- ¹⁵⁵ Eu- ¹⁶⁹ Yb	2600	⁵⁷ Co- ¹⁰⁹ Cd- ¹⁶⁹ Yb	1900
	⁵⁷ Co	1300	⁵⁷ Co	700	⁵⁷ Co	700	⁵⁷ Co	700
	²¹⁰ Pb	3600	²⁴³ Am	2000	¹⁵⁵ Eu	1500	¹⁰⁹ Cd	800
	²⁴¹ Am	1400	¹⁵³ Gd	600	¹⁶⁹ Yb	400	¹⁶⁹ Yb	400
	¹⁵³ Gd	500	¹⁶⁹ Yb	400				
	¹⁶⁹ Yb	400						
	Mélange 1	Activité (Bq)	Mélange 2	Activité (Bq)	Mélange 3	Activité (Bq)	Mélange 4	Activité (Bq)
Lot 2	⁵⁷ Co- ²¹⁰ Pb- ²⁴¹ Am- ¹⁵³ Gd- ¹⁶⁹ Yb	65000	⁵⁷ Co- ¹⁵⁵ Eu- ¹⁶⁹ Yb	68000	⁵⁷ Co- ¹⁰⁹ Cd- ¹⁶⁹ Yb	54000	⁵⁷ Co- ¹⁶⁹ Yb- ¹³³ Ba	34000
	⁵⁷ Co	20000	⁵⁷ Co	20000	⁵⁷ Co	20000	⁵⁷ Co	8000
	²¹⁰ Pb	15000	¹⁵⁵ Eu	40000	¹⁰⁹ Cd	26000	¹⁶⁹ Yb	13000
	²⁴¹ Am	18000	¹⁶⁹ Yb	8000	¹⁶⁹ Yb	8000	¹³³ Ba	13000
	¹⁵³ Gd	4000						
	¹⁶⁹ Yb	8000						

4.3.3 Production des sources

Les sources ont été fabriquées à partir de solutions radioactives dont les activités massiques sont connues. Une solution radioactive par radionucléide était disponible, à l'exception de ¹⁶⁹Yb dont le cas sera détaillé ci-dessous.

Tableau 8 Solutions des radionucléides avec leur acide et leur entraîneur à la date de référence 15/12/2023

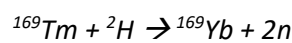
Radionucléide	⁵⁷ Co	¹⁵⁵ Eu	¹⁰⁹ Cd	¹⁵³ Gd	²⁴¹ Am	²⁴³ Am	²¹⁰ Pb	¹³³ Ba
Activité massique avant dilution (kBq/g)	252	419	723	204	877	39	252	457
Milieu	HCl	HCl	HCl	HCl	HNO ₃	HCl	HNO ₃	HCl
Entraîneur	CoCl ₂	EuCl ₃	CdCl ₃	GdCl ₃	EuCl ₃	aucun	aucun	BaCl ₂

Comme indiqué tableau 8, les radionucléides sont conservés dans de l'acide. L'acide permet de stabiliser le radionucléide en solution, il réagira peu avec celui-ci et ne créera pas d'agrégats qui sont susceptibles de modifier l'activité massique en solution. En plus de l'acide et du radionucléide, la solution est souvent constituée d'un entraîneur. L'entraîneur est un sel de l'élément non radioactif du radionucléide ou chimiquement proche de celui-ci⁶. Il faut en effet qu'ils soient chimiquement compatibles. Il permet de stabiliser la solution, de diminuer l'adsorption du radionucléide sur la paroi du récipient contenant la solution. En effet, les atomes de radionucléides peuvent se fixer sur les

⁶ Pour certains éléments comme l'américium, il n'y a pas d'isotope stable dans la nature, dans ce cas l'euprium est l'élément qui a le comportement chimique le plus proche de l'américium.

parois, ce qui diminue l'activité massique de la solution. L'entraîneur permet de saturer les parois à la place des radionucléides. Pour atteindre les activités visées dans le tableau 7, une masse de solution est prélevée avec un pycnomètre. Au préalable, le pycnomètre est effilé en ramollissant l'extrémité avec une source de chaleur, ce qui permet de déposer des gouttes plus petites et plus précisément à la surface des supports de source. Le pycnomètre est pesé avant et après dépôt pour déterminer la masse et l'activité déposée. Puis, la goutte déposée est séchée par évaporation en plaçant la source dans une étuve à 70°C; il ne reste qu'un dépôt cristallin comportant le radionucléide et l'entraîneur. Plusieurs gouttes sont déposées dans les sources pour atteindre l'activité requise ; pour replacer une nouvelle goutte, il faut attendre l'évaporation de la précédente.

L'un des radionucléides a été produit sur demande à l'aide du cyclotron Arronax Nantes. En effet, le ^{169}Yb est produit en bombardant une feuille de Tm avec des deutérons d'environ 15 MeV.. Le ^{169}Yb est produit en utilisant une feuille de ^{169}Tm avec la réaction suivante :



En effet, lorsqu'un atome de ^{169}Tm absorbe un deutéron, il est possible qu'il devienne un atome de ^{169}Yb et qu'il y ait émission de deux neutrons. Cependant, le ^{169}Yb n'est pas le seul radionucléide produit.

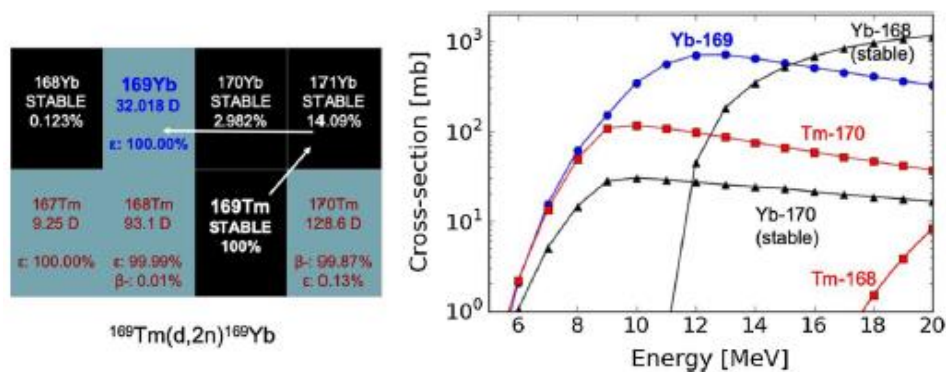


Figure 58 A gauche, table des radionucléides autour du ^{169}Yb et à droite la section efficace pour le ^{169}Tm en fonction de l'énergie du deutéron et les radionucléides produits [44]

En effet, comme l'indique la figure 58, il y a plusieurs radionucléides produits dont certains sont indésirables. Dans le cas idéal, le ^{169}Tm absorbe le deutéron et devient du ^{171}Yb qui lui-même émet deux neutrons pour devenir du ^{169}Yb . Cependant, il y a aussi production de ^{168}Yb et ^{170}Yb stables ainsi que du ^{170}Tm et du ^{168}Tm qui eux sont radioactifs. Il faut minimiser ce dernier car, il produit des rayons gamma trop énergétiques pour nos mesures. Quant au ^{170}Tm , ses raies X peuvent être utiles et servir de raies d'étalonnage. Pour privilégier la production de ^{169}Yb et minimiser celle du ^{168}Tm , il faut optimiser l'énergie du faisceau des deutérons en fonction de la section efficace. D'après le graphique figure 58, la section efficace la plus avantageuse pour la production de ^{169}Yb est obtenue avec des deutérons d'une énergie d'environ 12 MeV. Sachant que les deutérons perdent une énergie de 2,7 MeV dans 100 μm de ^{169}Tm [44], il faut que le deutéron ait une énergie initiale d'environ 15 MeV.

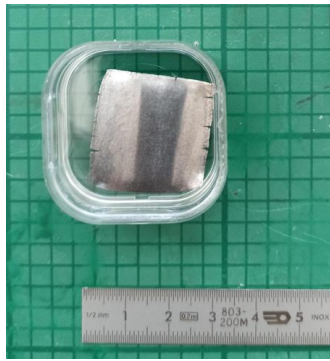


Figure 59 Feuille de ^{169}Tm utilisée pour créer du ^{169}Yb

Comme l'indique la figure 59, la cible utilisée est une feuille de $25 \times 25 \text{ mm}^2$ de $100 \mu\text{m}$ d'épaisseur. La feuille de ^{169}Tm est à 99,9 % de pureté. La cible a été bombardée sur un cercle de 6 mm de rayon par un faisceau non uniforme de deutérons d'une énergie comprise entre 13,38 MeV et 15,6 MeV pendant 1 h au cyclotron Arronax ; 64,17 kBq de ^{169}Yb ont été produits ainsi que 0,03 kBq de ^{167}Tm , 0,61 kBq de ^{168}Tm et 39,4 kBq de ^{170}Tm . Une surface de la feuille irradiée est ensuite découpée de sorte à obtenir l'activité voulue. Elle est fixée entre les absorbeurs et les autres sources. Elle a par conséquent une position permanente et est mesurée avec chacun des quatre mélanges de sources.

4.3.3.1.1 Préparation des sources des lots 1 et 2

Au cours de la thèse, deux lots de quatre sources ont été préparés. Pour chaque lot, les gouttes des radionucléides ont été déposées une par une. Le lot 1 adapté au montage du détecteur initialement prévu avec les puces MetroMMC mais mesuré avec les puces PrimA-LTD durant l'expérience Run1 (5.2.1.1) et le lot fabriqué pour augmenter l'activité et pouvoir éloigner les sources des absorbeurs lors du Run2 (5.2.1.2).

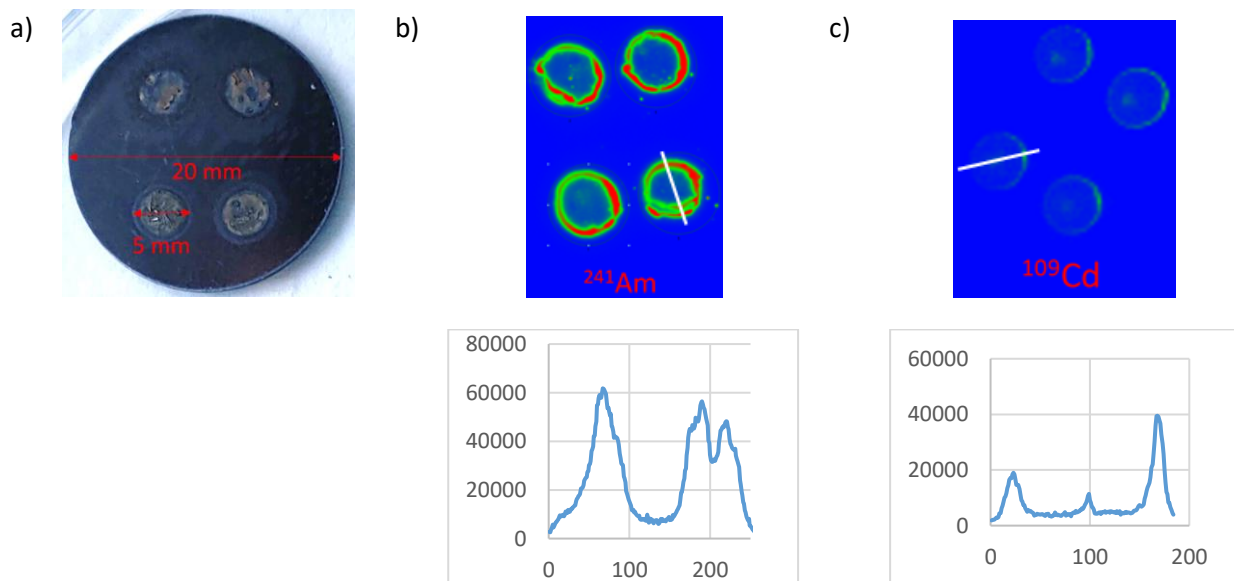


Figure 60 a) disque d'une source en acier inoxydable avec quatre dépôts radioactifs pour le lot 1. b) et c) autoradiographie des sources et distribution de l'intensité selon le trait blanc pour l' ^{241}Am et le ^{109}Cd

La figure 60 représente le support et des sources du lot 1. Chacune de ces sources est constituée de quatre dépôts, chacun de 5 mm de diamètre et faisant face à un des quatre trous du collimateur (figure 51) devant deux absorbeurs en demi-lune. Le disque source est en acier inoxydable, sa dimension est adaptée au plateau source. Avant le dépôt des solutions, des microbilles de latex en solution sont pulvérisées à l'aide d'une haute tension à la surface du disque inox à l'endroit des dépôts de 5mm [120]. Elles rendent la surface aspergée hydrophile. Cela permet aux gouttes de solution de s'étendre et de définir le diamètre de dépôt. Comme l'indique les autoradiographies figure 60 il y a des effets de bord : la distribution d'intensité de chaque goutte montre deux pics. Cela est dû à la dynamique du séchage de la goutte ; l'activité reste concentrée au bord de la goutte. L'autoradiographie des sources de ^{241}Am paraît plus intense que celle du ^{109}Cd . En réalité, cela est dû au fait que le ^{241}Am est un émetteur alpha qui dépose des énergies beaucoup plus importantes.

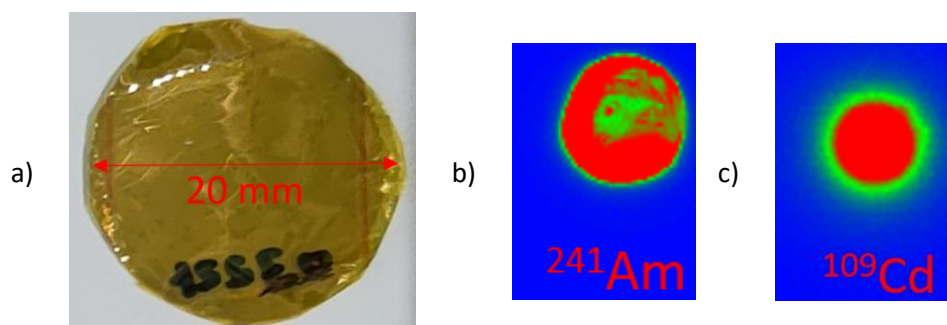


Figure 61 a) disque de Kapton enfermant la source de ^{155}Eu , b) et c) autoradiographies des sources d' ^{241}Am et de ^{109}Cd

Ces sources avec quatre dépôts par disque faisant face aux trous du collimateur nécessitent une ouverture importante dans le blindage électromagnétique en plomb. Cela a eu pour désavantage de faire pénétrer le champ magnétique ambiant à l'intérieur du blindage et de réduire la caractéristique des SQUID de préamplification, car les jonctions Josephson étaient soumises à un gradient de champ magnétique. C'est pourquoi, le lot 2 de sources a été fabriqué cette fois avec un seul dépôt pour s'approcher d'une source plus ponctuelle et réduire l'ouverture dans le blindage.

Par ailleurs, le lot 2 a été conçu pour améliorer la flexibilité des mélanges. En effet, dans le premier lot, lorsqu'une source de plusieurs radionucléides était déposée, il était impossible de modifier le mélange. Pour le deuxième lot et pour un mélange donné, chaque radionucléide a été déposé individuellement sur un disque en Mylar et scellé avec un ruban adhésif en Kapton comme indiqué figure 61. Ensuite les disques ont été empilés pour former le mélange. Le Mylar et le Kapton sont suffisamment transparents aux photons pour ne pas avoir d'auto-absorption. Cela permet de changer la disposition des radionucléides dans un mélange, ou d'augmenter l'activité en empilant les disques. Le disque Mylar a un diamètre de 24 mm et le dépôt a un diamètre d'environ entre 3 et 10 mm. Cette fois-ci, les autoradiographies figure 61 démontrent que les effets de bord sont moins importants dans le lot 2.

4.4 Le réfrigérateur à dilution du LNHB

4.4.1 Le cryostat

Le cryostat du LNHB est un cryostat utilisant un bain d'hélium liquide. Il a été fourni en 2005 par la société Cryoconcept⁷. L'espace des détecteurs et de la dilution est fermé avec un joint indium au niveau de la bride à 4 K pour étanchéifier le système. Ce volume correspond à l'IVC (inner vacuum chamber), il est inséré dans un Dewar d'hélium liquide. L'IVC est pompé pour faire le vide pendant 3 à 12 h, puis quelques cm³ de gaz d'échange ³He sont injectés dans l'IVC pour thermaliser à la température du liquide dans le Dewar les composants dans l'IVC, dont les détecteurs. Le Dewar est ensuite rempli d'azote pour prérefroidir le système jusqu'à 77 K, en environ 4 h. Ensuite, le Dewar est vidangé pour remplacer l'azote par de l'hélium liquide, cette phase prend environ 2 h, le cryostat est alors à 4,2 K. Ensuite, le gaz d'échange ³He est pompé durant 3 h. Si on utilise de ⁴He comme gaz d'échange, le pompage dure une demi-journée. Le mélange ³He-⁴He est condensé dans la boîte à mélange pendant environ 12 h, puis le bouilleur est pompé avec une pompe turbo moléculaire et le bouilleur est chauffé à environ 650 mK pour maximiser la puissance de réfrigération de la dilution. L'installation des détecteurs et la mise en froid nécessitent deux à trois jours.

4.4.2 Câblage du cryostat

Le câblage du cryostat connecte les ports et les connecteurs à température ambiante vers différents étages à basse température pour faire fonctionner : la thermométrie, l'électronique à SQUID et la génération du champ magnétique dans le senseur des MMC. Il est illustré en figure 62.

4.4.2.1 Thermométrie

La thermométrie permet de suivre la température de chaque étage du cryostat : 4 K (bride 4 K), 1 K (pot 1 K), 700 mK (bouilleur) et 15 mK (boîte à mélange). Chaque étage comporte une sonde de température et une résistance de chauffage, qui permet de chauffer l'étage ou de réguler sa température à l'aide d'un contrôleur PID (Proportionnel, Intégral, Dérivé). Les sondes de température, des thermistors, sont lues avec un pont de mesure TRMC2, elles sont lues en quatre fils résistifs de faible conductivité thermique jusqu'à l'étage 4 K, puis en deux fils supraconducteurs jusqu'à la sonde. Chaque pont peut lire 8 sondes de température et réguler la température que sur une seule sonde en appliquant la régulation via une résistance de chauffage. L'étage régulé est celui de la boîte à mélange (ou un des étages détecteurs) pour lesquels une grande stabilité est requise. La température du bain thermique fluctue autour de la température de consigne T avec un écart-type σ_{temp} . Les fluctuations de température contribuent à la largeur à mi-hauteur ΔE_{FWHM} des raies dans le spectre en énergie avec l'écart-type $\sigma_{E,temp}$. Cette contribution est proportionnelle à l'énergie E des particules détectées :

⁷ <https://cryoconcept.com/>

Équation 4-11

$$\sigma_{E,temp} = \frac{\sigma_{temp}}{T} E$$

Si on se fixe pour objectif une résolution en énergie de 20 eV à 100 keV, soit un pouvoir de résolution de 5000, σ_{temp} doit être inférieure à 4 μ K à 20 mK. Le bouilleur est chauffé à environ 700 mK pour maximiser la puissance de réfrigération en injectant un courant constant dans la résistance couplée à cet étage.

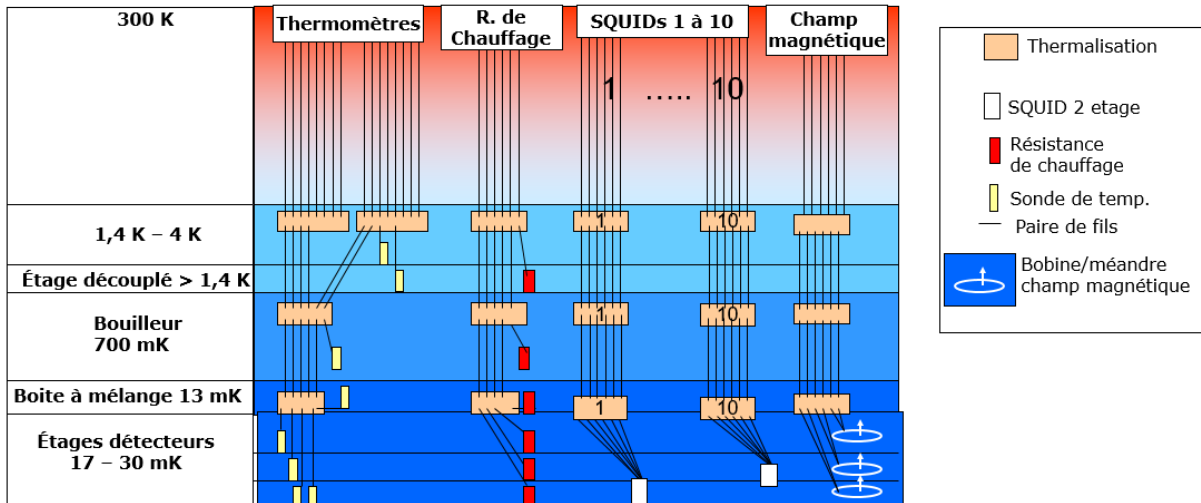


Figure 62 Schéma du câblage du réfrigérateur à dilution

4.4.2.2 Lecture des SQUID

Les SQUID nécessitent de loin la plus grande partie du câblage, puisque dix lignes ont été récemment câblées pour pouvoir mesurer des MMC pixelisés, jusqu'à 10 MMC soit 20 pixels. Chaque ligne comporte entre 300 K et 4 K une « paire triple » en cuivre, et trois paires résistives, puis l'ensemble est en fils supraconducteur en dessous de 4 K. Les dix voies sont lues par quatre électroniques Magnicon XXF-1⁸ (deux électroniques à deux voies et deux à trois voies).

4.4.2.3 Autres composantes de câblage

Pour générer le courant permanent dans les méandres d'un MMC, il faut une paire pour injecter le courant à geler I_0 et une paire pour ouvrir l'interrupteur avec le courant I_H . Trois lignes sont installées à cet effet ; si plus de trois puces MMC sont installées, il faut connecter les MMC en série comme ce qui a été fait pour les puces du détecteur décrit dans la section 4.2.3. Pour lire l'encodeur du moteur cryogénique, deux fibres optiques ont été installées dont une fibre de secours avec des connexions

⁸ <http://www.magnicon.com/squid-electronics/xxf-1>

FC/APC. Une paire torsadée « Lakeshore Duo-Twist DT-32 » permet d'actionner les éléments piézoélectriques du moteur.

4.4.3 Chaîne d'acquisition

La chaîne d'acquisition à température ambiante est constituée de l'électronique à SQUID Magnicon XXF-1, de préamplificateurs bas bruit Stanford SR560⁹ et des cartes de numérisation Innovative Integration P25M PCI-X. L'électronique à SQUID permet de polariser les SQUID avec un courant, de contrôler la contre-réaction des SQUID pour linéariser leur réponse et de mesurer la tension de sortie. Le signal est préamplifié et filtré par le module SR560 avec au choix un filtre passe-bas, un passe-haut ou un passe-bande. En général, seul le passe-bas est activé contre le repliement de spectre, le passe haut n'est pas utilisé pour garder l'information sur le niveau de la ligne de base et éviter les « undershoots ». Une électronique à SQUID XXF-1 peut contrôler deux ou trois voies de SQUID et une carte d'acquisition P25M peut numériser en continu sur un disque SSD jusqu'à une fréquence d'échantillonnage de 1 MHz à 16 bits sans perte de données.

Généralement, les signaux à la sortie de l'électronique à SQUID ont une amplitude de quelques centaines de mV ; l'amplitude des signaux peut être ajustée en réglant la résistance de contre-réaction, interne à l'électronique XXF-1. Le gain du SR560 doit être supérieur ou égal à 10 de sorte à ne pas être limité par son bruit ou celui de la carte d'acquisition.

Comme indiqué figure 63, l'électronique à SQUID est remise à zéro (raz) périodiquement toutes les 1 à 2 s par un générateur d'impulsions en porte TTL. En effet, le SQUID a plusieurs points de fonctionnement du fait de sa caractéristique périodique tension – flux magnétique (figure 38). Lorsque la contre-réaction est active, les différents points de fonctionnement se traduisent par différents niveaux de tension périodiquement espacés, ce qui peut poser des problèmes, car le signal sort de la plage de mesure et sature notamment le préamplificateur SR560. Les remises à zéro maintiennent le point de fonctionnement à celui le plus proche de zéro.

⁹ <https://www.thinksrs.com/products/SR560.htm>

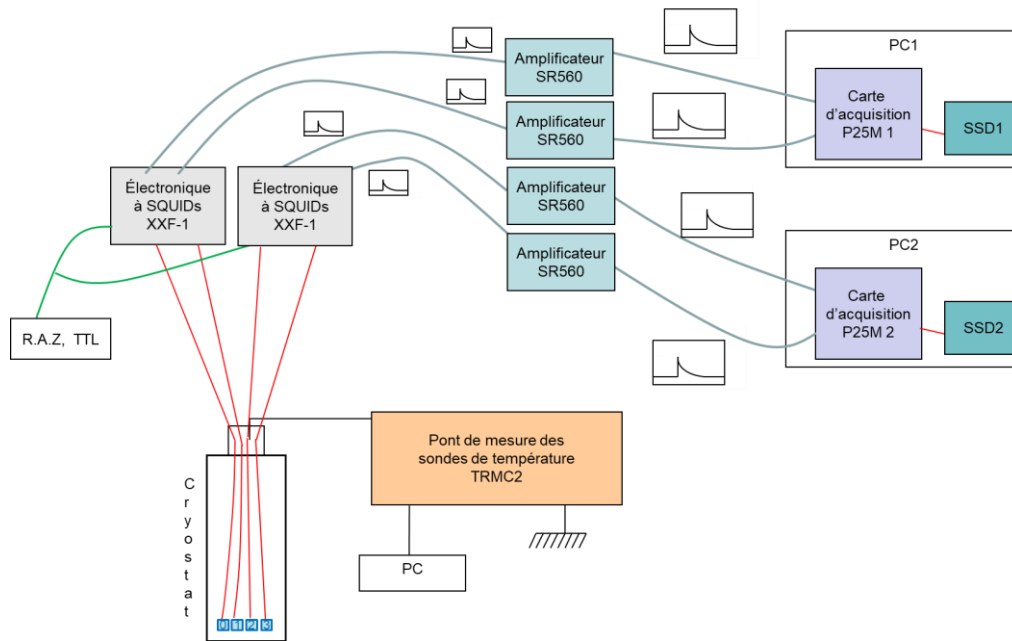


Figure 63 Schéma de la chaîne d'acquisition

4.5 Traitement du signal

Lors de la mesure des sources radioactives, les tensions issues des électroniques à SQUID sont enregistrées en continu par une carte d'acquisition P25M sur des disques durs. Ces données sont ensuite traitées hors ligne pour déterminer l'amplitude des impulsions et pour obtenir un spectre en énergie avec la meilleure résolution en énergie, la meilleure linéarité et le moins de déformation de pics possible. Pour cela, des routines en Matlab permettent d'analyser le signal dans le domaine fréquentiel et temporel. L'objectif du traitement est de sélectionner les impulsions enregistrées sans empilement ni évènements parasites et de déterminer le plus précisément possible leurs amplitudes. Le programme effectue le traitement du signal en plusieurs étapes. La première consiste à détecter la position des impulsions à l'aide de deux seuils de déclenchement permettant de détecter les impulsions de signe opposé issues des deux senseurs par MMC et ainsi avoir leur position en temps. Les seuils de détection se voient attribuer une valeur constante tout au long de l'enregistrement. Lorsqu'un signal dépasse le seuil, il y a un marquage de la position du passage au-dessus du seuil de montée (t_{start}) et du passage en dessous du seuil, t_{stop} , lors de la descente du signal. La polarité positive ou négative du signal est marquée d'un « +1 » ou « -1 », respectivement ou « 0 » lorsque le signal est saturé. Les positions et les polarités sont enregistrées dans un fichier binaire qui pourra être rappelé. Pour pouvoir appliquer un seuil bas et constant sur l'ensemble des impulsions, il faut au préalable filtrer le signal par un filtre passe-bande.

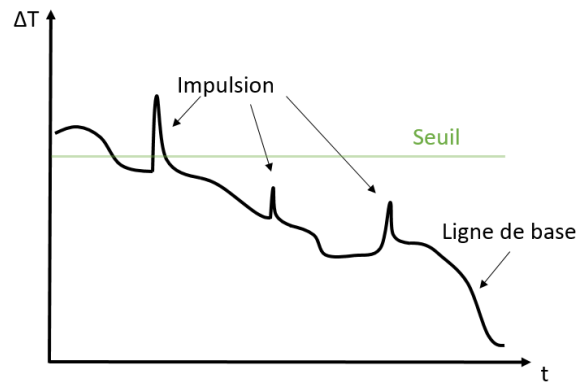


Figure 64 Signal brut d'un MMC

En effet, comme l'indique la figure 64, les impulsions brutes sans filtrage ne sont pas détectables avec un seuil constant. La ligne de base varie à cause des fluctuations de température du cryostat. Un filtre passe-haut doit être appliqué pour supprimer les composantes basses fréquences du signal propres à ces fluctuations et un filtre passe-bas avec une fréquence de coupure plus haute est appliquée pour filtrer une partie du bruit blanc. La combinaison passe-haut passe-bas revient à un filtre passe bande. Du fait du caractère poissonien de la désintégration radioactive et de la constante de temps finie des impulsions, il est nécessaire d'appliquer un temps mort de sorte que si l'impulsion suivante tombe sur la descente de la première, elle ne soit pas considérée, car dans ce cas la détermination de son amplitude serait erronée. Chaque impulsion détectée déclenche une fenêtre de temps mort. Un temps mort de type reconductible est appliqué, c'est-à-dire que si un événement est détecté durant un temps mort, celui-ci est reconduit (ce qui n'est pas le cas du temps mort fixe) après une impulsion pour éviter tout empilement et supprimer les undershoot. En général, la durée de la fenêtre de temps mort est choisie fixe. Nous avons fait le choix d'un temps mort variable qui est déterminé selon l'amplitude de l'impulsion. La fenêtre de temps mort s'exprime ainsi :

Équation 4-12

$$T_{mort} = (t_{stop} - t_{start}) \times F_{mort}$$

Avec F_{mort} une constante de sorte que T_{mort} soit supérieur à la durée de l'impulsion brute.

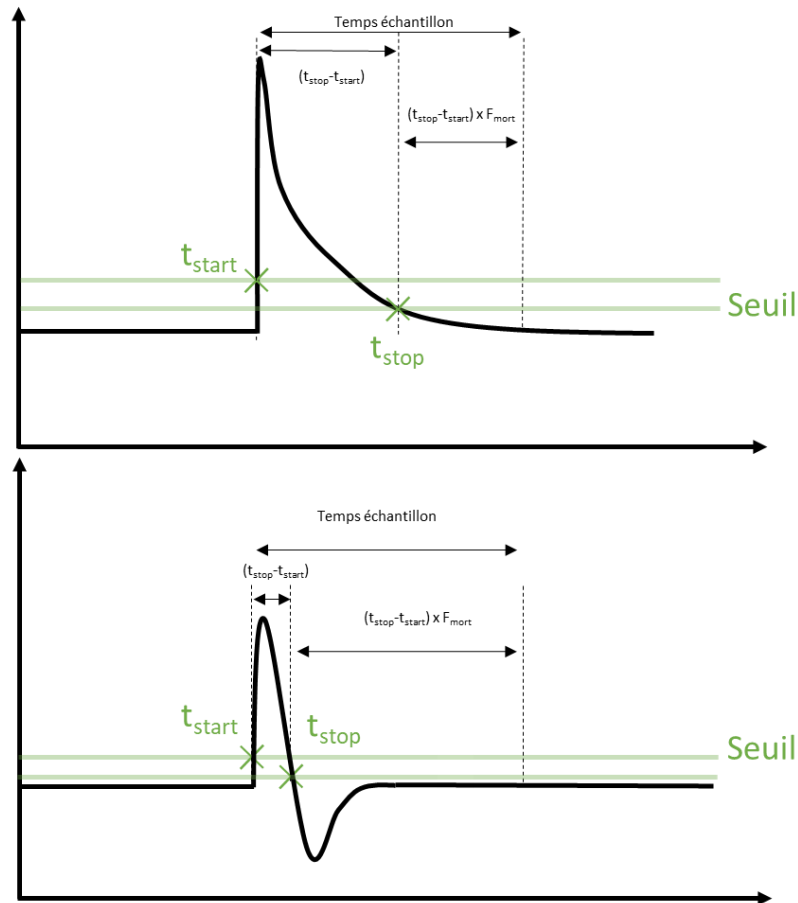


Figure 65 Impulsion d'un MMC avant et après avoir été filtrée par un filtre passe-bande

En effet, d'après la figure 65, comme l'impulsion a été filtrée par un passe haut, sa durée au-dessus du seuil ($t_{stop} - t_{start}$) est plus courte que l'impulsion brute. Comme les deux absorbeurs sur une puce MMC produisent des impulsions de polarités opposées, il y a deux seuils pour les détecteurs, un pour la montée de l'impulsion et l'autre pour le retour à la ligne de base. Le facteur F_{mort} est choisi de sorte à ce que T_{mort} couvre toute la descente de l'impulsion brute.

A noter, que l'application du temps mort permet de supprimer efficacement certains empilements : ceux où une impulsion est empilée sur la ligne de base de l'impulsion détectée ; mais il ne supprime pas les empilements pour lesquels une impulsion est empilée sur la descente de l'impulsion détectée. Ces derniers devront être supprimés par d'autres moyens. Une fois les positions des impulsions détectées, la deuxième étape consiste à construire une impulsion « modèle » et un spectre de bruit moyen, en vue de réaliser la dernière étape. Pour construire une impulsion modèle, correspondant à l'évolution de la température du MMC suite au dépôt d'énergie par un photon dans l'absorbeur, le programme effectue la moyenne de 100 impulsions. Les cinq premières impulsions doivent être visuellement sélectionnées, et les 95 restantes sont automatiquement sélectionnées de sorte qu'elles aient une forme identique aux 5 impulsions sélectionnées. La densité spectrale du bruit moyen est quant à elle obtenue par la moyenne de la transformées de Fourier sur quelques milliers de lignes de base. Les lignes de base, portions de signal sans évènement, ont été identifiées à partir des positions des impulsions.

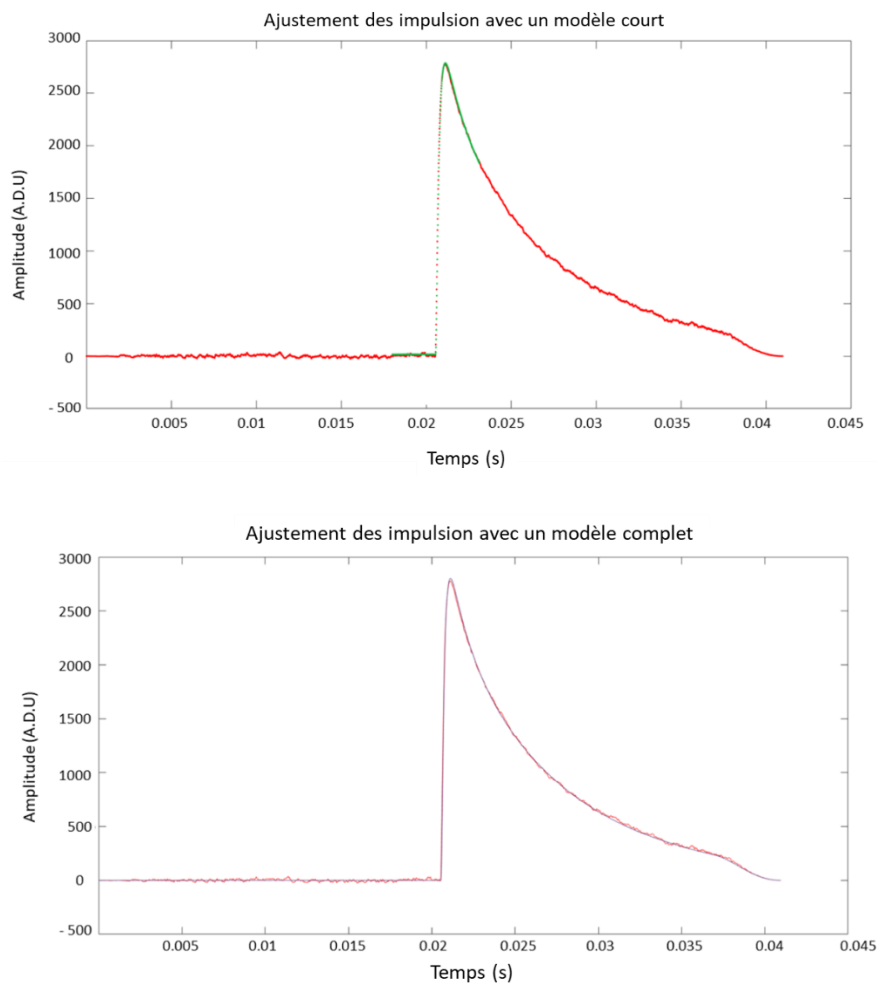


Figure 66 Ajustement d'une impulsion avec un modèle d'impulsion, en haut avec une impulsion modèle tronquée et en bas avec une impulsion complète [121].

Les spectromètres à dispersion d'énergie fournissent une valeur relative de l'énergie via l'impulsion mesurée. Il existe de multiples façons de déduire l'énergie des impulsions ; pour une même impulsion, chaque méthode donnera une amplitude différente et aura son propre facteur d'étalonnage en énergie. On verra par la suite que chaque méthode n'offre pas la même non-linéarité en énergie non plus. Les façons les plus simples de mesurer l'énergie consistent à mesurer le maximum ou l'aire de l'impulsion. Néanmoins ces méthodes ne maximisent pas le rapport signal sur bruit (RSB). Le RSB pour le maximum est pénalisé par le bruit haute fréquence, tandis que le RSB pour l'aire est pénalisé par le bruit à basse fréquence. Deux autres méthodes d'analyse de l'énergie d'impulsion fournissent le meilleur RSB, à savoir l'ajustement d'une impulsion modèle tronquée et la méthode du filtrage adapté.

4.5.1 Ajustement d'une impulsion modèle

L'impulsion modèle $M(t - t_{start})$ est ajustée à l'impulsion $m(t - t_{start})$ détectée à t_{start} pour résoudre la combinaison linéaire suivante au sens des moindres carrés :

Équation 4-13

$$m(t - t_{start}) = e_{IM} \cdot M(t) + b$$

L'énergie de l'impulsion estimée est e_{IM} et le niveau de la ligne de base est b . La résolution en énergie de cette méthode dépend grandement du nombre d'échantillons de l'impulsion modèle M (sa durée) selon les composantes dominantes du bruit du détecteur. La figure 67 montre un exemple de l'effet de la durée de l'impulsion modèle choisie sur la résolution en énergie. Une impulsion modèle trop courte ou trop longue donne de mauvaises résolutions, car le RSB est dégradé respectivement, soit par les composantes basses fréquences, soit à hautes fréquences. Qualitativement, on retrouve les mêmes effets que ceux mentionnés pour les méthodes du maximum et de l'air de l'impulsion. La figure 67 montre qu'il y a un optimum de la durée de l'impulsion modèle tronquée, dans cet exemple, de 0,6 ms alors que la constante de temps de descente est de 1,5 ms.

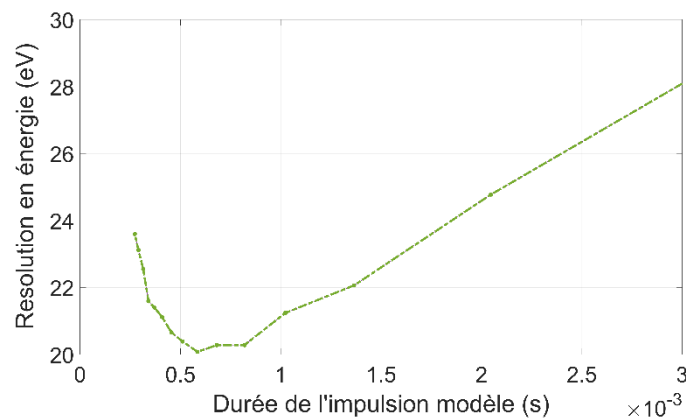


Figure 67 Résolution en énergie en fonction de la durée de l'impulsion modèle

4.5.2 Le filtrage optimal

Le filtrage optimal (ou parfois nommé filtrage adapté) est une méthode communément utilisée par la communauté utilisant des détecteurs cryogéniques, car il permet d'atteindre les meilleures performances en termes de résolution en énergie pour des conditions expérimentales données ci-dessous. Ce filtrage est appliqué dans le domaine fréquentiel, à partir de l'impulsion modèle et de la densité spectrale de bruit. Le filtre est adapté au sens que sa fonction de transfert correspond à une pondération du rapport signal sur bruit pour chaque canal de fréquence. Le filtre adapté demande une bonne estimation du bruit, notamment à basse fréquence, ce qui revient à analyser les impulsions et le bruit sur un grand nombre d'échantillons (longue durée). En outre, le signal et le bruit doivent être stationnaires, c'est-à-dire que leurs composantes fréquentielles ne changent pas au cours du temps, or les détecteurs cryogéniques sont soumis aux fluctuations de

température du bain qui peut s'apparenter à un bruit non stationnaire et elles changent la forme des impulsions. L'amplitude de l'impulsion par filtrage optimal est donnée par la relation suivante :

Équation 4-14

$$e_{FO} = \frac{\sum_{n=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}-1} \frac{\widetilde{S}_n^* \cdot v_n}{J(f_n)}}{\sum_{n=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}-1} \frac{|\widetilde{S}_n|^2}{J(f_n)}}$$

Avec \widetilde{S}_n^* la transformée de Fourier du modèle de l'impulsion normalisé à 1, J la densité spectral du bruit et v_n est la transformée de Fourier de l'impulsion détecté. La partie bleue de l'équation joue le rôle de filtre optimal. Chacune des deux méthodes a ses avantages et inconvénients. Le filtrage optimal permettra d'atteindre les meilleures résolutions, mais il est plus exigeant vis-à-vis de la stabilité des conditions expérimentales. De plus, il nécessite de longues fenêtres d'analyse au moins aussi longue que la durée des impulsions, ce qui augmente le temps mort et la probabilité d'empilement d'une autre impulsion sur la descente de l'impulsion analysée. Un autre avantage du filtrage optimal est qu'il supprime efficacement la présence de bruit à des fréquences discrètes et de ses harmoniques. L'ajustement avec une impulsion modèle tronquée réduit considérablement la fenêtre nécessaire à l'analyse de l'impulsion (environ un facteur 10), tout en conservant une assez bonne résolution, typiquement dégradée de 10% à 20% par rapport au filtrage optimal. Une fois l'amplitude des impulsions estimée par les différentes méthodes mentionnées, l'étape suivante consiste à rejeter les impulsions empilées. Comme dit précédemment, le temps mort permet d'éliminer une partie des empilements, mais non ceux présents sur la descente de l'impulsion. Un paramètre de discrimination sur la forme des impulsions est utilisé pour supprimer ces impulsions empilées : $EQM_{modèle}$. Ce paramètre est calculé comme l'écart quadratique moyen entre l'impulsion analysée et l'ajustement par l'impulsion modèle. Néanmoins, la rejection des impulsions à partir de ce paramètre est délicat, car il dépend de l'énergie des impulsions. Un autre paramètre de discrimination est le paramètre $R_{énergie}$ qui est le rapport entre le maximum de l'impulsion et sa surface. Il a l'avantage d'être pratiquement constant avec l'énergie, mais il est moins discriminant que le paramètre $EQM_{modèle}$.

Durant l'analyse de l'amplitude des impulsions, d'autres paramètres sont aussi déterminés, comme l'écart type et le niveau de la ligne de base, le temps d'arrivée du maximum de l'impulsion. Ils peuvent être utilisés pour vérifier des corrélations entre ces paramètres et l'énergie estimée des impulsions.

Une dernière étape consiste à corriger les variations d'amplitude des impulsions dues aux fluctuations de température du cryostat, notamment lors de la période de remplissage du Dewar d'hélium liquide du réfrigérateur à dilution. Ces instabilités dégradent la résolution en énergie ΔE_{FWHM} (équation 4-11).

Après cela, le spectre est construit, celui-ci est étalonné à l'aide d'une raie connue et peut enfin être exploité. L'analyse et le traitement des spectres sont réalisés avec le logiciel Colegram développé par le LNHB [122]. Ce logiciel permet de sélectionner des régions d'intérêt dans le spectre sur lesquelles sont ajustées diverses fonctions. Les fonctions ajustent des pics en énergie (fonctions de Voigt pour les pics X, gaussienne pour les raies gamma et de « Bortel » pour les pics alpha) et le fond de la région d'intérêt (fonction exponentielle et fonction constante avec une ou deux marches). Trois fonctions de coût d'optimisation peuvent être choisies par l'utilisateur : les moindres carrés, le χ^2 réduit et de

Poisson. Enfin, le logiciel permet l'étalonnage des spectres avec une fonction linéaire ou polynomiale de degré 2.

5 Résultats expérimentaux

5.1 Etude préliminaire des sources de non-linéarité des MMCs

L'objectif de cette partie est d'étudier et de comprendre les différentes sources dominantes de non-linéarité à l'aide d'un MMC existant, le MMC SMX3, et opérationnel depuis 2013 [123]. Au cours de cette étude, les non-linéarités intrinsèques du MMC ont été mesurées et comparées à celles obtenues par calcul à partir des grandeurs thermodynamiques de l'absorbeur et du senseur. Par ailleurs, l'impact sur la non-linéarité du traitement du signal et du gain du préamplificateur a été étudié [124].

Le MMC SMX3 est conçu pour la mesure d'intensités d'émission photonique [125], [126]. Il consiste en une matrice de quatre pixels d'absorbeurs bicouche or-argent, chacun d'une surface de 1 mm^2 et d'une épaisseur de $70 \text{ }\mu\text{m}$ ($16 \text{ }\mu\text{m}$ d'argent et $54 \text{ }\mu\text{m}$ d'or), Les absorbeurs sont couplés thermiquement à des senseurs Au:Er. Deux absorbeurs sont appariés sur une puce MMC couplé à un SQUID de type VC1A fournie par la société Supracon¹⁰ (figure 68), il y a donc deux SQUID et deux voies de mesure.

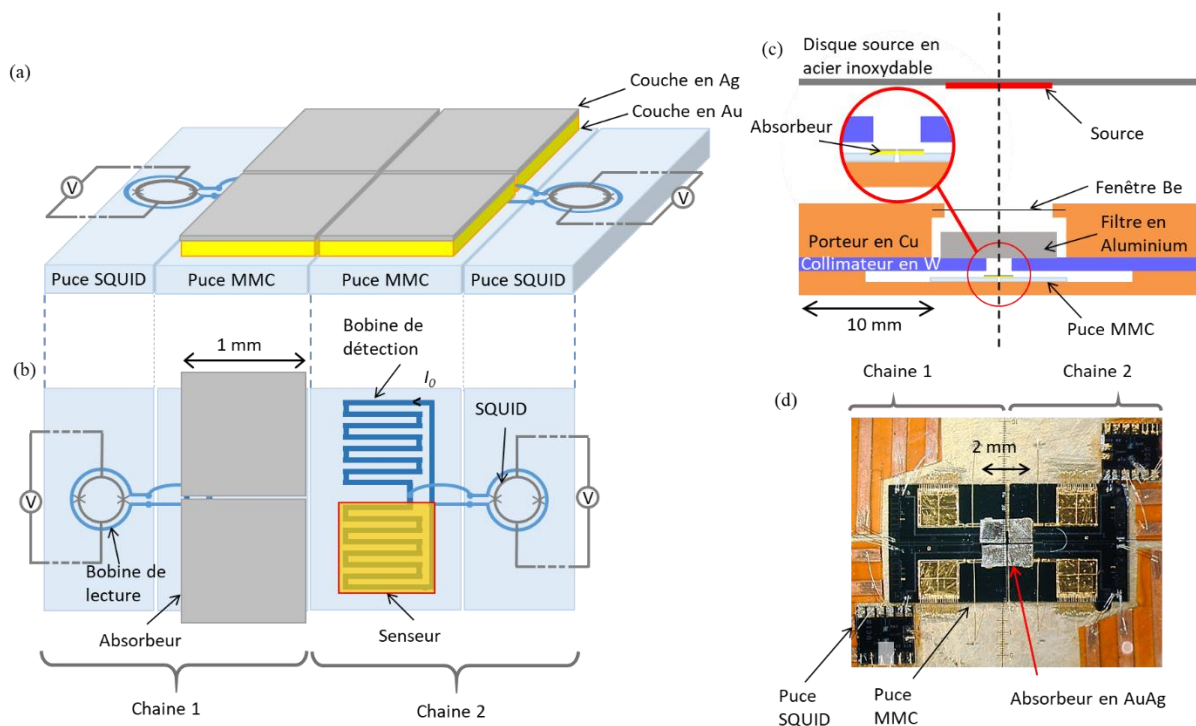


Figure 68 Représentation du MMC SMX3 avec a) et b) c) le schéma sous différents angles de vue du détecteur et d) une photo du détecteur

SMX3 a une résolution de l'ordre de 30 eV en dessous de 100 keV et peut mesurer des photons d'énergie jusqu'à 200 keV . Les constantes de temps de descente sont de 4 ms , ce qui autorise un taux de comptage au maximum de 10 coups par seconde, et les constantes de temps de montée sont d'environ $10 \text{ }\mu\text{s}$.

¹⁰ <http://www.supracon.com/en/home.html/>

L'étude consiste à mesurer à l'aide de ce détecteur les photons X et gamma inférieurs à 200 keV émis par les radionucléides suivants : ^{241}Am , ^{152}Eu , ^{210}Pb , ^{139}Ce et le ^{129}I , ayant respectivement une activité de 15 kBq, 3,9 kBq, 28 kBq, 2,1 kBq et 2,4 kBq (tableau 9). Chaque source utilisée est englobée par un disque de Mylar de 18 μm et un ruban polymère adhésif d'environ 100 μm d'épaisseur. Tous les disques sources sont empilés et placés à environ à 15 mm des absorbeurs des MMC. Un filtre en aluminium de 6 mm entre les sources et les absorbeurs bloque les électrons, notamment ceux du spectre beta du ^{210}Bi fils du ^{210}Pb jusqu'à 1,1 MeV, pour laisser passer plus de la moitié des photons ayant une énergie supérieure à 40 keV. Les cinq radionucléides sont donc mesurés en même temps à 15 mK dans un réfrigérateur à dilution durant 10 jours.

Tableau 9 Energies tabulées utilisées pour caractériser la non-linéarité de SMX3

Radionucléides	Energie tabulée	Intensité pour 100 désintégrations	Origine (X, Y)
^{241}Am	26,3446(2)	2,31	Y
	59,5409 (1)	35	Y
^{210}Pb	46,539(1)	4,2	Y
^{152}Eu	45,2886(49)	11,8	X
	40,118481(60)	37,7	X
	39,52339(10)	20,8	X
	45,4130(49)	3	X
	121,7817(3)	28,4	Y
^{129}I	29,458250(50)	20,1	X
	29,77878(10)	37,2	X
	33,62424(12)	2,3	X
	33,56320(12)	10,3	X
	39,578(4)	7,42	Y
^{139}Ce	33,03438(26)	22,8	X
	33,44212(27)	41,9	X
	37,80145(51)	3,16	X
	37,72060(68)	12,5	X
	165,8575(11)	79,9	Y
X du collimateur en tungstène	57,98177(14)	7,9	X
	59,318847(50)	13,9	X

En plus de l'étude de la non-linéarité intrinsèque propre au MMC, d'autres sources de non-linéarités ont été recherchées en effectuant des mesures avec différents gains de préamplification. Enfin, l'influence du traitement du signal sur la non-linéarité a été étudiée en appliquant cinq méthodes d'analyse pour obtenir le spectre. Ces cinq méthodes ont aussi été appliquées pour deux préfiltrages passe-bas avec des fréquences de coupure de 500 Hz et de 50 kHz.

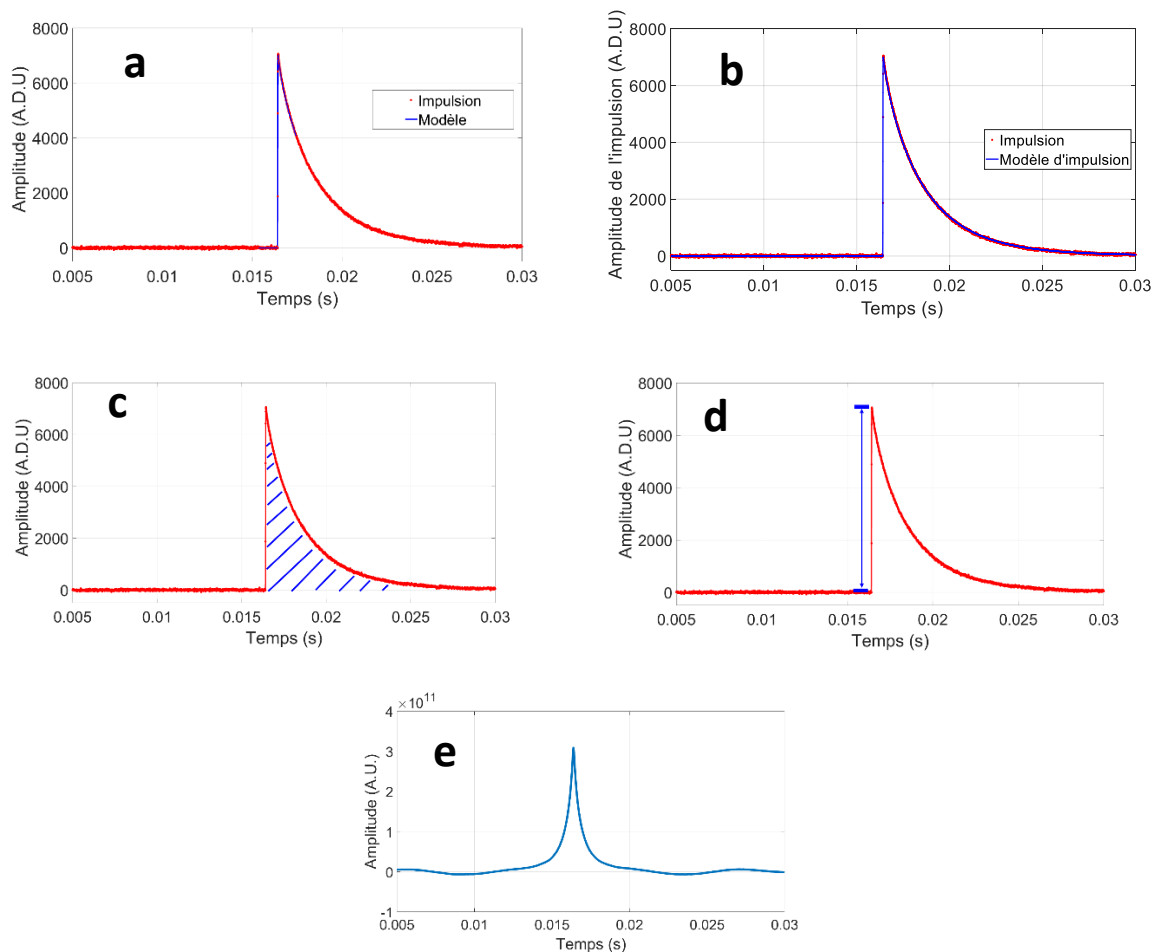


Figure 69 Les cinq méthodes de traitement du signal. a) Modèle tronqué, b) Modèle complet, c) Somme, d) Amplitude max., e) Filtre optimal

La figure 69 montre les cinq méthodes utilisées pour déterminer l'amplitude et l'énergie des impulsions. Les méthodes a) et b) utilisent une impulsion modèle représentée en bleu. Celle-ci est ajustée aux impulsions par méthode des moindres carrés (voir partie 4.5.1). La méthode a) utilise un modèle tronqué, c'est-à-dire un modèle d'une longueur d'environ 2 ms qui prend en compte la montée de l'impulsion et environ 1 ms de la descente de l'impulsion. La méthode b) utilise le modèle complet. C'est un modèle de 32 ms recouvrant toute l'impulsion. La méthode c) consiste à sommer tous les échantillons sur une fenêtre de durée de 16 ms et ainsi avoir la surface de l'impulsion. La méthode d) consiste à déterminer la hauteur de l'impulsion à partir de la valeur maximale de l'impulsion après soustraction du niveau de la ligne de base et après un filtrage passe-bas d'une fréquence de coupure de 500 Hz ou de 50 kHz. La méthode e) consiste à déterminer l'énergie en appliquant un filtre optimal (voir partie 4.5.2).

Les différents spectres ont été obtenus à partir des différentes méthodes de traitement du signal. Chaque spectre a une statistique d'environ 170000 coups et est étalonné à l'aide de la raie gamma de 59,5409 (1) du ^{241}Am . Les raies gamma sont ajustées à l'aide de fonctions gaussiennes, tandis que les pics X sont ajustés avec la fonction Voigt. Ici, la largeur des Voigt est fixée selon des valeurs recommandées [127].

Tableau 10 Résolution en énergie de deux filtres passe-bas ayant une fréquence de coupure différente pour différentes méthode de traitement du signal pour 59 keV.

Fréquence de coupure	Modèle tronqué	Modèle complet	Somme	Amplitude max.	Filtre optimal
500	67,7 eV	82,3 eV	200,8 eV	71,3 eV	59,4 eV
50000	59,3 eV	73,7 eV	/	167,6 eV	50,2

Comme l'indique le tableau 10, les différentes méthodes de traitement du signal donnent des résolutions en énergie très différentes. La méthode ayant la meilleure résolution est comme attendu celle du filtre optimal avec un filtre passe bas ayant une fréquence de coupure de 50 kHz. La méthode avec un ajustement par une impulsion modèle tronquée dégrade la résolution d'environ 20% et celle avec le modèle complet dégrade la résolution de 50% pour les raisons évoquées dans la partie 4.5. Pour la méthode du maximum et de la somme, avec une fréquence de coupure de 50 kHz la résolution est mauvaise comparée aux autres méthodes. En utilisant la surface, il n'a même pas été possible d'en extraire une résolution. Avec ces deux méthodes, le rapport signal sur bruit est fortement diminué, soit par le bruit haute fréquence pour le maximum, soit par le bruit à basse fréquence pour la surface. L'utilisation d'un préfiltrage passe-bas de fréquence de coupure de 500 Hz dégrade la résolution des méthodes utilisant le filtrage optimal et les impulsions modèles car il diminue la bande passante utile du signal située en dessous de 15 kHz environ. En revanche, ce filtre améliore significativement la résolution de la méthode du maximum d'impulsion.

Les énergies obtenues après ajustement E_m sont comparées aux énergies tabulées E_{tab} en tableau 9 pour déterminer la non-linéarité des valeurs mesurées. L'écart de linéarité est donné par $E_{écart} = E_m - E_{tab}$. Ensuite, ces écarts en fonction de l'énergie sont ajustés avec un polynôme de second ordre.

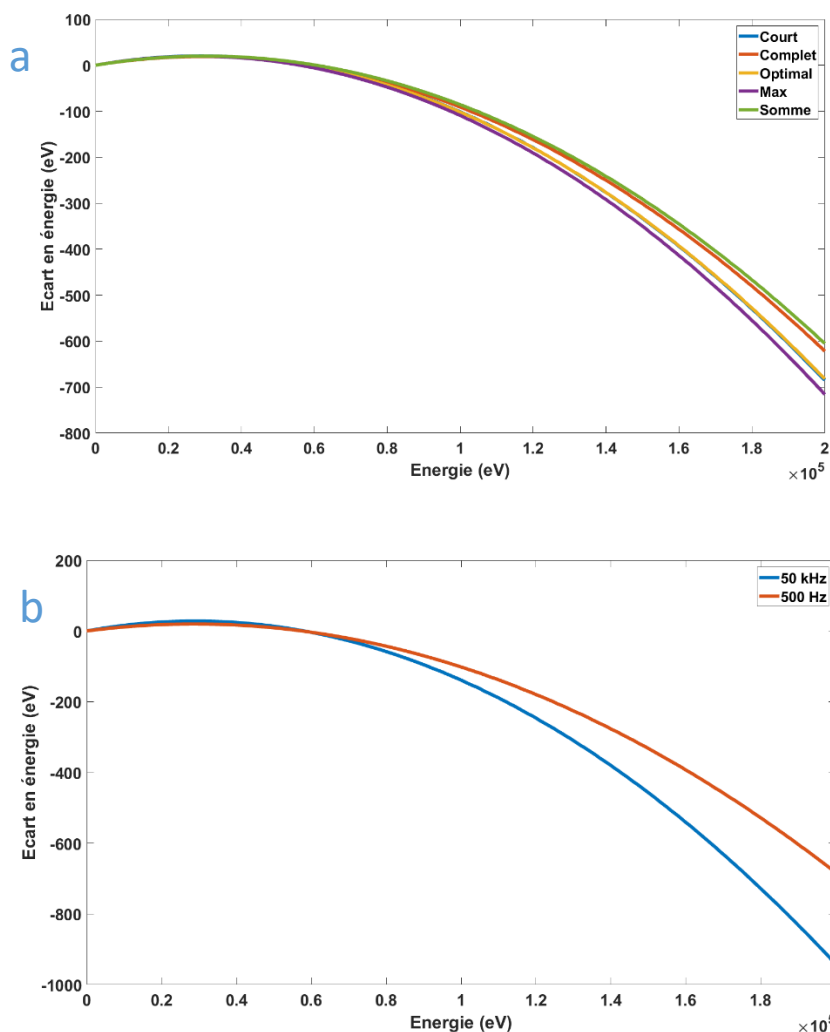


Figure 70 Ecarts de linéarité en fonction de l'énergie pour différentes méthodes de traitement des impulsions. a) graphique de la non-linéarité pour différentes méthodes de mesure de l'amplitude des impulsions b) non-linéarité en fonction de l'énergie pour deux fréquences de coupure d'un filtre passe-bas avec la méthode de traitement du signal par filtrage optimal.

La figure 70.a) représente les ajustements des polynômes sur ces écarts de linéarité pour les différentes méthodes de traitement du signal ; pour rendre la comparaison possible, il est nécessaire d'appliquer un filtre passe-bas avant l'analyse avec une fréquence de coupure de 500 Hz. En effet, sans le filtre les spectres obtenus en utilisant la surface de l'impulsion ou les valeurs maximales de l'impulsion ne peuvent pas être analysés correctement en raison d'une mauvaise résolution énergétique comme indiqué en tableau 10. Pour les analyses utilisant les maxima, le filtre optimal et le modèle d'impulsion court présentent une non-linéarité plus élevée que les analyses utilisant la surface de l'impulsion et le modèle d'impulsion complet. Cela peut s'interpréter par le fait que la surface de l'impulsion et le modèle d'impulsion complet utilisent toutes les composantes du signal, alors que les autres méthodes privilégient les composantes rapides, autour de la montée des impulsions. Or ces composantes correspondent à l'instant où le signal est le plus élevé et par conséquent lorsque le signal s'écarte le plus de la linéarité. C'est pourquoi la méthode du maximum a la plus grande non-linéarité. L'utilisation du filtrage optimal et de l'impulsion modèle tronquée ont la même non-linéarité, car elles utilisent les mêmes composantes du signal, c'est aussi pour cette raison que ces mêmes donnent des résolutions en énergie proches.

Ces explications sont confirmées par la figure 70 b) : l'application d'un filtre passe-bas de 500 Hz tend à réduire la non-linéarité, car les composantes rapides des impulsions les plus non-linéaires sont réduites. Il pourrait être envisagé de réduire la non-linéarité par l'application d'un filtre passe-bas à encore plus basse fréquence, néanmoins comme le montre le tableau 10, cela se fera au détriment de la résolution en énergie puisque que la bande passante offrant le meilleur rapport signal sur bruit est réduite par le filtrage.

La non-linéarité mesurée lors de cette expérience a été comparée à celle calculée. Nous avons choisi de comparer la non-linéarité calculée à la non-linéarité issue de la méthode du maximum d'amplitude car le calcul de l'amplitude des impulsions ne tient pas compte des composantes temporelles du signal, tout comme le maximum des impulsions, alors que les autres méthodes d'analyse de l'amplitude dépendent des composantes temporelles et fréquentielles du signal. En outre, en utilisant le maximum, on s'affranchit de la constante de temps de descente rapide due à la relaxation thermique du système vers la capacité thermique additionnelle dans l'Au:Er donnée par les moments quadripolaires de l'or. Cette capacité n'est pas calculable.

La première étape du calcul consiste à calculer l'élévation de température réelle du détecteur δT suite à un dépôt d'énergie E qui n'est pas égale à $\Delta T = E/C$, puisque C , la capacité thermique du détecteur, dépend de la température. Pour déterminer δT , il faut introduire la dépendance des capacités thermiques du senseur et de l'absorbeur respectivement en fonction de la température, respectivement $C_{sens}(T)$ et $C_{abs}(T)$, et en utilisant l'équation suivante :

Équation 5-1

$$E = \int_{T_0}^{T_0+\delta T} C(T) \times dT = \int_{T_0}^{T_0+\delta T} [C_{abs}(T) + C_{sens}(T)] \times dT$$

T_0 étant la température du détecteur à l'équilibre.

Connaissant $C_{abs}(T)$, $C_{sens}(T)$ par le calcul et E , il reste à déterminer δT . Il serait simple de résoudre analytiquement le problème avec la seule capacité de l'absorbeur qui est simplement proportionnelle à T . En revanche, avec $C_{sens}(T)$ qui est décrite par l'anomalie de Schottky, l'équation 3-20 est complexe à intégrer. Le problème a donc été résolu numériquement. Une fois δT connue, la non-linéarité de l'aimantation est prise en compte, elle n'est pas calculée par $\partial M(T)/\partial T \times \Delta T$, mais simplement par $\Delta M = M(T_0 + \delta T) - M(T_0)$.

Les grandeurs thermodynamiques C_{sens} et M utilisées sont celles tabulées et fournies par l'université de Heidelberg pour le matériau Au:Er, pour certains champs magnétiques, températures et concentrations en erbium. Ces données sont ensuite interpolées en fonction de nos conditions expérimentales (cf. partie 4.2.4).

Sans tenir compte de la problématique des non-linéarités, nous avons constaté un écart d'un facteur 1,8 entre la sensibilité calculée en Φ_0/keV et celle mesurée, plus faible qu'attendue. Pour considérer cet écart dans les calculs, nous avons supposé deux hypothèses de calcul :

- soit la sensibilité du détecteur est réduite par la présence d'une capacité thermique additionnelle (hypothèse 1) de l'ordre de 95 pJ/K s'ajoutant aux 210 pJ/K du détecteur à 15 mK.

Dans cette hypothèse, il est en revanche impossible de connaître la dépendance de cette capacité additionnelle avec la température,

- soit la température du détecteur ne correspond pas à celle mesurée par le thermomètre de la boîte à mélange (hypothèse 2). La sensibilité mesurée correspondrait à une température de 22 mK au lieu de 15 mK.

La figure 71 compare la courbe de non-linéarité expérimentale à celles obtenues avec ces deux hypothèses de calcul. La bonne concordance entre la non-linéarité expérimentale et les non-linéarités calculées confirme que l'origine principale de la non-linéarité provient des dépendances en température des quantités thermodynamiques (capacités thermiques des électrons et des spins, et aimantation). Le calcul selon l'hypothèse 2 donne un meilleur accord que celui avec l'hypothèse 1, ce qui semble confirmer un découplage thermique entre le MMC et la boîte à mélange à 15 mK. Néanmoins, la dépendance d'une potentielle capacité de 95 pJ/K en fonction de la température n'étant pas connue, l'hypothèse 1 ne peut pas complètement être exclue.

La figure 72 montre les dépendances en fonction de la température de ces quantités calculées pour le MMC SMX3. La variation d'aimantation diminue avec la température tandis que la capacité thermique totale du détecteur augmente, or le signal est le rapport entre la variation d'aimantation et la capacité thermique, ainsi le rapport aggrave la non-linéarité du détecteur. L'aimantation et la capacité thermique contribuent de manière comparable à la non-linéarité. La capacité thermique du senseur contribue à tempérer la non-linéarité puisqu'en raison de l'anomalie Schottky la capacité thermique du senseur diminue dans cette gamme de température. On pourrait envisager d'augmenter la capacité thermique du senseur par rapport à celle de l'absorbeur pour diminuer la non-linéarité, néanmoins le meilleur rapport signal sur bruit est atteint lorsque que les capacités thermiques du senseur et de l'absorbeur sont équivalentes.

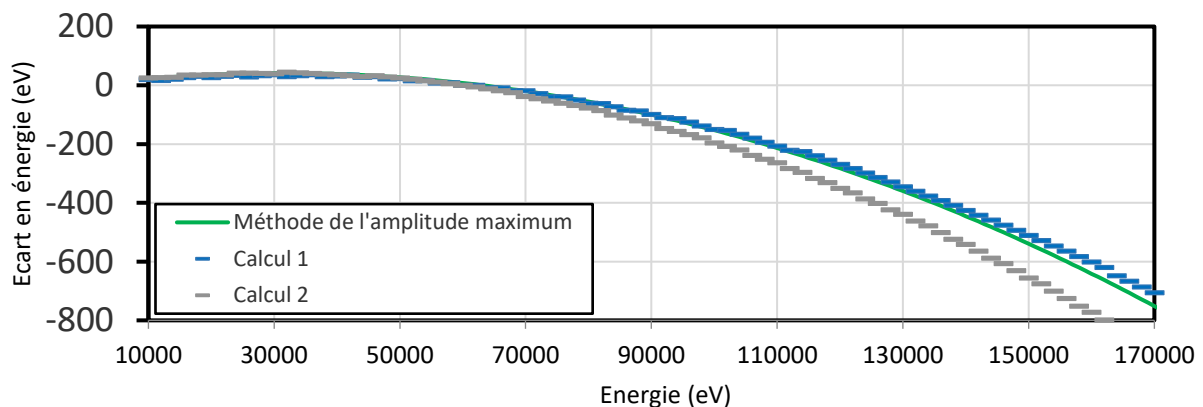


Figure 71 non-linéarité en fonction de l'énergie avec la méthode de l'amplitude maximum comparée avec les calculs basées sur les deux hypothèses 1 et 2

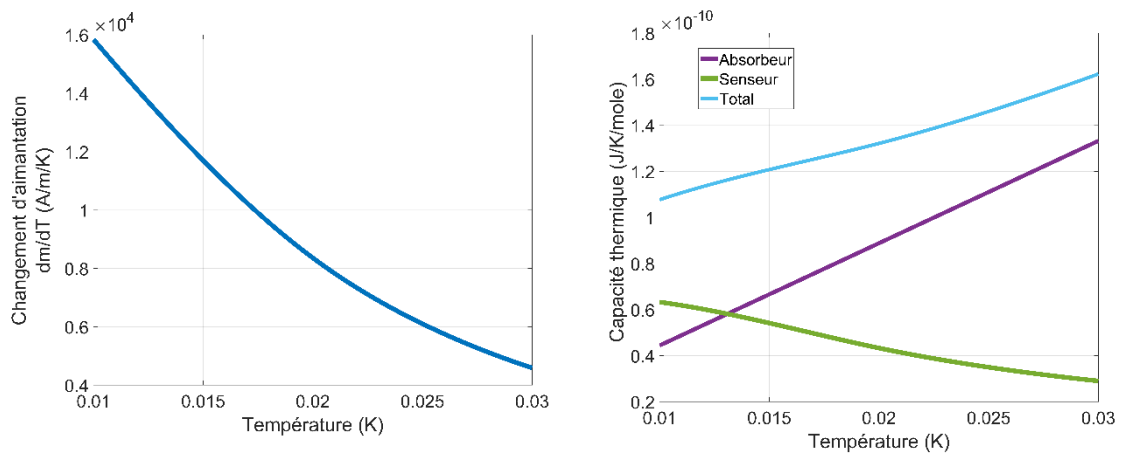


Figure 72 Dépendance des grandeurs thermodynamiques calculées pour le détecteur MMC SMX3, à gauche la dépendance de la variation d'aimantation, à droite, les capacités thermiques du senseur et de l'absorbeur.

Enfin, les non-linéarités ont été comparées pour différentes conditions d'enregistrement : pour deux pixels de SMX3 différents, enregistrés avec deux cartes d'acquisition P25M différentes, et avec des gains différents (10 et 20) pour le préamplificateur SR560. Cette comparaison permet de mettre en évidence de possibles non-linéarités d'origines électroniques, provenant du numériseur de la carte d'acquisition ou du préamplificateur SRS. La figure 73.a) représente l'écart entre l'énergie mesurée et l'énergie tabulée en fonction de l'énergie d'un pixel pour un filtre optimal et un gain de 10. Les valeurs sont ajustées par un polynôme de second degré. En dessous, en b) et c) sont tracés les résidus entre les données et l'ajustement. Pour la plupart des énergies, les résidus sont compatibles entre les deux pixels, donc les deux cartes P25M, et entre les deux gains, 10 et 20, pour le même pixel, aux incertitudes près. L'incertitude de l'écart en énergie est la somme quadratique des incertitudes de l'énergie tabulée et de l'énergie mesurée. L'incertitude de l'énergie mesurée est calculée en divisant l'écart-type du pic en énergie par la racine carrée du nombre de coups. L'écart-type du pic est la largeur à mi-hauteur du pic divisée par 2,35, le nombre de coups est l'aire du pic. L'ajustement est pondéré par un poids égal à l'inverse des incertitudes. En revanche, l'incertitude de certains résidus ne couvre pas la valeur nulle à chaque fois, ce qui veut dire qu'il y a d'autres sources de non-linéarités systématiques non identifiées ou que certaines valeurs tabulées présentent des biais.

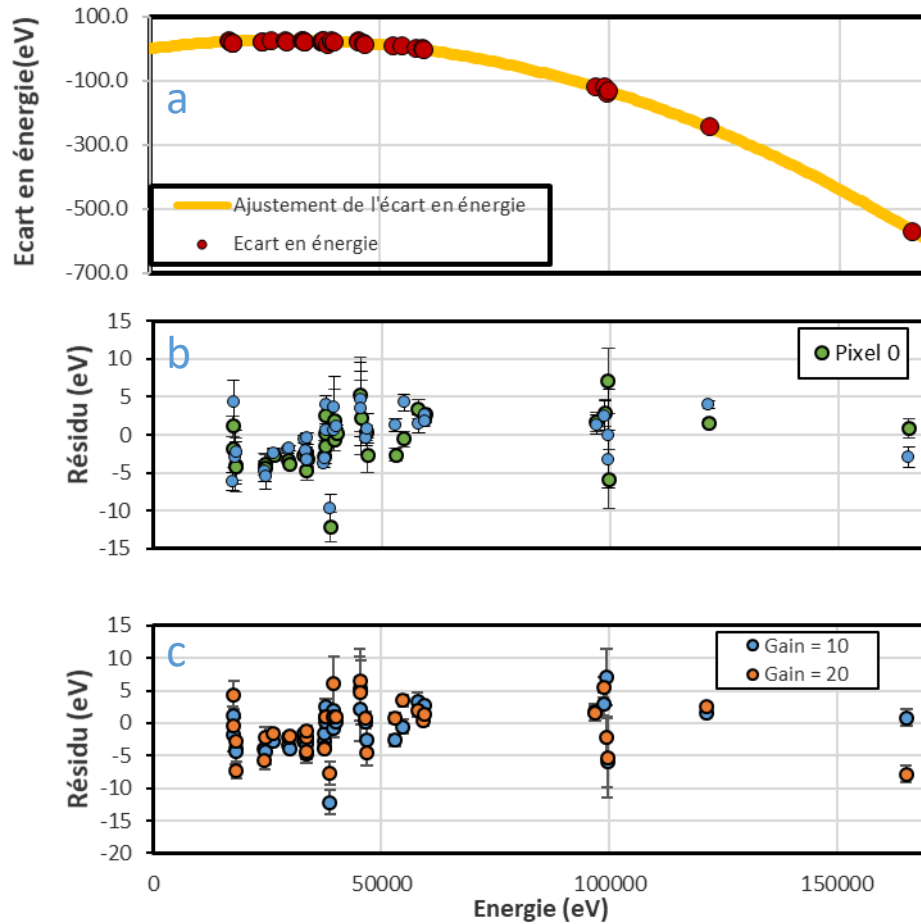


Figure 73 a) Non-linéarité en fonction de l'énergie obtenue avec le pixel 0 et la méthode du filtrage optimal avec un préamplificateur ayant un gain de 10. b) les résidus en fonction de l'énergie pour différentes cartes d'acquisition et c) pour deux gains différents. On n'observe aucun biais systématique, c'est-à-dire des résidus qui seraient systématiquement plus grand ou iraient systématiquement dans le même sens pour un pixel ou un gain donné.

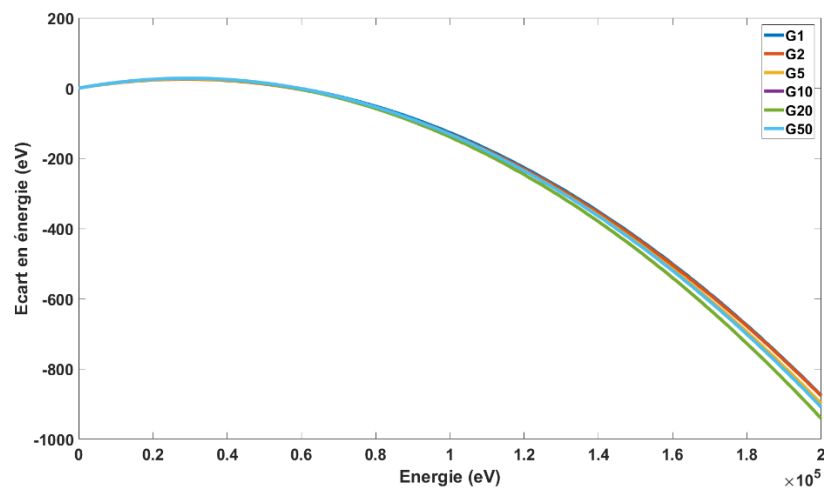


Figure 74 Graphique de la non-linéarité en fonction de l'énergie pour différents gains.

La figure 74 représente les différents ajustements de polynôme de degré 2 sur les écarts de linéarité en fonction de l'énergie pour 6 gains d'amplificateur différents avec la méthode du filtre optimal. Cette comparaison montre qu'il n'y a pas de différences significatives entre les courbes, ce qui signifie que

la non-linéarité de l'électronique n'a pas d'impact significatif au niveau de la précision actuelle. Les méthodes utilisées pour l'analyse de l'énergie des impulsions peuvent réduire la non-linéarité observée. Cependant, les meilleures résolutions énergétiques sont obtenues avec des méthodes montrant les plus grandes non-linéarités. La non-linéarité étant très bien ajustable par un polynôme de degré deux, nous considérons qu'elle peut être suffisamment bien corrigée quelle que soit la méthode d'analyse des impulsions. De ce fait, nous avons fait le choix de privilégier les méthodes qui donnent les meilleures résolutions en énergie, à savoir le filtrage optimal et l'ajustement par une impulsion modèle tronquée.

Avec les incertitudes actuelles sur les énergies mesurées, nous n'avons pas observé d'impact des non-linéarités électroniques ou de l'acquisition de données (DAQ). En comparant les résidus entre les non-linéarités expérimentales et leur ajustement avec un polynôme de second ordre, certains écarts (figure 73 b) et c)) présentent des incohérences possiblement dus à des biais sur les valeurs en énergies de photons tabulées, mais cela devrait être confirmé par des mesures supplémentaires avec une statistique plus importante et une meilleure résolution énergétique.

5.2 Mesures et détermination d'énergies X et gamma en dessous de 150 keV

Les mesures des raies X et gamma ont été réalisées sur les deux lots de mélanges de sources listés dans le tableau 7 et dont la préparation est décrite dans la partie 4.3.3. Ces mesures ont été obtenues au cours de deux descentes en froid qui seront identifiées par Run1 et Run2 respectivement pour la mesure des sources du lot 1 et du lot 2. En plus des sources différentes, les Run1 et Run2 diffèrent par les conditions de mesures et d'analyses qui vont être détaillées dans la partie 5.2.1.1.

Le détecteur a été caractérisé à partir des données du Run1 pour vérifier les performances de celui-ci et si elles sont en accord avec celles attendues. Les résultats sont dans la partie 5.

5.2.1 Conditions de mesure et d'enregistrement des données.

5.2.1.1 Condition pour le Run1

Lors de cette première expérience, les sources du premier lot ont été mesurées. La source de ^{169}Yb est en statique, c'est-à-dire qu'elle n'est pas placée sur le passeur de sources. Un échantillon de quelques mm^2 de la feuille de Tm irradiée a été découpé, il a été enfermé dans deux rubans adhésifs en aluminium et fixé avec ce même ruban sur l'ouverture du blindage en plomb. L'épaisseur de l'aluminium est de $100\ \mu\text{m}$, il laisse donc passer plus de 50% des photons supérieurs à 16 keV. Les autres radionucléides ont été mesurés successivement en quatre passages grâce au moteur cryogénique selon l'ordre suivant :

1 : ^{109}Cd - ^{57}Co , 2 : ^{210}Pb - ^{241}Am - ^{153}Gd - ^{57}Co , 3 : ^{155}Eu - ^{57}Co et 4 : ^{243}Am - ^{153}Gd - ^{57}Co .

Le ^{57}Co est donc présent dans tous les mélanges. Un courant de 50 mA a été gelé à 4,2 K dans les paires de bobines en forme de méandre avec une impulsion de courant de $100\ \mu\text{s}$ et de 3,9 mA pour ouvrir

l'interrupteur supraconducteur. Une fois le mélange condensé, le bouilleur est pompé avec la pompe turbomoléculaire et il est chauffé pour maximiser la quantité d'hélium 3 circulant dans le circuit du mélange et minimiser la température de base. Le cryostat a atteint une température de base de l'ordre de 17,2 mK contre environ 13 mK habituellement, de plus nous avons constaté que cette température était très sensible aux vibrations autour du cryostat : le fait de marcher autour du cryostat ou d'ouvrir la porte du laboratoire produisait des sursauts de température de l'ordre 100 μ K. Comme le senseur des MMC est un thermomètre très sensible, ces instabilités se répercutent sur le niveau de la ligne de base, et sur l'amplitude des impulsions mesurées. Les amortisseurs à air comprimé ont donc été utilisés lors de la mesure et ont permis d'atténuer l'amplitude des variations de température. Lors de la descente en froid qui a suivi la présente expérience, le cryostat n'a atteint que 30 mK et était encore plus sensible aux vibrations. Ce n'est qu'après que nous avons identifié le problème : un ruban adhésif de cuivre s'était décollé et produisait un pont thermique entre la boîte à mélange et l'écran thermique du bouilleur. Lors de cette acquisition, la température de la boîte à mélange n'a pas été régulée, car nous avons toujours obtenu de meilleures résolutions sans régulation plutôt qu'avec, ce qui sera vérifié ici aussi entre les Run1 et Run2.

Lors de cette mesure, sur les huit pixels installés, quatre étaient inopératoires. Pour deux d'entre eux, le problème venait du SQUID premier étage, qui avait un comportement ohmique avec le courant de polarisation, ce qui est le signe que les jonctions Josephson sont probablement détruites. Pour les deux autres pixels, le SQUID double étage fonctionnait, mais aucune impulsion n'a pu être observée, nous avons pu constater une fois l'expérience terminée que les fils de soudure par ultrason entre la bobine d'injection du SQUID et les méandres du MMC s'étaient cassés. La puce MMC et la puce SQUID ont été remplacées pour l'expérience suivante.

Un problème supplémentaire concerne le fonctionnement des SQUID de préamplification, leur caractéristique $V-\Phi$ était fortement réduite, car le fonctionnement des SQUID en série n'était pas en phase avec le flux magnétique perçu. Ce déphasage intervient lorsque les jonctions des SQUID en série sont soumis à un gradient de champ magnétique et ne voient pas le même champ. La figure 75 illustre deux caractéristiques de SQUID préamplificateur en série, l'une optimale, c'est-à-dire avec une amplitude maximale lorsque les SQUID sont en phase (à droite), l'autre dégradée et réduite lorsque les SQUID en série sont déphasés (à gauche). Une caractéristique réduite engendre un bruit blanc plus élevé et une bande passante réduite. Ce problème peut s'expliquer par un blindage électromagnétique insuffisant par le blindage en plomb, qui ne couvre pas un angle solide de 4π sr autour des MMC et des SQUID.

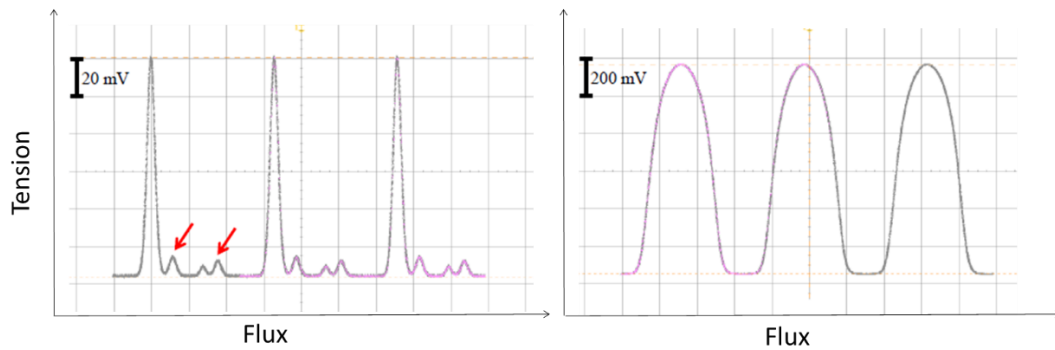


Figure 75 Caractéristiques $V-\Phi$ de SQUID préamplificateur à gauche avec un fonctionnement déphasé, due à la présence d'un gradient de champ magnétique résiduel, à droite fonctionnement des SQUID en phase¹¹.

Du fait de la configuration géométrique du premier lot de sources (4 dépôts espacés de 7 à 11 mm (figure 60) et de la distance au plus proche entre les absorbeurs et les sources, il fallait une ouverture importante dans le blindage sur une surface de 15x15 mm² et située à seulement 8 mm des SQUID. L'ouverture était fermée avec du ruban aluminium supportant l'échantillon de ¹⁶⁹Yb. L'aluminium et le plomb deviennent supraconducteurs de type I en dessous de 1,20 K et 7,2 K respectivement et expulsent le champ magnétique les traversant. Néanmoins, les SQUID en niobium deviennent supraconducteurs avant que le blindage ne le soit puisque la transition du niobium se situe à 9,3 K ; les SQUID sont donc soumis au champ magnétique terrestre à ce moment et qui peut être piégé dans les jonctions Josephson. A basse température, l'électronique à SQUID offre la possibilité de chauffer localement les jonctions pour qu'elles redeviennent normales ponctuellement et ainsi expulser le champ magnétique, mais cette fonction n'a eu aucun effet sur les caractéristiques des SQUID préamplificateurs, car le champ magnétique peut potentiellement être piégé dans le blindage en plomb.

Enfin, un autre problème rencontré est lié au niveau continu de la tension de sortie des électroniques à SQUID qui variait sur une large gamme de tension, car la température du cryostat n'était pas réglée par choix. Le niveau continu (ou niveau de la ligne de base) dépend de la température car le senseur magnétique est un thermomètre très sensible. En pratique, la configuration gradiométrique des deux senseurs couplés à un SQUID annule ces variations, mais il y a une légère asymétrie du gradiomètre afin de garder une information sur le niveau de l'aimantation et sur la température des MMC. Cette information peut être utilisée pour corriger les amplitudes des impulsions dues aux variations de température du cryostat. Un niveau continu de la tension trop élevé peut causer la saturation des plus grandes impulsions, rendant certaines raies indétectables, et perdre ainsi des données sur plusieurs jours d'acquisition ; d'autre part, nous avons constaté que le gain du préamplificateur SR560 pouvait dépendre du niveau de la ligne de base, ce qui augmente l'incertitude en rapport avec la correction de non-linéarité.

¹¹ Caractéristiques $V-\Phi$ issus du poster non publié « Flux-trapping in narrow-line Niobium dc SQUID current sensors » et présenté par J. Beyer, D. Drung, M. Fleischer-Bartsch, J.-H. Storm S. Scharinger, M. Kemmler, D. Koelle et R. Kleiner de la Physikalisch-Technische Bundesanstalt.

5.2.1.2 Conditions pour le Run2

Pour la mesure du Run2, certaines conditions de mesure ont été changées en vue d'améliorer les problèmes constatés lors du Run1. Les sources du deuxième lot ont été mesurées avec les modifications mentionnées dans la section précédente 5.2.1.1. Elles sont plus actives et quasiment ponctuelles en vue de diminuer l'ouverture dans le blindage en plomb et diminuer le champ magnétique visible par les SQUID. Cette fois-ci, la source de ^{169}Yb est une feuille d'environ 1 cm^2 de Tm irradiée, car l'activité a fortement décru entre les deux expériences Run1 et Run2 ; elle est placée au plus proche des absorbeurs, à l'intérieur du blindage en plomb. La source de ^{57}Co est en position statique, fixée sur l'ouverture du blindage en plomb à l'aide d'un ruban adhésif en aluminium de $100\ \mu\text{m}$. Les autres radionucléides sont placés sur le plateau du passeur de sources selon les mélanges et radionucléides suivants, 1 : ^{109}Cd , 2 : ^{155}Eu , 3 : $^{210}\text{Pb} - ^{241}\text{Am} - ^{153}\text{Gd}$, 4 : $^{243}\text{Am} - ^{153}\text{Gd} - ^{133}\text{Ba}$.

Un nouveau blindage en plomb a été fabriqué avec une ouverture réduite à un trou de 11 mm de diamètre, l'ouverture a été éloignée des SQUID à une distance de 35 mm . Enfin, comme le niobium est le premier matériau à devenir supraconducteur, un blindage magnétique avec un matériau haute perméabilité a été installé dans le cryostat, il permet de capter les lignes de champ de son environnement. La plupart de ces matériaux perdent de leur perméabilité à basse température, toutefois le Metglass^{®12} conserve ses propriétés jusqu'à 4 K environ. L'écran thermique cylindrique de l'étage du bouilleur a été recouvert d'une feuille de Metglass. Ces modifications du blindage ont été bénéfiques, car elles ont grandement augmenté l'amplitude des caractéristiques $V-\Phi$ des SQUID (figure 75 droite). L'amplitude de la caractéristique correspond à celle donnée par le fournisseur de SQUID. En revanche, nous n'avons pas observé de diminution du niveau de bruit blanc des SQUID.

Les puces MMC et SQUID défectueuses lors du Run1 ont été remplacées ; toutefois une des quatre puces SQUID n'était toujours pas fonctionnelle. Les trois puces MMC couplées aux trois autres SQUID sont opérationnelles, il y a donc 6 pixels sur les 8 en état de fonctionnement pour le Run2 contre 4 pour le Run1. Un courant de 60 mA a été gelé dans les bobines de lecture en méandre des MMC.

Alors que pour le Run1 la température n'était pas régulée, nous avons choisi de réguler la température de la boîte à mélange du cryostat afin de contenir le niveau de tension en continu dans une gamme de tension restreinte et ainsi éviter les saturations et les non-linéarités du préamplificateur.

Le cryostat est descendu à $15,5\text{ mK}$ puis a été régulé à 16 mK dans un premier temps, mais au fil des semaines de mesure la température de base n'a cessé d'augmenter sans raison claire, à la fin des 20 jours d'enregistrement, le cryostat a été régulé à 17 mK , car la température de base se situait autour de $16,5\text{ mK}$. L'écart-type de la température mesurée sur le thermomètre RuO_2 de la boîte à mélange est de $2,6\ \mu\text{K}$. En réalité, les fluctuations sont certainement plus importantes que $2,6\ \mu\text{K}$ d'écart-type, car la réponse du thermomètre est lente et sa température mesurée est une moyenne. La figure 76 compare, entre le Run1 et le Run2, le niveau de la ligne de base à la sortie du préamplificateur. Le Run1 sans régulation apparaît extrêmement stable en température par rapport au Run2 sur 120 s d'après la figure 76, mais le Run1 peut dériver de plusieurs centaines de $\text{m}\Phi_0$ (centaines de mV) sur la journée,

¹² <https://metglas.com/>. Nous tenons à remercier Jean-Pierre Thermeau de l'APC de l'université Paris Diderot pour nous avoir gracieusement offert un échantillon de Metglass.

alors que pour le Run2 la ligne de base restera contenue dans quelques dizaines de $m\Phi_0$ (dizaines de mV).

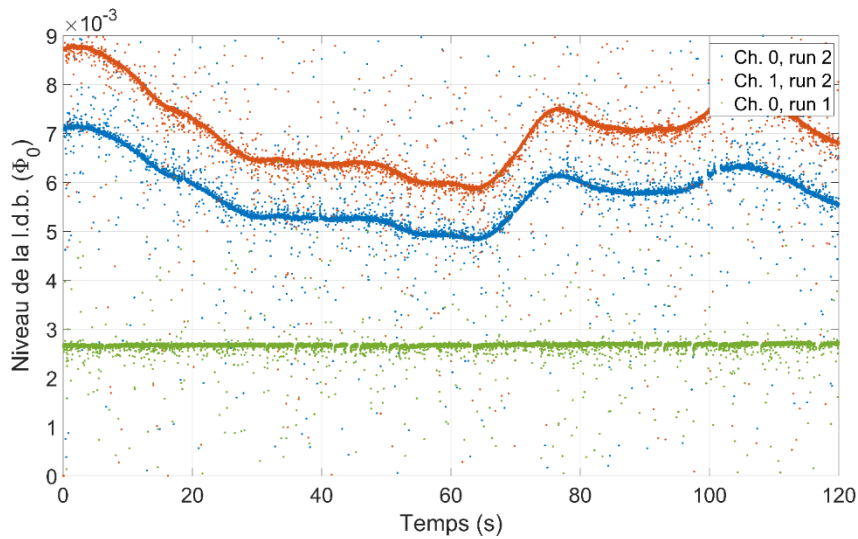


Figure 76 Comparaison du niveau la ligne de base en fonction du temps pour le Run1, en vert, (boite à mélange non-régulée) et le Run2 sur deux voies, en bleu et rouge (boite à mélange régulée). Une échelle de $1 m\Phi_0$ correspond à 25 unités analogique-numérique et à 3 mV. La carte d'acquisition échantillonne entre $\pm 2^{15}$ unités analogique-numérique et $\pm 4V$.

5.2.1.3 Conditions d'enregistrement des données

Pour le Run1, les données des 4 pixels ont été enregistrées en continu par deux voies d'une carte d'acquisition P25M pendant 19 jours ; pour le Run2, les données des 6 pixels ont été enregistrées en continu par trois voies pendant 20 jours. Elles ont été stockées sur des disques SSD à une fréquence d'échantillonnage de 500 kHz sur $\pm 4V$. L'amplificateur SRS SR560 a un gain de 10 et un filtre passe-bas avec une fréquence de coupure à 100 kHz contre le repliement de spectre. La quantité de données est de 80 Go par voie par jour.

Le passeur de sources nous a permis de changer les mélanges de radionucléides parmi les quatre sources installées tous les 3 à 5 jours environ. L'encodeur du moteur cryogénique lu par une fibre optique a permis un changement précis des sources. Cependant, la dissipation thermique était importante lors de la rotation du moteur. Le changement d'une source nécessitait de tourner le moteur d'un quart de tour en environ 5 séquences, le tout en 4 à 5 heures pour éviter de chauffer la boite à mélange au-dessus de 800 mK, car au-delà de cette température une partie du mélange dans la boite à mélange est évaporée et il faut ensuite le re-condenser. Malgré ce temps nécessaire, le passeur de source offre un gain de temps important par rapport aux précédentes expériences pour lesquelles il fallait quelques jours pour réchauffer et rouvrir le cryostat pour changer de source, puis refroidir de nouveau.

Les SQUID double étage sont réglés avec 6 paramètres : le courant de polarisation de la matrice de SQUID double étage, le courant de polarisation du SQUID premier étage, un offset de tension, un offset de flux magnétique dans le premier étage, le produit gain-bande passante et la résistance de contre-réaction. Cette dernière fixe le coefficient de conversion tension – flux magnétique. La résistance de

contre-réaction était de 7,5 k Ω pour le Run1 et de 7 k Ω pour le Run2 ; sachant que l'inverse de l'inductance mutuelle de la bobine de contre-réaction est de 42,5 $\mu\text{A}/\Phi_0$, le coefficient de conversion est de 319 mV/ Φ_0 et de 297 mV/ Φ_0 respectivement pour le Run1 et le Run2. En pratique, ce coefficient permet d'exprimer le signal en Φ_0 et le bruit en $\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$ en référence au signal dans le SQUID indépendamment du reste de l'électronique, ce qui facilite la comparaison entre différentes expériences et différents détecteurs.

Les pixels sont identifiés par la suite par Ch0+, Ch0- à Ch2+, Ch2- selon la voie enregistrée (de 0 à 2) et selon la polarité des **impulsions (« - » ou « + »**).

5.2.2 Caractérisation du détecteur et de ses pixels

Le détecteur a été caractérisé à partir des impulsions et des bruits issus des pixels du Run1. Les caractéristiques expérimentales obtenues ont été comparées à celles calculées et simulées. De plus, à partir de ces caractéristiques, les performances attendues des pixels en termes de résolution peuvent être calculées avec les impulsions moyennes et de la densité spectrale de bruit mesurée.

5.2.2.1 Caractérisation des impulsions

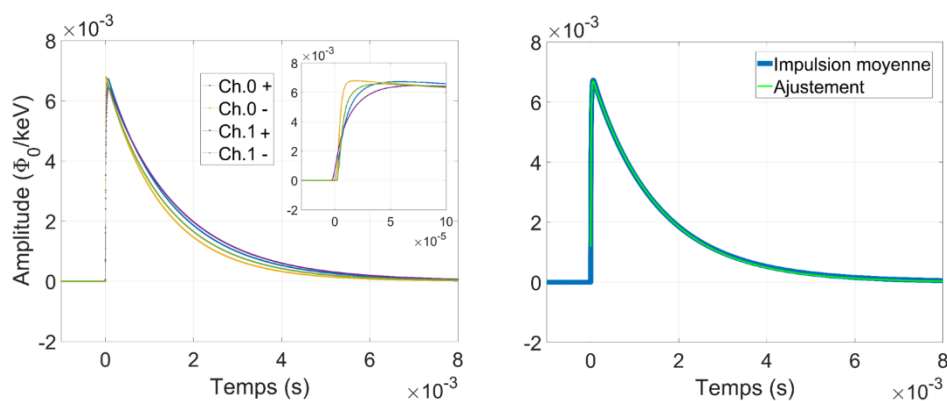


Figure 77 à gauche, impulsions moyennées obtenues sur quatre absorbeurs. A droite, impulsion moyennée pour l'absorbeur du pixel Ch.0 + et l'ajustement avec la fonction de l'équation 5-5.

La figure 77 montre les impulsions moyennées pour les quatre absorbeurs opérationnels du Run1. L'amplitude est normalisée en sensibilité, c'est-à-dire en flux magnétique Φ_0 mesuré par le SQUID par unité d'énergie déposée dans l'absorbeur. Visuellement, les quatre pixels ont des sensibilités et des constantes de temps très proches. Ceci est confirmé numériquement par l'ajustement de la fonction suivante sur les impulsions à partir de l'instant $t = 0$:

Équation 5-2

$$y = A \cdot \left(e^{-t/\tau_d} - e^{-t/\tau_m} \right)$$

La figure 77, droite, montre l'ajustement sur une des quatre impulsions moyennées. On observe un très bon accord avec l'impulsion mesurée sur toute sa durée. Les paramètres résultant des ajustements sont donnés dans le tableau 11. Les sensibilités diffèrent de quelques pourcents, cette différence entre absorbeurs peut s'expliquer :

- par la différence de masse des absorbeurs (les absorbeurs de masses proches ont été associés à une même puce)
- par l'asymétrie surfacique des deux senseurs entre les deux pixels d'une même puce MMC.
- par un courant permanent différent dans les méandres entre les pixels de deux puces MMC différentes.

Les constantes de temps de descente des pixels varient entre 1,3 ms et d'environ 1,6 ms, ce qui est proche de la valeur cible de 1 ms visée lors de la conception des puces. La différence entre les constantes de descente pourrait s'expliquer par la différence des capacités thermiques C des absorbeurs et des senseurs puisque $\tau_d = C/G$, mais cette différence de C est insuffisante par rapport aux différentes constantes observées, car les masses des senseurs et des absorbeurs ne diffèrent que de quelques pourcents. Une autre cause pourrait provenir de la conductance thermique G du lien thermique qui n'est pas suffisamment reproductible par microfabrication. Quant aux constantes de temps de montée, elles diffèrent de près d'un facteur 6,5, ce qui est certainement dû à la méthode de couplage de l'absorbeur au senseur avec de l'époxy : la quantité de colle déposée et la pression appliquée sur les absorbeurs durant la polymérisation sont mal maîtrisées et peu reproductibles.

Tableau 11 paramètres obtenus en ajustant les impulsions avec l'équation 5-2 à 16,5 mK

Pixel	Sensibilité A ($m\Phi_0/\text{keV}$)	τ_d (ms)	τ_m (μs)
Ch. 0 +	6,98	1,50	10,69
Ch. 0 -	6,82	1,29	2,33
Ch. 1 +	6,79	1,62	15,21
Ch. 1 -	6,72	1,42	5,41

La sensibilité mesurée A a été comparée à celle calculée de la même manière que dans la partie 4.2.4. Un paramètre a toutefois été ajouté, l'inductance parasite des fils de soudure ultrason entre la puce SQUID et la puce MMC connectant la bobine d'injection à la bobine de lecture. Ces fils en aluminium engendrent une ouverture non négligeable dans laquelle une partie du flux magnétique du signal est perdue. L'inductance parasite L_w a été calculée à partir de la formule suivante applicable entre deux fils distant de d_w , avec une longueur l_w et un rayon r_w :

Équation 5-3

$$L_w = \frac{\mu_0}{2\pi} \cdot l_w \cdot \left[\ln\left(\frac{d_w}{r_w}\right) + \frac{1}{4} \right]$$

Avec $r_w = 12,5 \mu\text{m}$, $d_w = 0,3 \text{ mm}$, on obtient $L_w \approx 0,4 \text{ nH}$. Cette valeur est approximative et variable et est comprise entre environ 0,2 et 0,5 nH selon le pixel. Pour certains pixels, les fils ont été croisés pour réduire l'inductance parasite. De plus il est plus avantageux d'utiliser des fils de diamètre plus large d'après cette équation, c'est pourquoi les connections ont été doublées, mais cela peut aussi apporter de la puissance thermique de la puce du SQUID vers la puce du MMC. Cette inductance parasite n'est pas négligeable par rapport aux inductances du méandre (6,8 nH) et de la bobine d'injection au SQUID (2 nH), elle réduit le signal de 4% à 9% selon que $L_w \approx 0,2$ et $L_w \approx 0,5 \text{ nH}$.

La sensibilité calculée est de $6,81 \text{ m}\Phi_0/\text{keV}$ à 17 mK , avec $L_w \approx 0,2 \text{ nH}$, un courant $I_0 = 50 \text{ mA}$, une masse d'absorbeur en or de $1,05 \text{ mg}$ (soit 66 pJ/K à 17 mK), et avec les paramètres de fabrication des puces PrimA-LTD M, ce qui est en bon accord avec les valeurs mesurées du tableau 11.

Les impulsions ont été mesurées à différentes températures ($16,5 \text{ mK}$, $17,5 \text{ mK}$, 19 mK , 22 mK et 25 mK) et ont permis de vérifier les dépendances en fonction de la température de la sensibilité et de la constante de temps de descente. La figure 78.a) montre la dépendance de la sensibilité avec la température, le bon accord entre les sensibilités mesurées et calculées à $16,5 \text{ mK}$ est vérifié jusqu'à 25 mK . Comme attendu, elle décroît rapidement ; la sensibilité perd un facteur deux entre 15 mK et 25 mK . La perte de sensibilité avec la température peut être en partie compensée en utilisant un courant plus élevé dans le méandre.

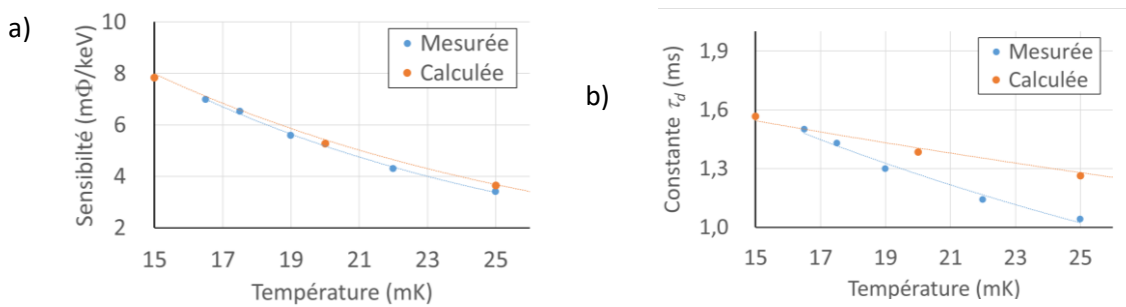


Figure 78 a) Sensibilité mesurée du pixel Ch.0+ en fonction de la température comparée à celle calculée. b) Constante de temps de descente τ_d mesurée en fonction de la température

La figure 78.b) montre la constante de temps de descente τ_d en fonction de la température extraite par des ajustements identiques à celui montré en figure 77 à droite. La constante τ_d diminue avec la température, car la conductance du lien thermique augmente plus rapidement que la capacité thermique du MMC. La constante de temps a été calculée en fonction de la température en se basant sur une constante de temps de $1,5 \text{ ms}$ à $16,5 \text{ mK}$ et en supposant que la conductance du lien thermique soit linéaire avec la température, ce à quoi on s'attend lorsque le lien thermique est métallique. On observe un désaccord en fonction de la température des constantes τ_d mesurées et calculées, ce qui laisse sous-entendre que la conductance thermique augmente plus rapidement avec la température que supposé ; c'est le cas si les phonons contribuent au transfert thermique par exemple entre le senseur et le substrat de silicium. En effet, la conductance thermique via les phonons augmente fortement avec la température en T^3 voir en T^4 selon que la conductance est limitée par la résistance thermique de Kapitza ou par le couplage électron-phonon.

5.2.2.2 Caractérisation du bruit

La densité spectrale de bruit expérimentale est obtenue par la moyenne des transformées de Fourier d'environ 10000 lignes de base (portions de signal sous les seuils de déclenchement). Elle a été comparée à celle calculée en tenant compte des contributions du bruit $1/f$ des deux senseurs Ag:Er, du bruit thermodynamique des deux pixels et du bruit du SQUID. Les mêmes paramètres du MMC que ceux utilisés pour calculer le signal ont été utilisés : inductances et caractéristiques géométriques des bobines du circuit de lecture, capacités thermiques du senseur et de l'absorbeur, courant dans les méandres, etc. Pour le bruit du SQUID, le bruit $1/f$ de $2,6 \text{ }\mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$ à 1 Hz donné par le fournisseur a

été repris ; en revanche, le bruit blanc mesuré ($0,65 \mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$) a été utilisé. Il est près du double de celui donné par le fournisseur ($\sim 0,35 \mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$). Enfin, nous avons pris pour le calcul les constantes de temps expérimentales, à savoir $\tau_d = 1,5 \text{ ms}$, $\tau_m = 5 \mu\text{s}$, qui interviennent dans le calcul du bruit thermodynamique. La figure 79 montre le résultat du bruit calculé et ses différentes composantes comparées au bruit mesuré sur les deux voies. On note un bon accord entre les différentes densités spectrales de bruit.

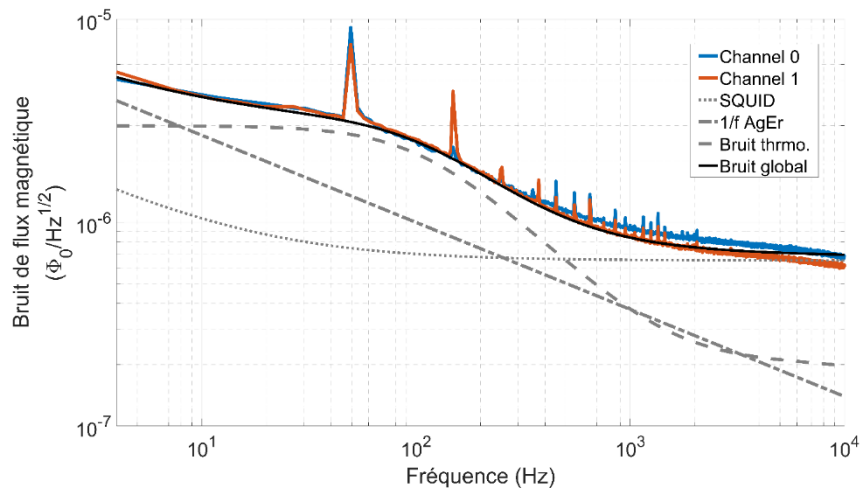


Figure 79 Densités spectrales de bruit mesurées sur deux voies comparées à la densité spectrale calculée avec les différentes composantes (en traits discontinus), à savoir celles produites par le SQUID, le bruit thermodynamique et le bruit $1/f$ du senseur

Une hypothèse pour expliquer le bruit blanc de $0,65 \mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$, plus élevé que celui donné par le fournisseur, était que le niveau de bruit était dégradé par le blindage électromagnétique insuffisant. Or, en comparant les bruits des Run1 et Run2 (figure 80), nous n'avons pas observé de diminution de niveau de bruit blanc. En revanche, il y a une importante remontée du bruit vers les basses fréquences pour le Run2, qui est sans doute causée par les variations de température de la régulation de sorte que les lignes de bases représentent une pente à l'échelle de la durée d'une impulsion (figure 76).

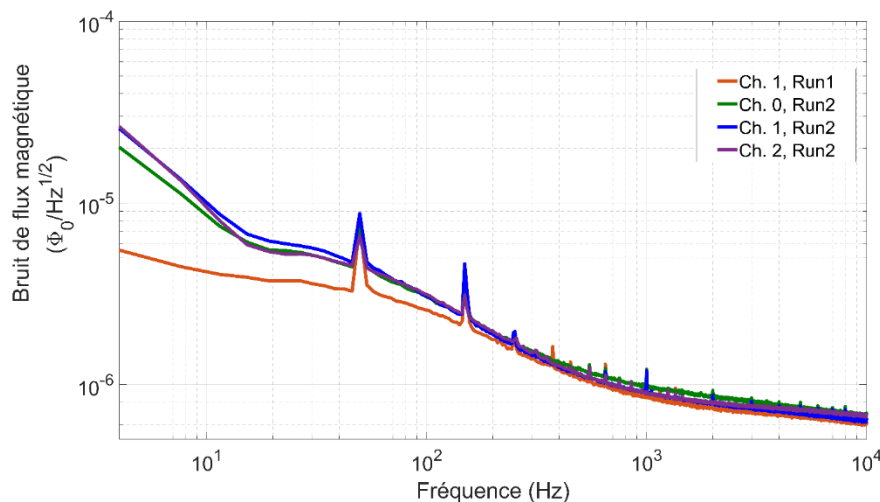


Figure 80 Densités spectrales de bruit de flux magnétique mesurées sur les trois SQUID du Run2 et comparées à celle d'un SQUID du Run1

5.2.2.3 Résolutions en énergie attendues

La résolution en énergie attendue est calculable de différentes manières, d'abord, théoriquement avec l'équation 4-9 et l'équation 4-10, pour lesquels la responsivité du signal et la densité spectrale de bruit sont calculées à l'aide des grandeurs thermodynamiques calculées et des paramètres des MMC. Seul le bruit blanc expérimental du SQUID ($0,65 \mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$) ainsi que les constantes de temps ont été utilisés : la largeur à mi-hauteur ainsi obtenue est de $\Delta E_{\text{NEP,th}} = 15,0 \text{ eV}$ pour le pixel Ch.0-. Ce calcul néanmoins ne prend pas en compte certains bruits comme le 50 Hz et ses harmoniques présentes, comme on peut le constater sur les densités spectrales de bruit expérimentales de la figure 79. Toujours en se basant sur les équations l'équation 4-9 et l'équation 4-10, la résolution peut aussi être calculée en prenant la densité spectrale de bruit et la responsivité mesurées, cette dernière étant issue de la transformée de Fourier de l'impulsion moyenne (figure 77). La résolution est alors de $\Delta E_{\text{NEP,exp}} = 15,8 \text{ eV}$. Enfin, la dernière méthode pour déterminer la résolution attendue calcule la résolution dite « ligne de base » ΔE_{LDB} . La méthode consiste à utiliser des lignes de base (portions de signal sous les seuils de déclenchement), sur lesquelles est appliqué le même filtrage que celui mis en œuvre lors de l'analyse des amplitudes d'impulsions. La résolution ligne de base est alors la largeur à mi-hauteur sur l'histogramme des valeurs d'amplitude de la ligne de base (figure 81). Cette méthode de calcul de la résolution tient compte de l'effet du filtrage sur le rapport signal sur bruit, en effet certains filtres peuvent dégrader la résolution, car ils atténuent plus le signal que le bruit dans certaines gammes de fréquence. Néanmoins, lorsqu'un filtrage adapté est utilisé, le rapport signal sur bruit est maximisé et la résolution ΔE_{LDB} doit s'approcher de $\Delta E_{\text{NEP,exp}}$. La résolution ligne de base est de $\Delta E_{\text{LDB}} = 16,0 \text{ eV}$ pour le pixel Ch.0-. La figure 81 montre les histogrammes des amplitudes de lignes de base pour les quatre pixels après filtrage adapté. A noter, que la résolution ΔE_{LDB} dépend de la durée de la fenêtre d'impulsion utilisée, plus la durée de la fenêtre est longue plus la résolution en énergie peut être améliorée, car on dispose de l'information du signal et du bruit aux très basses fréquences. Néanmoins les gains peuvent être marginaux car à basse fréquence le bruit $1/f$ du senseur augmente et réduit le rapport signal sur bruit (figure 56). Les résolutions $\Delta E_{\text{NEP,exp}}$ et ΔE_{LDB} , ont été calculées avec une fenêtre de 8192 échantillons, soit 8,2 ms de ligne de base et 8,2 ms d'impulsion. Une fenêtre quatre fois plus longue de 32 768 échantillons permet d'améliorer la résolution ΔE_{LDB} à 15,1 eV contre 16,0 eV pour Ch.0-. En revanche, choisir une fenêtre de 32 768 échantillons augmente considérablement le temps mort, il passe de 10% à plus de 30% sans tenir compte du taux d'empilement qui augmente aussi. L'incertitude sur l'énergie étant proportionnelle à la résolution et inversement proportionnelle à la racine du nombre d'événements dans le pic, l'utilisation d'une fenêtre plus longue est défavorable pour l'incertitude de l'énergie mesurée.

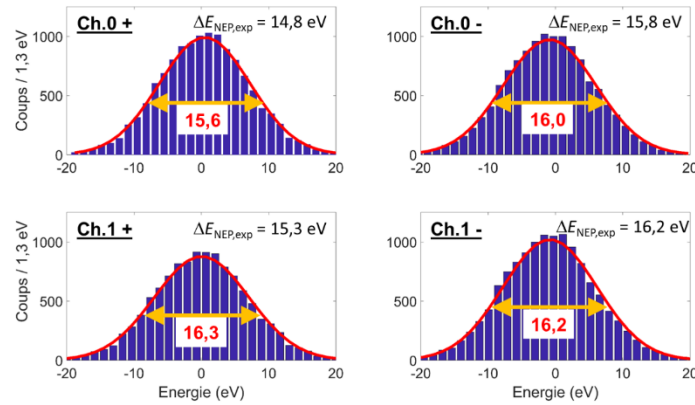


Figure 81 Histogramme de l'amplitude en énergie mesurée sur quelques milliers de lignes de base pour les quatre pixels. La valeur de la résolution déterminée avec la NEP (équation 4-9), $\Delta E_{NEP,exp}$, est indiquée pour comparaison.

5.2.3 Corrections des fluctuations de température

Au regard du pouvoir de résolution recherché de quelques milliers, il est indispensable de corriger l'amplitude des impulsions des variations de température, et ce, d'une part quelles que soient les conditions de température de la boîte à mélange du cryostat, avec ou sans régulation de température, et d'autre part quelles que soient les méthodes de filtrage utilisées pour estimer l'amplitude des impulsions. Ces méthodes sont détaillées dans cette section.

Les fluctuations des amplitudes des impulsions causées par les fluctuations de température résultent de deux contributions, d'une part par la sensibilité du détecteur et d'autre part par la constante de temps de descente qui toutes deux varient avec la température (figure 78). D'après la figure 78.a la sensibilité varie de l'ordre de $0,46 \mu\Phi_0/\text{keV}/\mu\text{K}$, ainsi des fluctuations de la température avec un écart-type de $2,6 \mu\text{K}$, comme observé sur la sonde de la boîte à mélange régulée, engendrent un écart-type de 10 eV sur les énergies mesurées à 59,54 keV, équivalent à l'écart-type de la résolution souhaitée. Comme la température de la boîte à mélange du Run1 et du Run2 est respectivement non régulée et régulée, les méthodes de correction des amplitudes sont différentes et décrites ci-dessous.

5.2.3.1 Correction pour le Run1

Lors de cette acquisition, la température de la boîte à mélange n'a pas été régulée, de plus elle était très sensible aux vibrations. La figure 82 montre sur une durée de près de 3,5 jours les dérives de la température du cryostat, les niveaux de lignes de base et les amplitudes des impulsions des photons de 122 keV pour deux pixels. Il y a une évidente corrélation entre les différents graphes :

- Entre 0,7 et 1,5 jours, la température du cryostat augmente lentement, de même que les niveaux de ligne de base des deux pixels, et l'amplitude des impulsions diminue,
- De même, à 3,4 jour, il y a un sursaut de température du cryostat notable sur la ligne de base et sur les amplitudes d'impulsions

Néanmoins ces corrélations sont rompues dans certains cas :

- Entre 1,5 et 3,3 jours, sur la figure 82.a la température du cryostat semble augmenter légèrement, mais cette tendance n'est pas observée sur la ligne de base du pixel (Ch.1 +) (figure 82.b), ni sur

l'amplitude des impulsions (figure 82.c). Cela peut provenir d'un artefact de mesure de la température comme la thermalisation très longue du thermomètre RuO₂.

- Sur le niveau de la ligne de base (figure 82.b), on observe des sortes d'impulsions (qui ne sont pas visibles sur les autres graphes (figure 82.a et figure 82.c). De plus, alors que les niveaux de la ligne de base entre les deux pixels suivent la même dérive entre 0,7 et 1,9 jours, la ligne de base du pixel (Ch.0 +) présente des sauts qui ne sont pas observables sur l'autre pixel (Ch.1+), sur les amplitudes d'impulsion et sur la température. L'origine de ces instabilités de ligne de base n'est pas clair. Il pourrait s'agir d'un changement brusque du flux magnétique constant vu par le SQUID

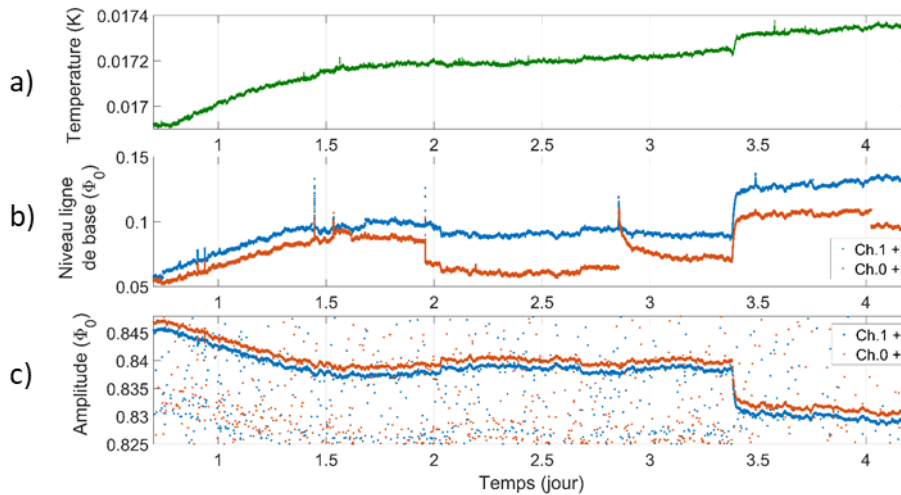


Figure 82 Dérive en fonction du temps, de la température du cryostat, du niveau de ligne de base et de l'amplitude des impulsions pour deux pixels (Ch.0 + et Ch.1 +).

Les dérives de température entraînent des dérives d'amplitude de plusieurs pourcents (figure 82.c), il est évident qu'il est indispensable de corriger ces dérives pour atteindre une excellente résolution. La dérive est corrigée en créant une fonction modèle de la dérive $f_{temp.}(t)$. Elle est modélisée à partir de la dérive des amplitudes, Ai_{ref} , des impulsions de 63 keV du ¹⁶⁹Y. La fonction $f_{temp.}(t)$ peut-être un polynôme ou une fonction spline ajustée sur la dérive des amplitudes de référence Ai_{ref} en fonction du temps (figure 83). L'ensemble des amplitudes des impulsions Ai , pour toutes les énergies, est corrigé de la dérive par l'équation :

Équation 5-4

$$Ai_{corr.} = Ai/f_{temp.}(t)$$

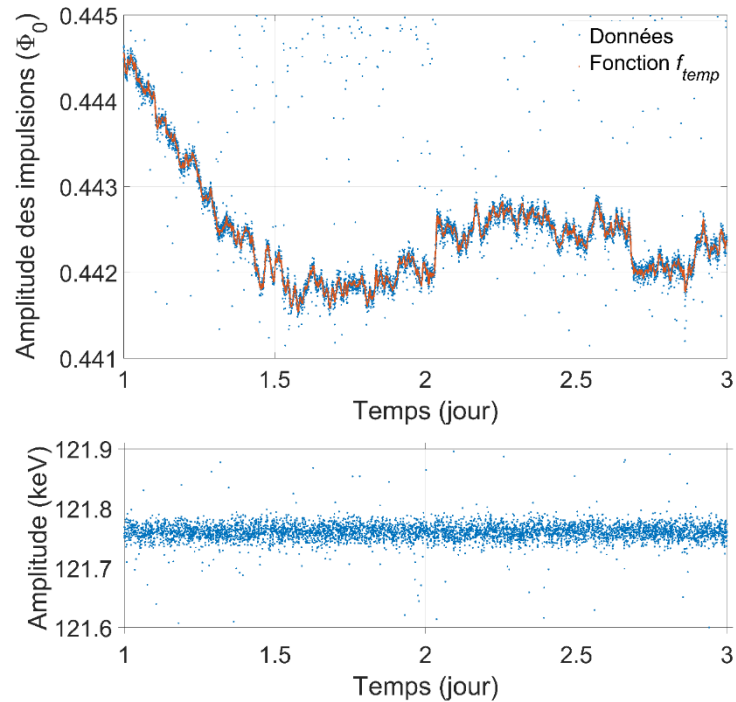


Figure 83 En haut, amplitudes $A_{i_{ref}}$ des impulsions des photons de 63 keV utilisées comme référence et la fonction spline f_{temp} ajustée sur ces amplitudes. En bas, les amplitudes $A_{i_{corr}}$ des impulsions des photons de 122 keV après correction de la dérive avec la fonction f_{temp} , et équation 5-4

Cette méthode de correction est applicable si :

- 1- il y a suffisamment d'évènements dans la raie de référence pour « échantillonner » les fluctuations de température.
- 2- le détecteur est suffisamment linéaire sur la gamme en énergie mesurée.
- 3- il n'y a pas d'autres sources de non-linéarité.

Ces trois critères sont respectés pour les pixels Ch0.+ , Ch0.- et Ch1.+ , mais pas sur le pixel Ch1.- . En effet, sur ce dernier, après correction de la dérive à l'aide de la raie de 63 keV, on observe des dérives importantes à mesure que la raie observée s'éloigne de la raie de référence (par exemple à 14 keV ou 122 keV). Une autre source de non-linéarité a été identifiée, puisque lorsque que l'on trace l'amplitude des photons de 122 keV en fonction du niveau de la ligne de base, une autre dérive indépendante de la température est observable (figure 84). Une hypothèse à cette dérive est une non-linéarité du gain du préamplificateur en fonction du niveau de la ligne de base de l'impulsion. C'est aussi pour cette raison que nous avons fait le choix de réguler la température lors du Run2, pour maintenir le niveau de la ligne de base à un niveau globalement constant et éviter cette non-linéarité du préamplificateur.

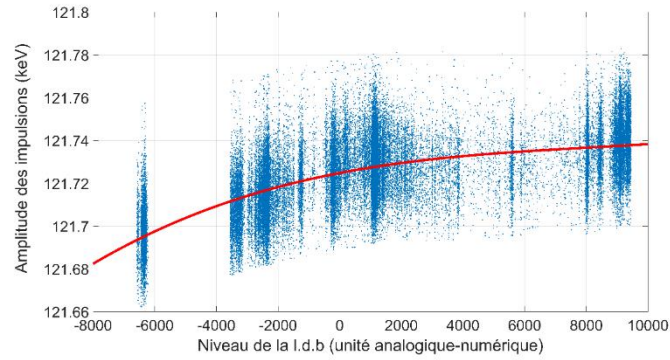


Figure 84 amplitude des impulsions de 122 keV du pixel Ch1.-. en fonction du niveau de la ligne de base après correction de la dérive en température sur la raie de 63 keV.

5.2.3.2 Correction pour le Run2

Lors de l'acquisition du Run2, la température de la boîte à mélange a été réglée. Néanmoins la régulation engendre des fluctuations relativement rapides de la température, comme l'a montré la figure 76 et la figure 56. La figure 85 .b) montre l'amplitude des impulsions de 122 keV en fonction du temps avant correction de la dérive de température, la résolution est alors d'environ 630 eV. Le taux de comptage des pixels est insuffisant pour observer les fluctuations de température rapides. Il n'est donc pas possible d'appliquer la méthode de correction utilisée pour le Run1. En revanche, lorsqu'on trace l'amplitude des impulsions A_i en fonction du niveau de la ligne de base N_{ldb} (figure 86), il y a une corrélation linéaire entre ces deux paramètres liée aux fluctuations de température bien qu'invisibles en fonction du temps sur le niveau de la ligne de base (figure 85.a) et sur les impulsions (figure 85.b). La corrélation est ajustée par une droite $A_i = a_{temp.} \times N_{ldb} + b_{temp.}$ (figure 86), les amplitudes corrigées sont données par :

Équation 5-5

$$A_{i_{corr.}} = A_i / (a_{temp.} \times N_{ldb} + b_{temp.})$$

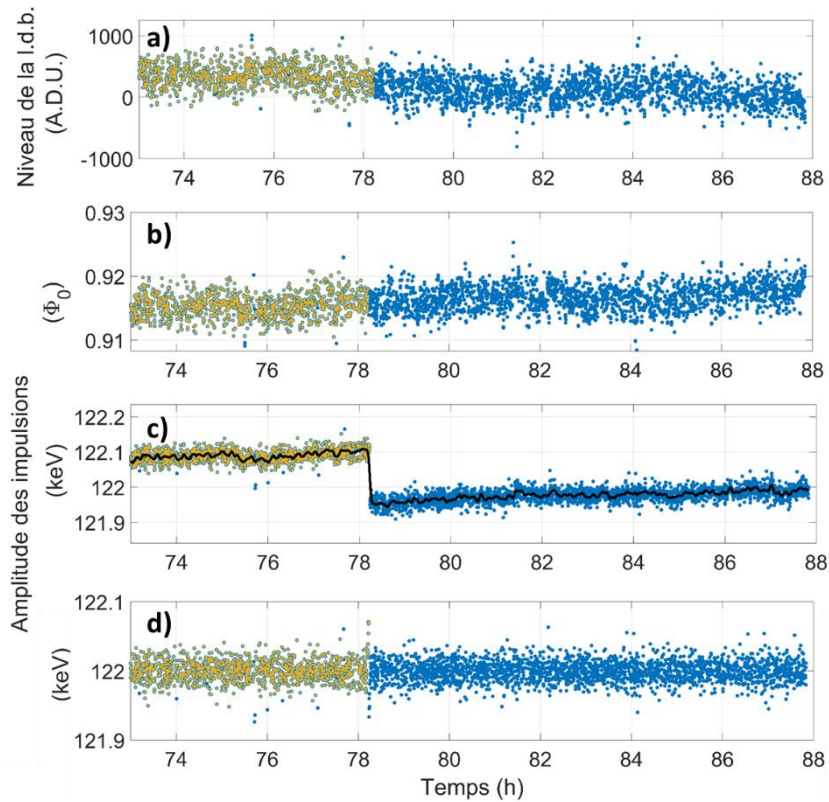


Figure 85 a) Niveau la ligne de base N_{ldb} d'impulsions de 122 keV en fonction du temps. b) Amplitudes d'impulsions A_i de 122 keV avant correction. c) Amplitude des impulsions $A_{i_{corr}}$, une fois corrigée par l'équation 5-5. d) Amplitude des impulsions $A_{i_{corr}}$, une fois corrigée par l'équation 5-5 puis l'équation 5-4. Ces graphes concernent les données du pixel Ch.1+. Les points oranges correspondent aux points utilisés pour l'ajustement de l'équation 5-5 (figure 86).

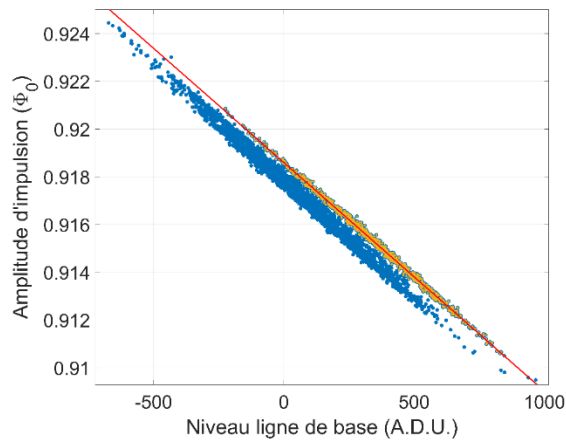


Figure 86 Corrélation entre l'amplitude des impulsions A_i de 122 keV et leur niveau de la ligne de base N_{ldb} , et en rouge, l'ajustement linéaire de l'équation 5-5 appliqué sur les données en orange (équation 5-5).

La figure 85.c) montre l'amplitude des impulsions corrigée $A_{i_{corr}}$, par le niveau de ligne base N_{ldb} . On remarque un saut brusque. Ce saut provient de sauts de la ligne de base, mais qui n'est pas visible sur la figure 85. a), car il est noyé dans les fluctuations causées par la régulation en température. L'origine de ces sauts, indépendants de la température n'est pas claire, il pourrait s'agir de changements

brusques mais infimes du courant dans le méandre ou de l'une des inductances des bobines du transformateur de flux, mais le mécanisme reste inexpliqué. Ce saut est aussi observable sur la figure 86 puisqu'on peut distinguer deux populations de données parallèles. Lors de ces sauts, le paramètre $a_{temp.}$ est conservé, mais pas le paramètre $b_{temp.}$ Pour corriger ces sauts, une seconde fonction de correction spline $f_{temp.}(t)$ est appliquée sur les amplitudes $Ai_{corr.}$ en utilisant l'équation 5-4 comme pour le Run1. La figure 85.d) montre le résultat de ces corrections sur la raie de 122 keV avec une résolution de 26,3 eV sur la portion présentée contre 630 eV sans correction de température.

5.2.4 Amplitudes et énergies des impulsions

5.2.4.1 Seuils de déclenchement des impulsions

Pour détecter la position des impulsions des enregistrements du Run1 et du Run2, le signal est fortement filtré avec un passe bande de fréquences de coupure de 300 Hz et 700 Hz. Ce filtrage n'est pas optimisé pour le plus faible seuil, mais il permet de détecter un maximum d'impulsions, y compris des impulsions empilées. Pour notre application, nous ne cherchons pas à obtenir le plus faible seuil. Les impulsions qui nous intéressent ont quelques dizaines de keV. Les seuils de déclenchement positifs et négatifs ont été positionnés à une valeur équivalent à 50 eV (figure 87). Les instants auxquels le signal filtré passe au-dessus (t_{start}) et au-dessous (t_{stop}) des niveaux de déclenchement sont enregistrés. Une fois la détection des évènements faite, il y a respectivement 16,4 et 16,9 évènements par seconde par voie (deux pixels). L'application du temps mort reconductible réduit le nombre d'évènements par seconde à 7,4 et 7,8, non pas à cause du pourcentage du temps mort même, mais parce qu'une même impulsion peut déclencher plusieurs fois, d'une part à cause de l'« undershoot » créé par le filtrage et d'autre part par le bruit qui peut re-déclencher les seuils de déclenchement. Le pourcentage de temps mort est relativement faible, de 9,7%, ce qui signifie que le détecteur n'est pas beaucoup occupé et que le taux de comptage est modéré par rapport aux constantes de temps des impulsions.

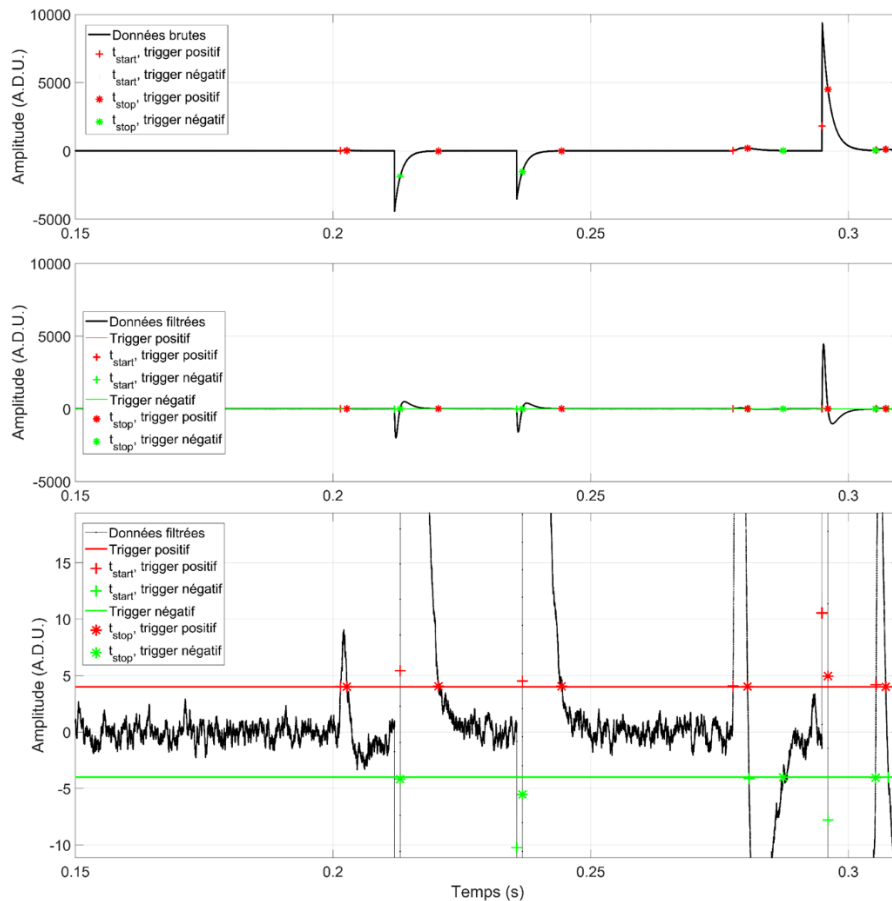


Figure 87 En haut, flux de données brutes enregistré sur environ 150 ms. Au milieu, mêmes données après filtrage du passe-bande pour le déclenchement des impulsions. En bas, zoom sur le flux de données avec les seuils de déclenchement. Les points en croix et en étoile indiquent les horodatages du déclenchement comme indiquée par la légende.

5.2.4.2 Mesure de l'énergie des impulsions et résolution en énergie

Comme nous l'avons décrit dans les parties 4.5 et 5.1, il existe différentes méthodes pour extraire l'amplitude des impulsions équivalentes à l'énergie absorbée. La méthode offrant la meilleure résolution dans la condition d'un bruit stationnaire est le filtrage optimal. La figure 88 montre la résolution en énergie obtenue par filtrage optimal sur une fenêtre d'analyse de 8192 échantillons (16,4 ms) et par l'ajustement d'une impulsion modèle tronquée de 768 échantillons (1,54 ms). Pour les deux expériences, le filtrage optimal permet d'atteindre une meilleure résolution que l'impulsion modèle d'environ 10%-15% à basse énergie en dessous de 30 keV. Dans tous les cas de figure, la résolution se dégrade avec l'énergie ; néanmoins pour le Run2, elle se dégrade beaucoup plus fortement avec le filtrage optimal qu'avec l'application d'une impulsion modèle. La raison en est que la régulation en température introduit des fluctuations de ligne de base relativement rapides, comme l'a montré la figure 76. Ces fluctuations sont équivalentes à un bruit non stationnaire aux basses fréquences qui ne sont pas filtrées par le filtrage optimal. La méthode de l'impulsion modèle est moins sensible à ces fluctuations basse fréquence, car la fenêtre d'analyse est de seulement 1,54 ms contre 16,4 ms pour le filtrage optimal. De plus, avec filtrage optimal les pics en énergie des spectres du Run2 présentent une traine à gauche avec une contribution croissante avec l'énergie. Cette traine est nettement moins visible avec l'utilisation d'une impulsion modèle.

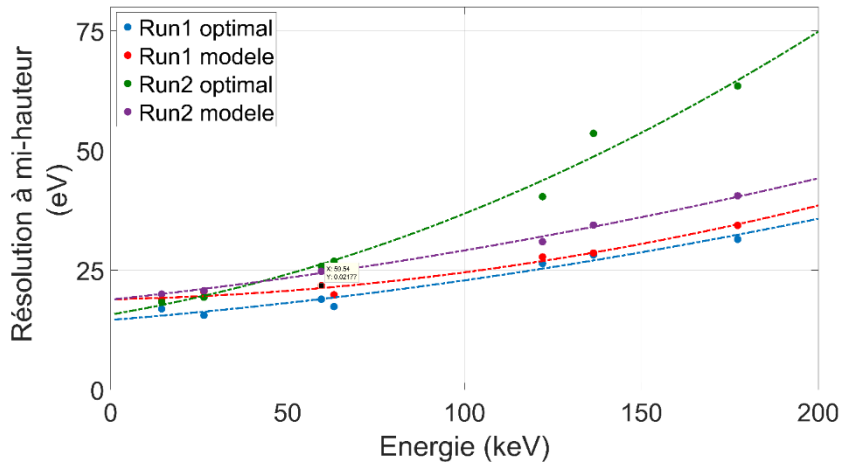


Figure 88 Résolution en énergie sur des pics gamma à mi-hauteur en fonction de l'énergie, pour les Run1 et Run2 et pour deux méthodes d'analyse d'amplitudes d'impulsion, par filtrage optimal et par une impulsion modèle tronquée.

Le filtrage optimal sur une fenêtre de 8192 points (16,4 ms) a été utilisée pour le Run1 et une impulsion modèle tronquée de 768 échantillons (1,54 ms) a été utilisée pour le Run2.

A noter, que la meilleure résolution obtenue est de $\Delta E_{FWHM} = 15,5$ eV à 14 keV, ce qui est égale à la résolution ligne de base et est très proche des résolutions calculées à partir de la NEP calculée dans la partie 4.2.4. Les meilleurs pouvoirs de résolution donnés par $E / \Delta E_{FWHM}$ sont obtenus à 177 keV pour le Run1 (raie gamma de ^{169}Yb) et à 356 keV pour le Run2 (raie gamma de ^{133}Ba), respectivement environ 4900 (soit $\Delta E_{FWHM} = 36$ eV) et environ 5500 (soit $\Delta E_{FWHM} = 65$ eV). Ces pouvoirs de résolution sont parmi les meilleurs jamais obtenus en spectrométrie de photons par dispersion d'énergie. A notre connaissance, seule les références [113] et [31] fait mention d'un meilleur pouvoir de résolution de 10 eV à 59.54 keV avec des MMC. A titre de comparaison, le meilleur pouvoir de résolution obtenu sur les raies $X K\alpha$ du Mn (source de ^{55}Fe) à 5,9 keV qui sont souvent utilisés comme raie de référence dans le domaine des détecteurs cryogéniques est de 4700 (soit 1,25 eV) [111].

5.2.4.3 Réjections des empilements et autres évènements anormaux

Parmi les évènements détectés au-dessus des seuils de déclenchement, certains sont à rejeter. On peut en distinguer ces principaux types :

- les impulsions empilées, l'impulsion détectée se trouve sur la descente d'une impulsion précédente, ou une nouvelle impulsion survient sur sa descente,
- les évènements thermiques parasites qui correspondent à des interactions de photons hors de l'absorbeur, dans le senseur ou dans son entourage proche (lien thermique, ou puce de silicium par exemple),
- les évènements saturés.

S'ils ne sont pas rejetés, ces évènements vont venir polluer les spectres soit sous forme d'un fond continu, soit sous forme de structures spectrales pouvant interférer avec les pics d'intérêt.

L'application d'un temps mort reductible élimine en amont les impulsions dont la ligne de base se trouve sur la descente d'une impulsion précédente. D'autres événements sont rejetés sur la base de paramètres mesurés sur les impulsions. Les paramètres utilisés sont :

- La racine du carré moyen de la ligne de base LDB_{RMS} avant filtrage, utilisée pour supprimer les impulsions dont la ligne de base coïncide avec la descente d'une impulsion précédente. Ce paramètre procède à la même rejection que le temps mort reductible.
- La position du maximum t_{max} de l'impulsion, si la position n'est pas centrée sur la fenêtre d'analyse de l'impulsion¹³, c'est-à-dire juste après la montée de l'impulsion, c'est qu'il s'agit d'un empilement.
- La valeur du maximum A_{max} de l'évènement avant filtrage, si cette valeur est de -32768 ou 32767 en unité analogique-numérique (A.D.U. en anglais), correspondant à - 15 bits ou + 15 bits, c'est qu'il s'agit d'une saturation du convertisseur analogique numérique.
- l'erreur quadratique moyenne $EQM_{modèle}$ calculée entre l'impulsion moyenne (ou modèle) ajustée et l'impulsion mesurée. C'est le paramètre sur lequel est réalisée la majorité des réjections. Ce paramètre peut à lui seul suffire à procéder aux réjections, les réjections sur t_{max} , A_{max} et LDB_{RMS} sont redondantes avec celles sur $EQM_{modèle}$. Lorsque que le filtrage optimal est utilisé, $EQM_{modèle}$ est calculée à partir d'une impulsion moyenne de 8192 points,
- le paramètre $R_{énergie}$ qui est le rapport l'énergie déterminée par filtrage adaptée et l'énergie déterminée avec une impulsion modèle tronquée.

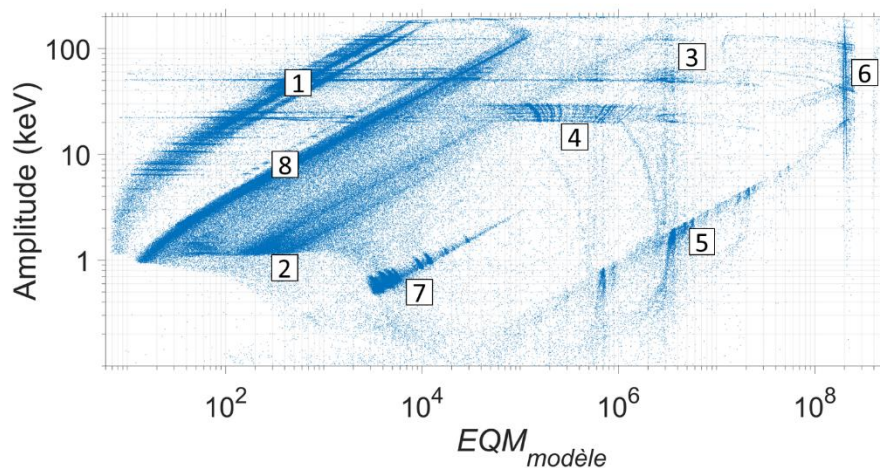


Figure 89 Amplitude en fonction du paramètre $EQM_{modèle}$ déduit de l'ajustement de l'impulsion moyenne sur l'impulsion mesurée pour le pixel Ch. 0+.

¹³ Dans nos routines d'analyse, une fenêtre d'analyse comporte pour moitié la ligne de base et pour l'autre moitié l'impulsion ou une partie de celle-ci.

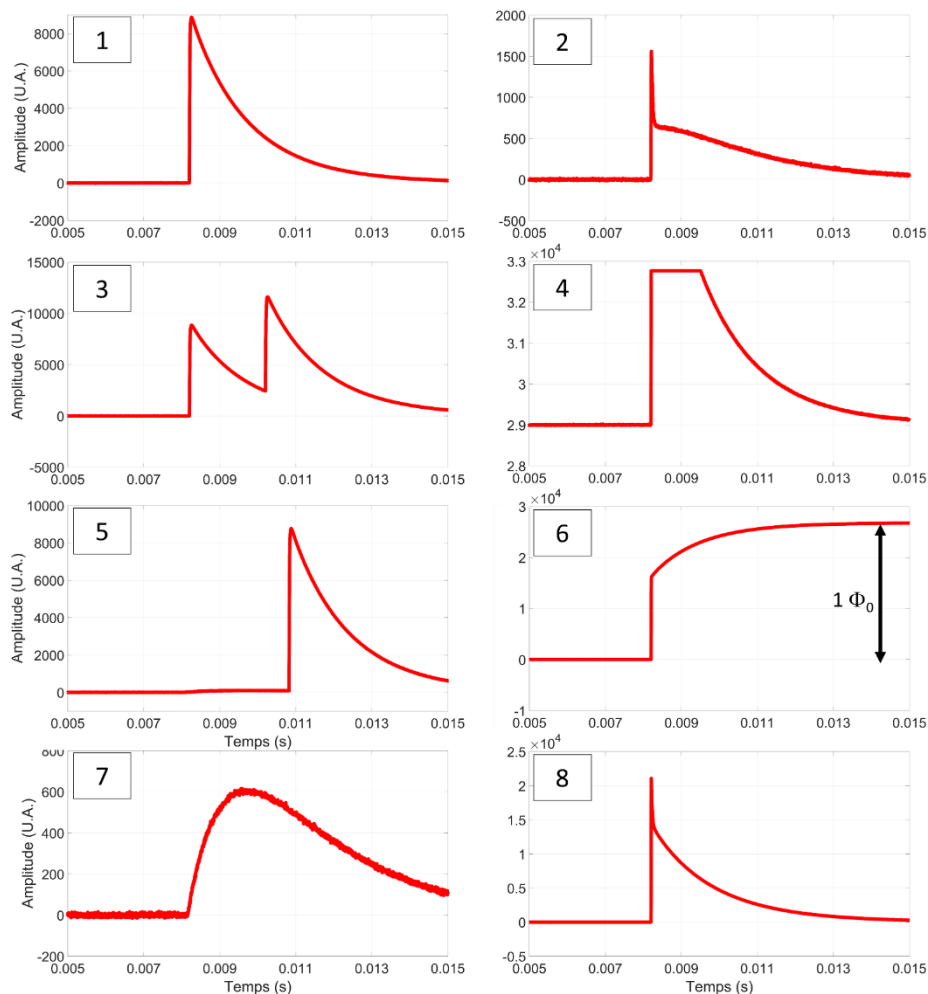


Figure 90 Impulsions représentatives des populations identifiées dans la figure 89

La figure 89 montre l'amplitude de l'impulsion mesurée après filtrage adapté en fonction du paramètre $EQM_{modèle}$. Ce paramètre mesure l'écart entre l'événement détecté et l'impulsion modèle, il discrimine donc les impulsions en fonction de leur forme, c'est pour cette raison que différentes populations sont identifiables sur la figure 89. Nous avons identifié quelques-unes de ces populations labellisées de 1 à 8 (figure 90):

- Population 1 : événements correspondants aux interactions d'une particule dans l'absorbeur. Cette population possède la plus faible valeur $EQM_{modèle}$, car sa forme est identique à celle de l'impulsion modèle.
- Population 3 : empilement entre deux impulsions d'interactions de photons dans l'absorbeur.
- Population 7 : événements correspondants probablement aux interactions d'un photon dans le substrat en silicium du MMC. Les constantes de temps des impulsions – surtout le temps de montée – sont longues, pouvant être la conséquence du faible couplage thermique entre le senseur et le silicium via les phonons.
- Population 4 : impulsions ayant saturé le convertisseur analogique-numérique de la carte. Ces impulsions n'ont pas nécessairement une grande amplitude, comme le montre ce cas ici : le niveau de ligne de base est anormalement élevé, autour de 29000 A.D.U., proche de la saturation.
- Population 5 : empilement entre un événement de faible amplitude (qui survient à $\sim 0,008$ s dans cet exemple) et une impulsion sur sa descente.

- Population 6 : saut de tension engendré par un changement de point de fonctionnement de la contre-réaction du SQUID de $1 \Phi_0$. Ces sauts de flux sont provoqués par un brusque changement de flux dans le SQUID, car la vitesse de balayage de l'électronique de contre-réaction n'est pas suffisamment rapide pour opposer un flux dans le SQUID, le point de fonctionnement change d'une période Φ_0 (voir figure 38). Ces sauts sont provoqués par les photons de 122 keV interagissant dans l'autre absorbeur. En effet, le pixel Ch. 0- a une constante de temps de montée plus rapide que les autres absorbeurs (2,3 μ s, cf. tableau 11) et comme on le verra plus loin, la raie de 122 keV n'est pas observable sur ce pixel pour le Run1, car l'interaction de ces photons entraîne un saut de flux. Inversement, la population 6 n'est pas observable pour le pixel Ch. 0+, car le temps de montée est suffisamment long (10,7 μ s, cf. tableau 11) pour mesurer les photons énergétiques. La population 6 est moins nombreuse pour le Run2, car l'amplitude de la caractéristique V- Φ des SQUID est plus grande grâce au blindage, ce qui augmente la vitesse de balayage.
- Population 8 : événement d'une interaction d'un photon dans le senseur. L'impulsion a une constante de temps de montée très rapide et deux constantes de temps de descente. La première constante de temps de descente est très rapide, de l'ordre de la μ s. De fait, elle est proche de la constante de temps de montée des impulsions d'une interaction dans l'absorbeur (population 1), car cette descente correspond à la relaxation de la chaleur contenue dans le senseur vers l'absorbeur. La seconde constante de temps de descente est longue et correspond à la relaxation vers le bain thermique, elle est identique à celle d'une impulsion de la population 1. La descente rapide concerne environ un tiers de l'amplitude totale de l'impulsion puisque la capacité thermique du senseur est environ un tiers du total pour ce détecteur.
- Population 2 : cet événement est le plus difficile à interpréter. Il peut s'agir d'une interaction d'un photon dans le substrat en silicium de la puce MMC, juste en dessous d'un des deux senseurs ; des phonons athermiques sont absorbés par le senseur entraînant une montée rapide du signal, le signal décroît rapidement, car la température du senseur s'équilibre rapidement avec l'absorbeur du fait du fort couplage thermique entre les deux systèmes. La chaleur est évacuée vers le bain, mais des phonons thermiques continuent à être absorbés par le senseur. L'impulsion de la population 2 est une combinaison des impulsions des populations 7 et 8.

Les populations 1, 6, 7 et 8 concentrent 90% des événements, et la population 1 pour construire le spectre final contient 60% des événements détectés. Étonnamment, cette répartition des populations entre les voies 0 et 1 est similaire, alors que les absorbeurs sont collimatés et disposés différemment (figure 54). Une meilleure collimation aurait donc peu d'effet sur la répartition des populations, les populations 2 et 8 respectivement sous les senseurs et dans les senseurs sont inévitables et dépendent de l'épaisseur de l'absorbeur. La collimation peut seulement réduire la population 7 des événements dans le substrat du MMC qui ne représente qu'environ 7%.

La figure 89 montre que le paramètre $EQM_{modèle}$ dépend de l'énergie, ce qui rend la coupure imparfaite, notamment aux basses énergies, par exemple selon la figure 92, en choisissant une valeur de coupure limite maximum $EQM_{modèle}$ de 10^4 matérialisé par le trait pointillé rouge. Un moyen complémentaire et efficace pour rejeter les événements est d'utiliser le paramètre $R_{énergie}$ (rapport entre l'énergie déterminée par filtrage adapté et celle déterminée au moyen d'une impulsion modèle tronquée). Ce rapport est proche de l'unité lorsque la forme de l'impulsion mesurée correspond à l'impulsion modèle, en revanche, il est très différent de 1 s'il s'agit d'un empilement ou d'une

population autre que la population 1. La figure 91 montre l'effet de cette coupure sur le paramètre $EQM_{modèle}$. Les événements à basse énergie sont « nettoyés ».

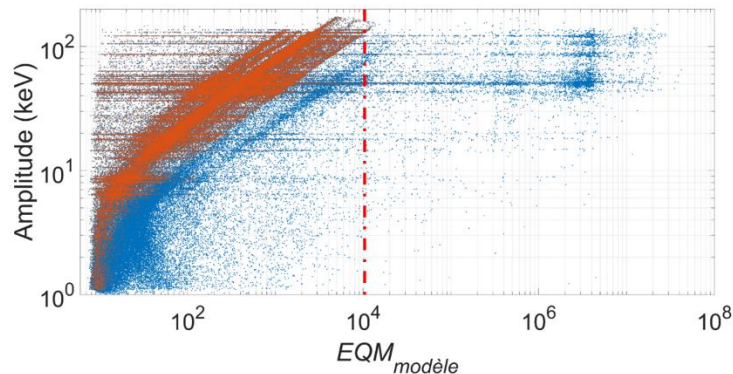


Figure 91 Paramètre $EQM_{modèle}$ avant (en bleu) et après coupure (en rouge) sur le paramètre $R_{énergie}$.

Cette procédure de réjection a été appliquée pour l'ensemble des pixels et pour le Run1 et le Run2. Une fois les coupures réalisées, les taux de comptage pour les quatre pixels sont remarquablement proches entre les pixels ; pour l'une des quatre sources mesurées, ils sont de 1.17 s^{-1} , 1.14 s^{-1} , 1.13 s^{-1} et 1.16 s^{-1} lors du Run1.

5.2.5 Correction de non-linéarité

Le détecteur étant intrinsèquement non-linéaire, il est indispensable de corriger celle-ci afin de fournir de nouvelles énergies de référence. Dans l'idéal, les pixels devraient avoir la même non-linéarité, car cela permet de simplifier le traitement de la non-linéarité en appliquant la même correction pour tous les pixels. Seulement, la non-linéarité est différente, car comme l'a montré le tableau 11, la sensibilité des pixels et les constantes de temps des impulsions sont différentes. Par exemple, pour les photons de 122,06 keV, le pixel Ch0.- mesure 121,7478 keV contre 121,7721 keV pour le pixel Ch1.+ , soit 24 eV d'écart et pratiquement autant que la résolution du détecteur. Il est donc indispensable de corriger la non-linéarité de chaque pixel avant de pouvoir sommer les spectres, ou bien, il faut traiter les spectres pixel par pixel. Par ailleurs, il a été constaté que la non-linéarité variait légèrement d'un passage de source à l'autre, par exemple pour le pixel Ch0.+ , la valeur moyenne des événements 122 keV est de 121,7621 keV pour la mesure de la source du mélange 4 et de 121,7569 keV pour le mélange 2, soit 5 eV d'écart. Ce qui est relativement faible au regard de l'énergie mesurée (0,04%), mais qui n'est pas négligeable au regard de la résolution (environ 28 eV à 122 keV) et de l'incertitude recherchée ($\sim 0,1 \text{ eV}$). Ces écarts entre les changements de source sont probablement dus aux différences de température de base du cryostat qui variait en entre 16,5 mK et 17,2 mK et potentiellement dus aux variations de gain en fonction des niveaux de ligne de base.

La non-linéarité est corrigée à partir des raies étalons émises par le ^{57}Co et le ^{169}Yb : l'écart dû à la non-linéarité, soit la différence entre l'énergie mesurée et l'énergie tabulée est déterminé sur différentes raies étalons, puis une fonction polynomiale est ajustée sur les écarts. La fonction est ensuite utilisée pour corriger les énergies mesurées. La correction de non-linéarité est effectuée en quatre étapes décrites ci-dessous, et pour chaque étape, différents cas ont été étudiés.

1- Choix des raies d'étalonnage, avec le choix d'utiliser :

- les raies gamma
- les raies gamma et les raies X

2- Méthode de mesure de l'énergie des raies d'étalonnage, avec le choix de mesurer l'énergie :

- en ajustant des fonctions gaussiennes ou de Voigt sur les pics
- en calculant la moyenne des énergies des impulsions présentes dans une région d'intérêt (ROI)

3- Ajustement d'une fonction de correction de non-linéarité sur l'écart entre l'énergie mesurée des raies d'étalonnage et leur énergie tabulée. Le choix porte sur une fonction polynomiale de degré 2 ou de degré 3.

4- Correction des énergies mesurées à évaluer avec la fonction de correction.

5- Méthode de mesure de l'énergie des raies à évaluer, avec le choix de mesurer l'énergie :

- en ajustant des fonctions gaussiennes ou de Voigt sur les pics
- en calculant la moyenne des énergies des impulsions présentent dans une ROI
- en analysant individuellement sur chacun des pixels
- en analysant globalement en combinant les pixels

5.2.5.1 Méthode de mesure de l'énergie des raies étalons

La méthode pour mesurer l'énergie des raies d'étalonnage qui parait la plus évidente est de construire un histogramme en énergie auquel sont ajustées des fonctions, gaussiennes pour les pics gamma ou Voigt pour les pics X. Néanmoins, cette méthode présente de nombreux désavantages. Tout d'abord, on choisit une largeur des canaux de l'histogramme et les amplitudes des impulsions sont classées dans les canaux correspondants. La figure 92 montre les énergies mesurées pour des histogrammes avec différentes largeurs de canal en ajustant une gaussienne sur les pics de 63 et 122 keV. L'énergie mesurée dépend de la largeur du canal de l'histogramme choisi et la variation linéaire observée est très largement supérieure à l'incertitude statistique qui est de l'ordre de 0,05 eV. Toutefois, cet effet pourra être corrigé par un nouvel étalonnage en énergie de l'histogramme.

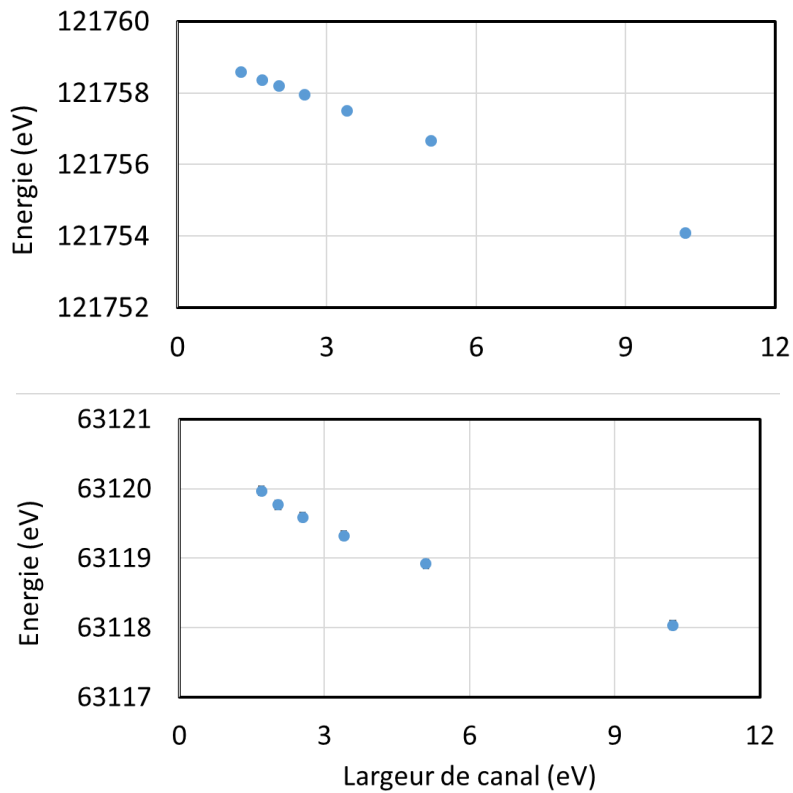


Figure 92 Energie obtenue par l'ajustement d'une gaussienne sur les pics de 63 keV et de 122 keV pour différentes largeurs de canal de l'histogramme.

Ensuite, lorsque l'histogramme en énergie est généré à partir d'une certaine largeur de canal, les pics d'étalonnage sont ajustés dans l'idéal avec des fonctions gaussiennes et de Voigt respectivement pour les pics gamma et les pics X. Néanmoins la forme des pics mesurées ne correspond pas parfaitement à ces fonctions, car les pics possèdent des traines asymétriques, ces traines modifient l'énergie moyenne mesurées et la position de la centroïde des pics (figure 93). Les traines sont d'autant plus problématiques que leur amplitude et leur étalement dépendent de l'énergie. A mesure que le pouvoir de résolution augmente, les traines augmentent avec l'énergie des photons. Les traines sont peu visibles pour les pics X ajustés avec des Voigt, car la largeur naturelle de ces raies élargit les pics et masque en partie les traines, comme on peut le remarquer sur les raies $K\alpha$ du Ta en figure 93. Le programme Colegram du LNHB permet d'ajuster d'autres fonctions plus proches de la forme des pics du spectre : gaussienne avec une traine à gauche, ou avec une traine à gauche et une traine à droite, Voigt avec une traine à gauche ou avec une traine à gauche et une traine à droite. L'ajout de traines à la fonction gaussienne ou de Voigt augmente le nombre de paramètres, chaque traine est une fonction exponentielle qui requiert deux paramètres ajustables, l'amplitude de la traine et sa pente.

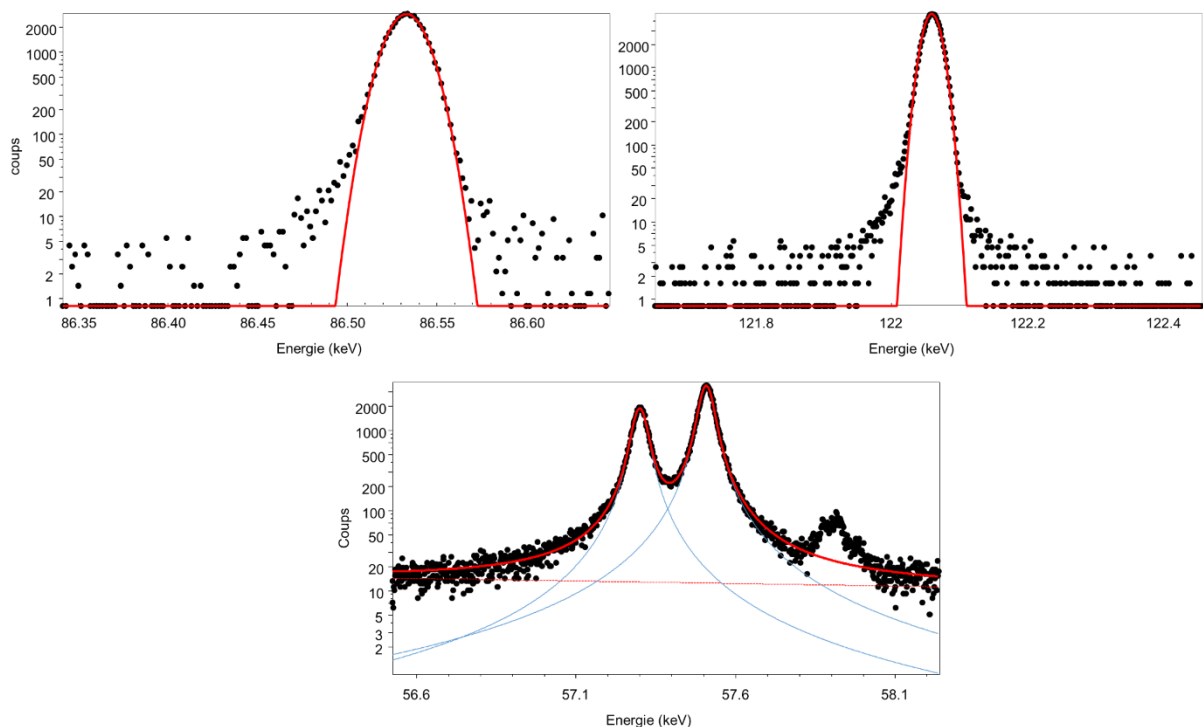


Figure 93 En haut, raies gamma de 86,5 keV et de 122 keV ajustée avec une fonction gaussienne. En bas, raies X Ka du Ta ajustées avec deux fonctions de Voigt.

Le tableau 12 montre les valeurs de la centroïde de la gaussienne selon les différentes fonctions utilisées à différentes énergies du spectre. Les énergies obtenues varient de manière significative, les variations sont supérieures à l'incertitude statistique (de l'ordre de 0,02 à 0,07 eV) pour les trois pics analysés. Pour les pics gamma, l'ajout d'une traine à droite (G + TG + TD) a peu d'effet sur la position de la centroïde par rapport à une gaussienne avec une seule traine à gauche (G + TG), alors que c'est le contraire pour les pics X.

Tableau 12 énergie de la centroïde en ajustant différentes fonctions sur les pics (G= Gaussienne, V= Voigt, TG = traine à gauche, TD = traine à droite). Entre parenthèse, est donné l'écart de la centroïde par rapport à celle obtenue avec une seule fonction (G ou V)

Fonctions ajustées	gamma de 122 keV (eV)	gamma de 63 keV (eV)	gamma de 86 keV (eV)	Fonctions ajustées	X de 22 keV (eV)	X de 51 keV (eV)
G	121758,37	63119,77	86458,70	V	22197,86	50766,47
G + TG	121758,61 (+0,24)	63120,33 (+0,56)	86458,91 (+0,21)	V + TG	22199,31 (+1,45)	50767,03 (+0,56)
G + TG + TD	121758,59 (+0,22)	63120,36 (+0,59)	86458,90 (+0,19)	V + TG + TD	22200,18 (+2,32)	50766,71 (+0,24)

La présence des trains de part et d'autre des pics complexifie le traitement des spectres au risque d'ajouter des erreurs systématiques supérieures aux incertitudes statistiques.

Enfin, le dernier désavantage de traiter les histogrammes en y ajustant des fonctions est le temps de traitement relativement long de cette méthode avec le logiciel Colegram. Pour chacun des quatre

pixels et pour leur spectre respectif, des régions d'intérêt contenant les pics sont sélectionnés. Puis, pour chaque région, les pics doivent être ajustés avec des fonctions selon leur forme et leur origine physique tout en veillant à ce que l'algorithme converge vers une solution qui a un sens physique. Ce travail peut être en partie allégé en clonant les régions d'intérêt et les fonctions ajustées d'un spectre à l'autre.

Comme alternative à l'analyse des spectres avec Colegram, une méthode plus rapide a été choisie. Elle consiste à sélectionner une région d'intérêt ROI autour d'un pic d'intérêt. La moyenne et l'écart-type σ_m des valeurs des amplitudes dans la ROI sont calculées, puis la valeur moyenne est recalculée en incluant uniquement les N_m amplitudes dont les valeurs sont à moins d'un écart-type σ_m par rapport à la moyenne. La valeur moyenne recalculée E_m est l'estimateur de l'énergie de la raie avant la correction de la linéarité. Cette méthode est possible à condition que les pics en énergies n'interfèrent pas entre eux et que le bruit de fond sous les pics est faible. La première condition est assurée par la haute résolution des MMC et par le fait d'avoir utilisé un passeur de source. La seconde condition est également respectée, par le fait d'avoir une haute résolution, ce qui augmente le rapport entre la hauteur des pics et le fond, et par le fait d'avoir un absorbeur en or qui limite la diffusion Compton et le fond qui en découle.

5.2.5.2 Fonction de correction de non-linéarité

Une fois que les énergies E_{mes} des raies étalons sont déterminées, l'écart de linéarité $E_m - E_{tab}$ entre les énergies mesurées E_m et les énergies étalons tabulées E_{tab} est ajusté par un fonction $f_{lin}(E_m)$. Pour l'ajustement, chaque écart est pondéré par l'inverse de son incertitude $\sigma_m/\sqrt{N_m}$. La figure 94 en haut montre les écarts de linéarité $E_m - E_{tab}$ pour les raies d'étalonnage en fonction de l'énergie sur le pixel Ch.0+ lors de la mesure du mélange 4 du Run1. La raie gamma à 63,12044 (4) keV a été utilisée pour corriger les fluctuations de température et est la raie de normalisation des amplitudes¹⁴. A cette raie s'y ajoutent les raies gamma étalons de 14,41295 (31) keV, 109,77924 (4) keV, 122,06065 (12) keV et 130,52293 (6) keV, et les raies X $K\alpha$ 21,99030 keV 22,162917 keV, 49,77267 keV et 50,741475 keV.

Plusieurs approches ont été testées pour corriger la non-linéarité :

- utiliser une fonction f_{lin} polynômiale de degré 2 ou 3,
- en plus des raies gamma étalons utilisé ou non les raies X.

¹⁴ C'est pour cette raison que l'écart mesuré sur cette raie est nul (Figure 94 en haut)

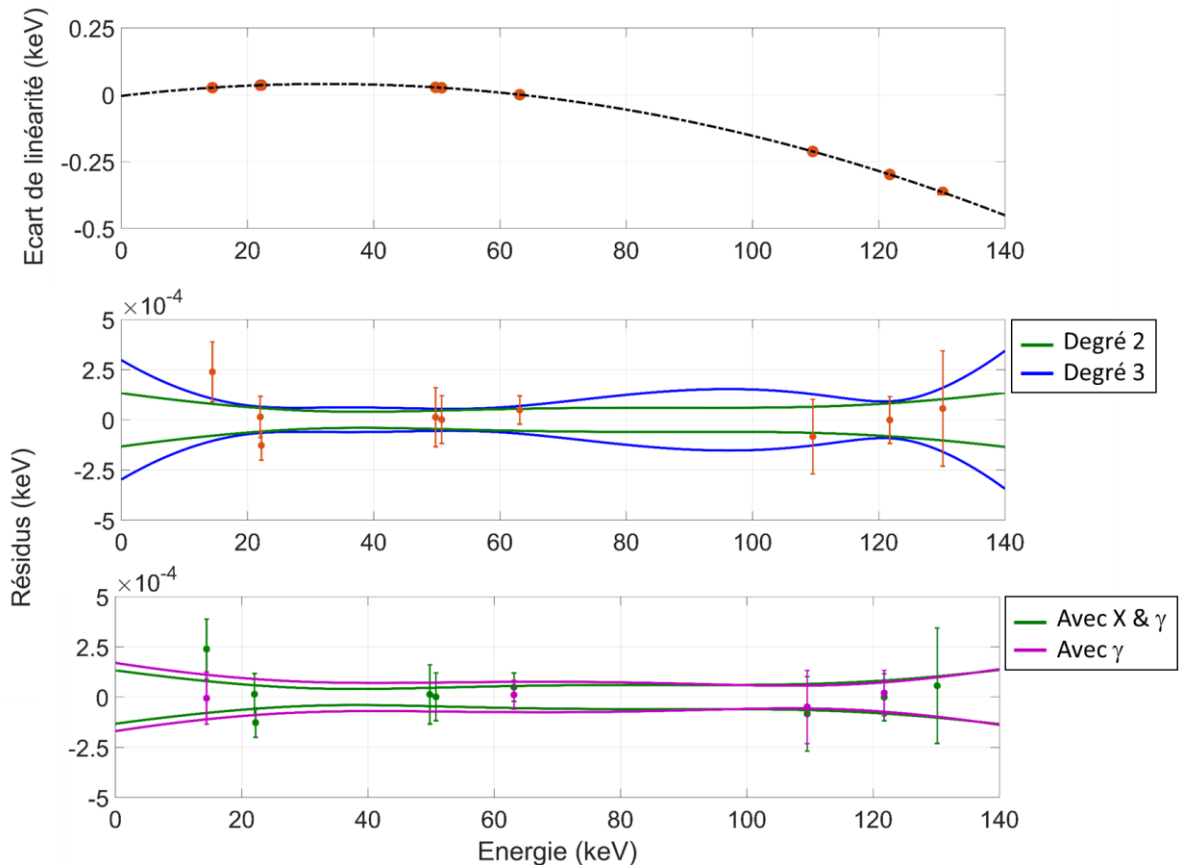


Figure 94 En haut : écart de linéarité du pixel Ch0. + pour la mesure du mélange 4 en fonction de l'énergie. Les points rouges représentent les valeurs expérimentales, la courbe en pointillé est un ajustement d'un polynôme de degré 2 $f_{lin}(E_m)$ sur ces points. Au centre et en bas, résidus après correction de la non-linéarité par $f_{lin}(E_m)$ selon différents cas, les points sont les données expérimentales et les courbes représentent les limites pour un intervalle de prédiction à 68%.

La figure 94 en haut montre l'écart de linéarité et le polynôme $f_{lin}(E_m)$ ajusté à ces écarts. Au milieu, la figure montre l'écart de linéarité une fois corrigé par le polynôme $f_{lin}(E_m)$ de degré 2 et de degré 3. Les barres d'erreur des écarts sont données par $\sigma_m/\sqrt{N_m}$, et les courbes représentent les intervalles de prédiction à 68% calculés avec Matlab¹⁵. Elles permettent de juger quelle est la meilleure approche, un intervalle étroit est préféré. Pour ce pixel presque l'ensemble des points ont leur barre d'erreur qui recoupe la valeur nulle de l'ordonnée démontrant qu'un polynôme de degré 2 décrit parfaitement la non-linéarité. Il en est de même avec un degré 3, mais l'intervalle de prédiction est plus large, notamment dans la gamme en énergie 65-120 keV où il y a peu de raies d'étalonnage, et aux extrémités de la gamme en énergie en dessous de 14 keV et au-dessus de 130 keV.

La figure 94 en bas montre les courbes d'intervalle de prédiction suite à l'ajustement d'une fonction de degré 2. Dans un cas (courbes vertes) les raies gamma et X sont utilisées et dans l'autre cas (courbes violettes) seulement les raies gamma. Les intervalles de prédiction utilisant toutes les raies X et γ sont légèrement plus étroits. Alors que les raies X étaient problématiques lorsque les spectres sont traités avec le logiciel Colegram (les énergies X étaient très différentes selon les fonctions utilisées, cf. tableau 12), avec la méthode de sélection de ROI, elles améliorent légèrement la correction de non-linéarité.

¹⁵ Les intervalles de prédiction ont été calculés avec la fonction Matlab® `Predint()`
<https://fr.mathworks.com/help/curvefit/cfit.predint.html>

La figure 95 montre les fonctions polynomiales f_{lin} utilisées pour corriger les non-linéarités des quatre pixels du Run1 et pour les 6 pixels pour le Run2 lors des mesures des quatre mélanges de sources. Bien que les courbes soient relativement proches, il y a une disparité croissante avec l'énergie¹⁶. Pour le Run1, l'écart de linéarité est en moyenne de 650 eV à 122 keV et varie de 115 eV entre les différentes courbes f_{lin} . Pour le Run2, l'écart de linéarité est en moyenne de 536 eV à 122 keV et varie de 59 eV entre les différentes courbes f_{lin} . Le Run2 présente de meilleures performances de linéarité que le Run1. Le Run2 est plus linéaire, non pas parce que le détecteur est plus linéaire, mais parce que le traitement du signal utilisé est différent de celui du Run1. Pour le Run1, un filtrage optimal a été appliqué pour déterminer l'énergie des impulsions. Ce filtrage tient compte de toutes les composantes temporelles du signal et en particulier de toute la descente de l'impulsion. Comme l'a montré la figure 78.b) la constante de temps diminue avec la température, donc le temps de descente diminue avec l'énergie des impulsions mesurée, ce qui tend à diminuer l'énergie mesurée après filtrage optimale et à aggraver la non-linéarité. Pour le Run2, une impulsion modèle de 1,54 ms a été utilisée, elle considère seulement 0,7 ms de la descente de l'impulsion, la détermination de l'énergie est par conséquent moins affectée par la dépendance de la constante de temps avec la température. En ce qui concerne la variabilité des non-linéarités entre les différents pixels, elle ne peut pas s'expliquer par la différence de capacités thermiques des absorbeurs. Elle est probablement causée par les constantes de temps de descente différentes entre les pixels (voir tableau 11), c'est pourquoi une plus grande variabilité est observée sur le Run1, car les constantes de temps accentuent la non-linéarité avec le filtrage optimal.

Quoi qu'il en soit, il est donc indispensable de corriger la non-linéarité pour chaque pixel et pour chaque mesure de mélange.

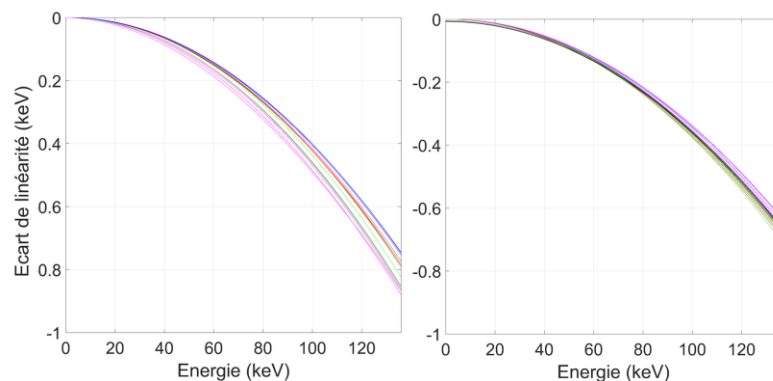


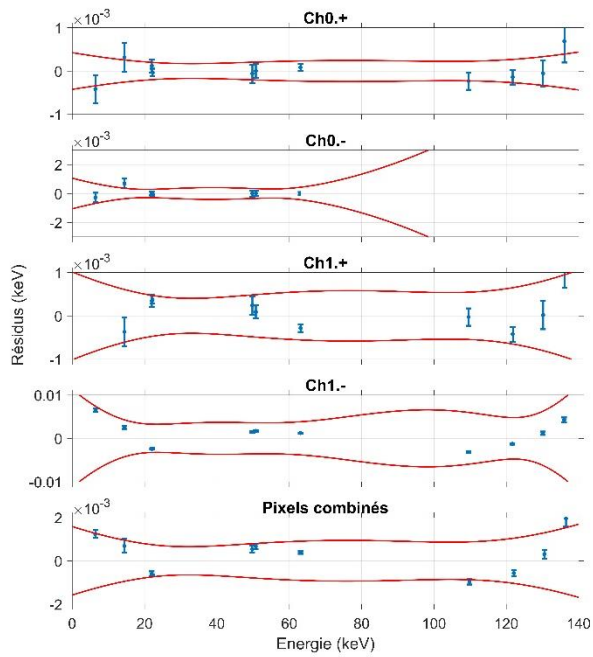
Figure 95 à gauche, fonctions polynomiales f_{lin} obtenues pour les quatre pixels et les quatre mélanges lors du Run1. A droite, fonctions polynomiales f_{lin} obtenues pour les six pixels et les quatre mélanges lors du Run2.

La figure 96 et la figure 97 présentent les écarts de linéarité pour l'ensemble des pixels et des mélanges une fois la fonction de correction f_{lin} appliquée sur les énergies étalons mesurées pour le Run1 et le Run2. Pour certains pixels et certains mélanges, les barres d'erreur ne recoupent pas la valeur nulle signifiant qu'il y a un désaccord entre l'écart obtenu sur les raies étalons et la fonction f_{lin} . Pour le Run1, c'est le cas pour le pixel et Ch1.- des mélanges 4 et 1 et pour le pixel Ch.0.- des mélanges 2 et 3.

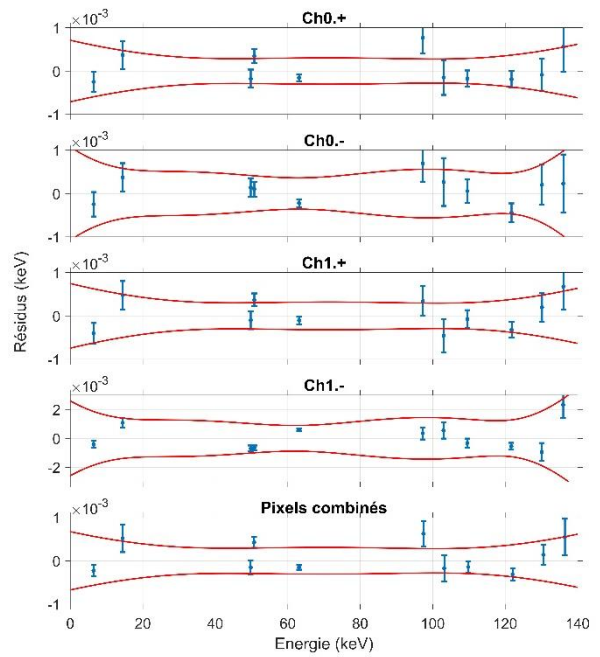
¹⁶ Le point de référence de la non-linéarité a été décalé à 0 keV contre initialement 63 keV pour le Run1 et 122 keV pour le Run2 de manière à pouvoir comparer les écarts de linéarité en les deux expériences Run1 et Run2.

Pour le pixel Ch1.-, le désaccord est causé par la non-linéarité du préamplificateur en fonction du niveau de la ligne de base, tandis que pour le Ch0.- le désaccord est causé par la vitesse de balayage insuffisante de l'électronique à SQUID. Pour le Run2, à l'exception du pixel Ch.2- et quelques raies étalons du mélange 4, la plupart des écarts corrigés coupe la valeur nulle à l'ordonnée aux incertitudes près. La raison des désaccords pour le pixel Ch.2- n'a pas été identifiée, mais comme pour le Run1 la cause est certainement liée à une non-linéarité électronique (numériseur de la carte, préamplificateur ou électronique à SQUID) qui s'ajoute à la non-linéarité du détecteur. Les intervalles de prédiction à 68% rouge englobent la majorité des points d'étalonnage et leur incertitude associée. Ces intervalles seront utilisés pour calculer l'incertitude de type B associée à la correction de non-linéarité.

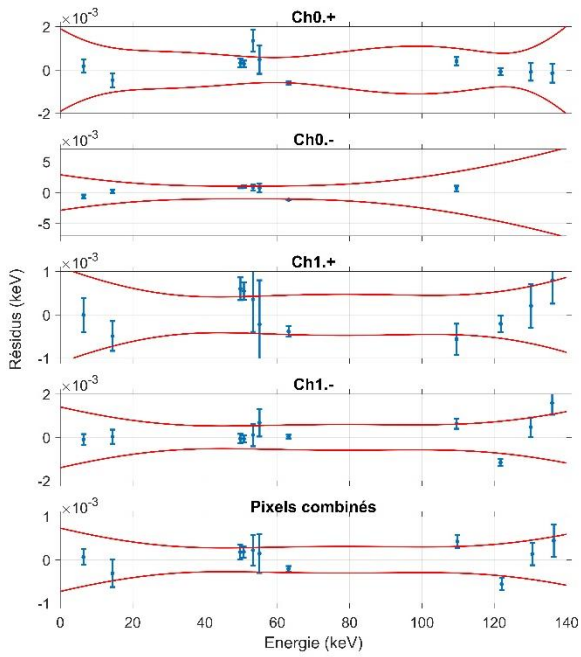
Mélange 4: ^{109}Cd - ^{169}Yb - ^{57}Co



Mélange 1: ^{210}Pb - ^{241}Am - ^{153}Gd - ^{169}Yb - ^{57}Co



Mélange 3 : ^{155}Eu - ^{169}Yb - ^{57}Co



Mélange 2: ^{243}Am - ^{153}Gd - ^{169}Yb - ^{57}Co

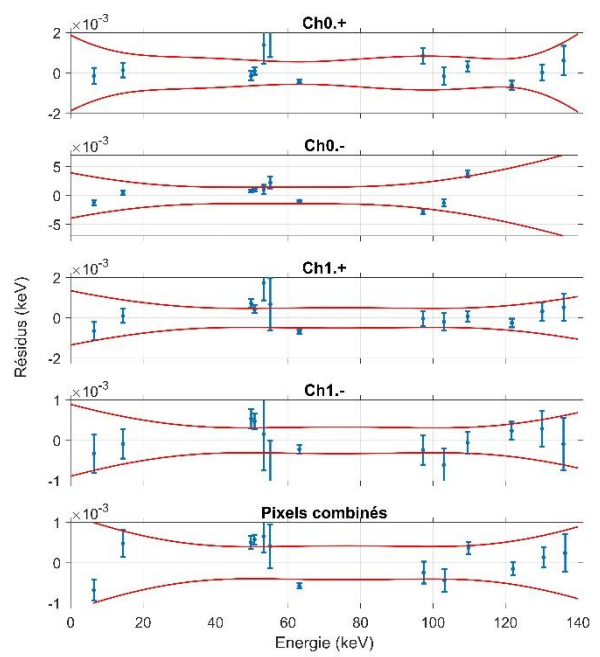


Figure 96 Résidus une fois l'énergie des raies étalons mesurées corrigées de la non-linéarité par la fonction f_{lin} (en bleu) pour les quatre pixels Ch0.+ , Ch0.- , Ch1.+ et Ch1.- , ainsi que pour les pixels combinés lors du Run1. Les intervalles de prédiction à 68% sont tracés en rouge.

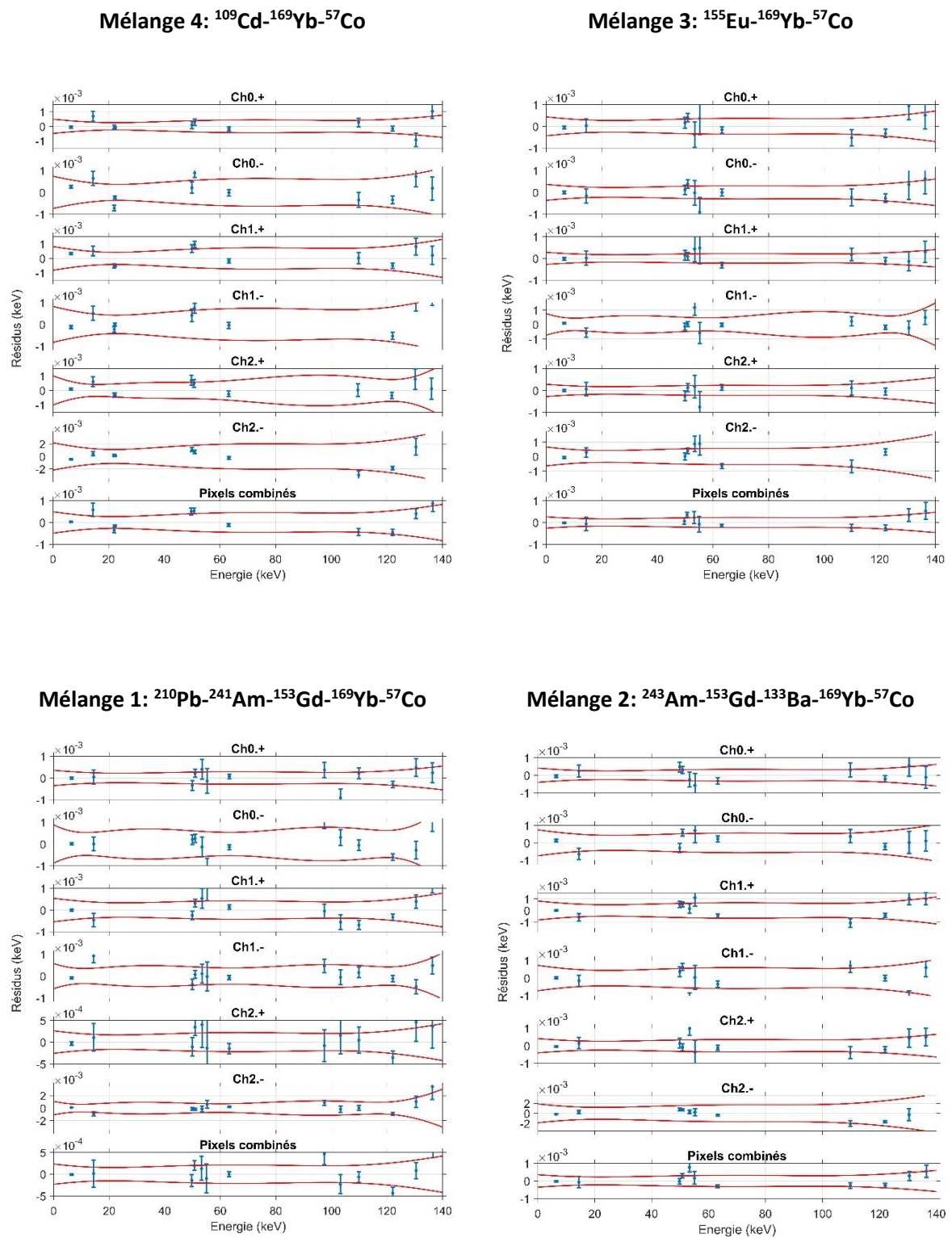


Figure 97 Résidus une fois l'énergie des raies étalons mesurées corrigées de la non-linéarité par la fonction f_{lin} (en bleu) pour les six pixels Ch0.+, Ch0.-, Ch1.+, Ch1.-, Ch2.+ et Ch2.-, ainsi que pour les pixels combinés lors du Run2. Les intervalles de prédiction à 68% sont tracés en rouge.

5.2.5.3 Les spectres en énergie combinés

Une fois la non-linéarité de chaque pixel corrigé, il est possible de combiner les amplitudes résultantes pour construire les histogrammes en énergie pour chaque mélange ou bien pour chacune des expériences, Run1 et Run2. Lorsque les amplitudes de plusieurs pixels sont combinées, une nouvelle correction de non-linéarité est effectuée de la même façon que pour les pixels individuels. Cette correction est faible (de l'ordre de 0,1 eV entre 0 keV et 150 keV) puisque la non-linéarité a déjà été corrigée sur chaque pixel, cela permet d'affiner la correction et surtout d'en déduire des intervalles de prédiction qui seront utilisés pour les calculs d'incertitude dans la partie 5.2.6. Les courbes en bas de la figure 96 et de la figure 97 montrent les écarts de linéarité et les intervalles de prédiction pour les pixels combinés de chaque mélange des Run1 et Run2.

La figure 98 montre les spectres combinés pour le Run1 et le Run2 avec des statistiques de comptage respectivement de $4,6 \times 10^6$ coups et $12,3 \times 10^6$ coups. Les spectres sont relativement similaires, hormis à basse énergie où, pour le Run2, la raie de $K\alpha$ du fer émis par le ^{57}Co domine, car elle n'est pas atténuée par le ruban adhésif en aluminium présent dans le Run1. A haute énergie, le Run2 possède un fond Compton plus important à cause du ^{133}Ba présent dans un des mélanges du Run2 et qui émet des rayons gamma intenses de 356 keV. Ce gamma est présent dans le spectre, mais n'est pas montré par souci de visibilité des spectres dans la figure.

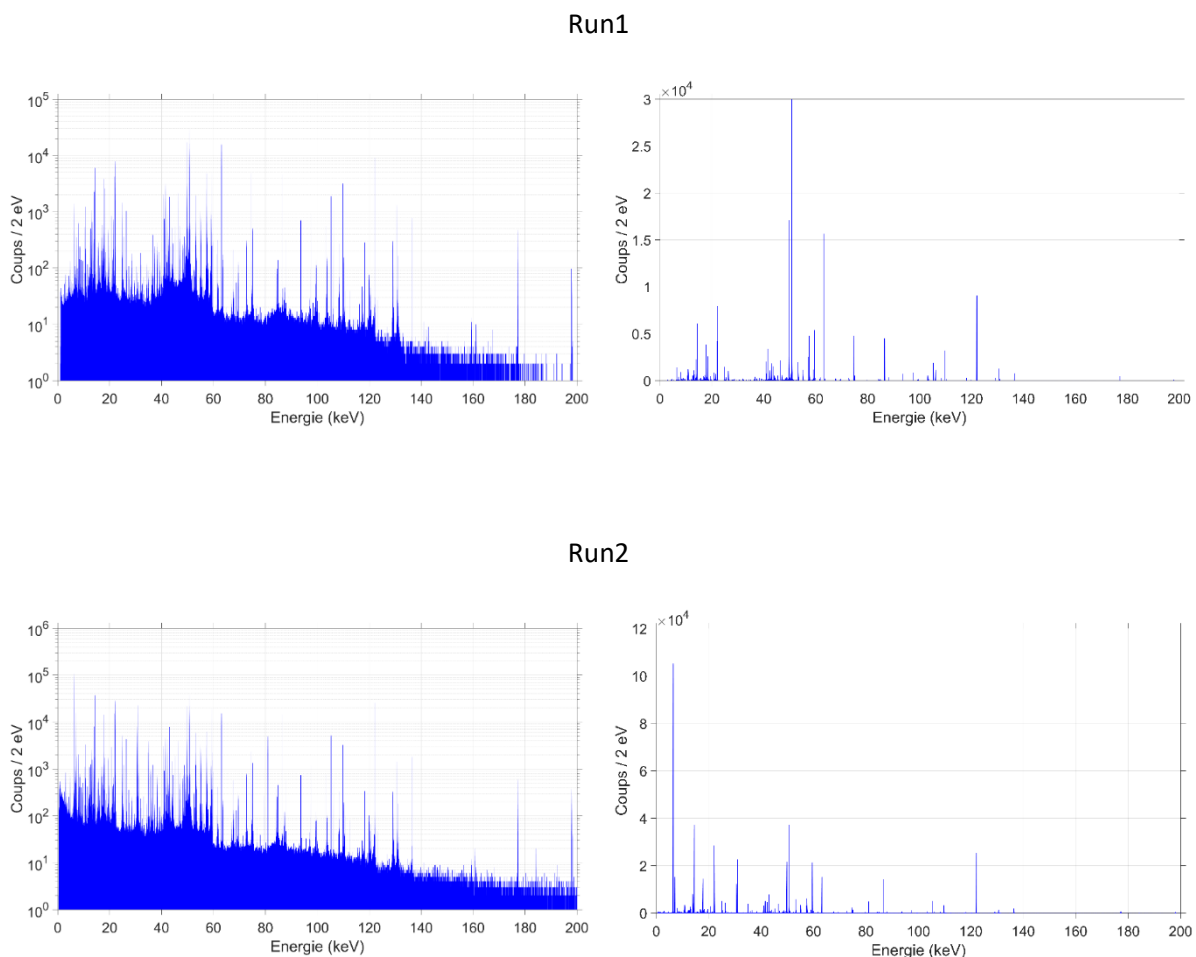


Figure 98 Spectres en énergie des quatre sources combinés des expériences Run1 et Run2 en échelles logarithme et linéaire.

5.2.6 Détermination de nouvelles énergies X et gamma

5.2.6.1 Méthode de mesure de l'énergie des raies à évaluer

Une fois la correction de non-linéarité effectuée sur les amplitudes des impulsions, les énergies des raies X et gamma ont été déterminées des quatre manières suivantes :

- après que la ROI de chaque raie est sélectionnée pour chaque pixel i pour chacun des mélanges de radionucléides et pour chacun des enregistrements (Run1 et Run2), la moyenne de l'énergie des amplitudes \bar{E}_{ROI}^i contenues dans la ROI est calculée de la même façon que dans la section 5.2.5.1. Ensuite, pour chaque enregistrement j , la moyenne arithmétique $\bar{E}_{moy,j}$ est calculée :

$$\bar{E}_{moy,Rj} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^p \bar{E}_{ROI}^i$$

Où p est le nombre de pixels, $p = 4$ pour le Run1 et $p = 6$ pour le Run2.

L'incertitude est simplement calculée comme l'écart-type sur les p valeurs \bar{E}_{ROI}^i . L'énergie $\bar{E}_{moy,R1}$ est nommée « Valeur moy. R1 », $\bar{E}_{moy,R2}$ par « Valeur moy. R2 » et $\bar{E}_{moy,R1\&2}$ par « Valeur moy. R1&2 (figure 99 à figure 101). Ces résultats sont représentés avec des points et des barres d'erreur en magenta. Les valeurs des pixels i sont représentées avec des points et des barres d'erreur en rouge. Ceci permet de s'affranchir des effets de largeur de canal de l'histogramme et des traines des pics sur l'énergie mesurée.

- à partir des ROI d'un mélange sur les pixels combinés : pour chaque raie à mesurer dans un mélange, les amplitudes en énergie dans la ROI sont sélectionnées sur l'ensemble des pixels d'un même enregistrement (Run1 ou Run2). L'énergie de la raie est la moyenne de l'énergie des amplitudes sélectionnées, $\bar{E}_{ROI,Rj}$, où j désigne l'enregistrement. L'incertitude est la racine de la somme quadratique d'une incertitude de type A, σ_A , et une incertitude de type B, σ_B . L'incertitude de type A est donnée par $\sigma_A = \sigma_{ROI} / \sqrt{N_{ROI}}$, où σ_{ROI} est l'écart-type sur les amplitudes sélectionnées dans la ROI et N_{ROI} le nombre d'amplitudes sélectionnées. L'incertitude σ_B est donnée par l'intervalle de prédiction à 68% obtenu après correction de la non-linéarité des pixels combinés (voir section 5.2.5.2, figure 96 et figure 97). L'énergie obtenue $\bar{E}_{ROI,Rj}$ est nommée « Ch. Combinées R1 » et « Ch. Combinées R2 » respectivement pour le Run1 et le Run2 (figure 99 à figure 101). Ces résultats sont représentés par des point et des barres d'erreur en vert.

- par traitement des spectres en énergie combinés sur les quatre pixels du Run1 et les six pixels Run2 avec le logiciel Colegram pour chacun des mélanges de radionucléides. Pour corriger les effets de largeur de canal (voir section 5.2.5.1 et figure 92), les spectres ont été ré-étalonné linéairement à partir des raies gamma étalons du ^{57}Co et de ^{169}Yb . Leurs énergies ont été déterminées en y ajustant des fonctions gaussiennes avec le logiciel Colegram. Une fois les spectres ré-étalonnés, les énergies à mesurer ont été ajustées également avec des fonctions gaussiennes, et ce quelle que soit la forme des pics (Gauss ou Voigt, avec ou sans traîne). Ceci dans le but de réduire l'influence des traines sur la centroïde des pics à mesurer (tableau 12) en réduisant le nombre de degrés de liberté dans l'ajustement et les corrélations entre variables.

L'incertitude associée est la racine de la somme quadratique d'une incertitude de type A, σ_A , et une incertitude de type B, σ_B . L'incertitude de type A est donnée par $\sigma_A = \sigma_G / \sqrt{N_G}$, où σ_G est l'écart-type sur la gaussienne ajustée sur le pic et N_G est la surface de la gaussienne en nombre d'évènements. L'incertitude σ_B est la racine de la somme quadratique de deux contributions, l'une reliée à la correction de non-linéarité et donnée par l'intervalle de prédiction à 68% obtenu après correction de la non-linéarité des pixels combinés (voir 5.2.5.2, figure 96 et figure 97), l'autre par l'incertitude de la position de la centroïde la gaussienne ajustée au pic et fournie par le logiciel Colegram [123]. L'énergie obtenue $E_{Spec,Rj}$ est nommée « Spectre combiné R1 » et « Spectre combiné R2 » respectivement pour le Run1 et le Run2 (figure 99 à figure 101). Les résultats sont représentés par des points et des incertitudes en noir.

- Enfin, la dernière méthode consiste à appliquer un traitement statistique sur l'ensemble des valeurs \bar{E}_{ROI}^i des 10 pixels et de leur incertitude en combinant les Run1 et Run2 pour chaque mélange. Cette méthode est inspirée de celle utilisée par les évaluateurs de données de décroissance pour recommander une valeurs à partir de plusieurs mesures¹⁷. Les valeurs aberrantes qui ne répondent pas au critère de Chauvenet sont exclues du calcul [128] et [129]. Sur les 264 valeurs analysées, 24 ont été exclus par ce critère. Enfin, la cohérence des 28 jeux de données a été testée en calculant le χ^2 des données et comparé à une valeur critique du χ^2 [130] [131]. Sur les 28 jeux de données, deux sont incohérents et concernent les deux raies X $K\alpha$ du plutonium, ce qui peut s'expliquer pour ces raies par la statistique de comptage relativement faible, par la largeur importante des fonctions de Lorentz, environ 110 eV à mi-hauteur, et par la présence du fond Compton généré par le gamma de 356 keV du ¹³³Ba.

Dans le cas des jeux cohérents, la valeur de l'énergie de la raie $\bar{E}_{Stat,R1\&2}$ correspond à la moyenne pondérée par les incertitudes statistiques :

Équation 5-6

$$\bar{E}_{Stat,R1\&2} = \frac{1 \sum_{k=1}^q \bar{E}_{ROI}^i / \sigma_{A,i}^2}{n \sum_{i=1}^q 1 / \sigma_{A,i}^2}$$

Où q est le nombre de valeurs compatibles selon le critère de Chauvenet, $q \leq 10$,

\bar{E}_{ROI}^i est la valeur moyenne des énergies dans la ROI pour le $k^{\text{ème}}$ pixel

$\sigma_{A,i}$ est l'incertitude de type A pour le $i^{\text{ème}}$ pixel, soit $\sigma_{A,i} = \sigma_{ROI,i} / \sqrt{N_{ROI,i}}$

L'incertitude de type A associée à \bar{E}_{ROI}^i est donnée par :

Équation 5-7

$$\sigma_A(\bar{E}_{Stat,R1\&2}) = \left(\sum_{i=1}^q 1 / \sigma_{A,i}^2 \right)^{-1/2}$$

L'incertitude de type B associée à $\bar{E}_{Stat,R1\&2}$ est l'incertitude minimale de type B du jeux de données :

Équation 5-8

$$\sigma_B(\bar{E}_{Stat,R1\&2}) = (\sigma_{B,i})_{min}$$

¹⁷ http://www.lnhb.fr/pdf/DDEP/Introduction_2011.pdf

Les valeurs $\bar{E}_{Stat,R1\&2}$ sont représentées par la ligne rouge et les incertitudes associées par un fond transparent rouge, figure 99 à figure 101. Les valeurs tabulées dans DDEP et par Deslattes sont représentées par la ligne bleue et les incertitudes associées par un fond transparent bleu [37] [39]. Toutes les incertitudes sont élargies à $k = 2$, k est la facteur d'élargissement.

Comme le montrent les figures 99 à 101, pour la très grande majorité, les valeurs obtenues par les quatre méthodes décrites ci-dessus, $\bar{E}_{Stat,R1\&2}$, $\bar{E}_{ROI,Rj}$, $\bar{E}_{moy,Rj}$ et $E_{spec,Rj}$, sont compatibles entre elles. La différence entre ces valeurs porte sur leurs incertitudes. Les valeurs $\bar{E}_{moy,Rj}$ ont une plus large incertitude que les valeurs de pixels combinés $\bar{E}_{ROI,Rj}$ et $E_{spec,Rj}$, car une part importante de la dispersion entre pixels est donnée par la contribution de type B et la correction de non-linéarité. Lorsque les pixels sont combinés, l'incertitude de type B diminue fortement, car elles sont corrélées, comme le montre la faible incertitude obtenue pour les valeurs $\bar{E}_{ROI,Rj}$ et les courbes des intervalles de prédiction de la figure 96 et la figure 97 des pixels combinés. Les intervalles de prédiction des pixels combinés correspondent au plus faible intervalle des pixels individuels. Par exemple, pour le mélange 1 du Run2, l'intervalle de prédiction des pixels combinés est pratiquement égal à celui du pixel Ch.2+, de même pour le mélange 2 du Run2 où il correspond au pixel Ch.0+. Ceci justifie par ailleurs le calcul de l'incertitude de type B pour $\bar{E}_{Stat,R1\&2}$ par l'équation 5-8.

Enfin, bien que généralement compatible, l'accord entre $E_{spec,Rj}$ et les autres valeurs est moins bon, car le traitement des spectres introduit probablement une incertitude de type B par l'ajustement qui n'est pas pris en compte ici.

5.2.6.2 Comparaison des énergies obtenues pour les raies gamma

Les 15 graphiques en figure 99 montrent les résultats pour les raies gamma obtenues à partir des 10 pixels (points rouges), quatre pixels lors du Run1 (labellisés par Ch.0+ à Ch.1- et par R1) et six pour le Run2 (labellisés par Ch.0+ à Ch.2- et par R2). Pour 14 raies gamma, les incertitudes ont été améliorées par rapport aux valeurs tabulées, jusqu'à près d'un facteur 60 pour les raies de ^{243}Am . Seules trois raies ne sont pas compatibles avec les valeurs recommandées : les raies à 106,1 keV, 26,3 keV et 86,5 keV, respectivement du ^{239}Np $\gamma_{8,5}$ (Pu), ^{241}Am $\gamma_{2,1}$ (Np) et ^{155}Eu $\gamma_{2,0}$ (Gd).

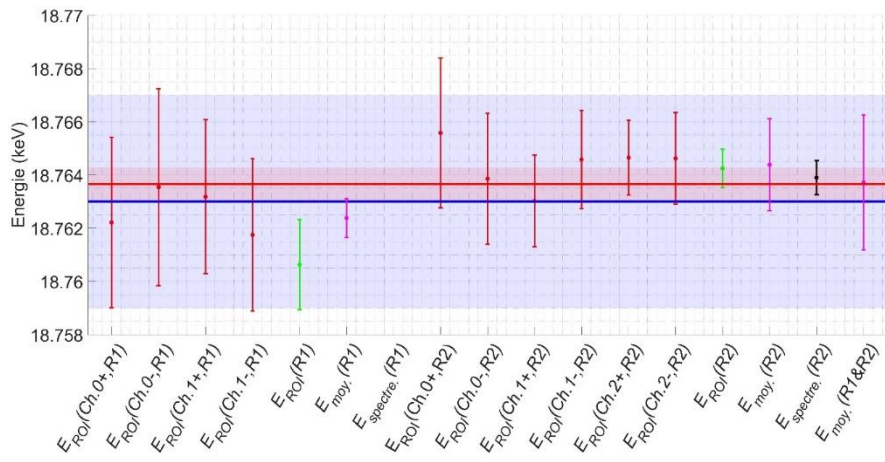
Pour la raie bien connue de 59,54 keV de ^{241}Am $\gamma_{2,0}$ (Np), l'incertitude n'a pas été améliorée et la valeur obtenue 59,54030 (21) keV est tout juste compatible à $k = 2$ avec la valeur recommandée 59,54090 (10) keV. En revanche, notre valeur est compatible à $k = 2$ avec la précédente mesure de cette raie à 59,5393 (42) keV aussi obtenue avec des MMC [132].

L'ensemble des énergies $\bar{E}_{moy,R1\&2}$ et $\bar{E}_{Stat,R1\&2}$ de raies gamma mesurées est résumé dans le tableau 13, soit selon deux des méthodes de combinaison des énergies des différents pixels.

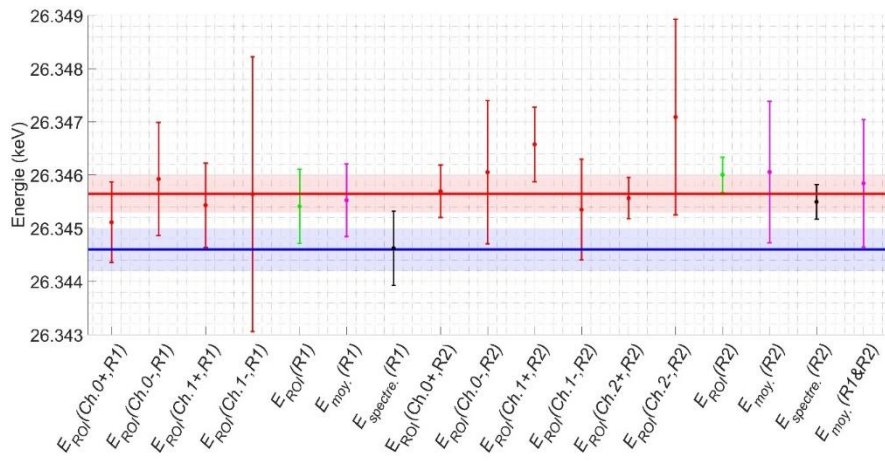
Tableau 13 Résumé des énergies obtenues lors de ce travail de thèse et comparées aux valeurs recommandées dans [37] [39]. Les incertitudes sont données à $k = 1$, k est la facteur d'élargissement. En bleu, les valeurs avec la plus faible incertitude parmi les deux méthodes de combinaison des énergies des différents pixels ($\bar{E}_{moy,R1\&2}$ et $\bar{E}_{stat,R1\&2}$). Les valeurs et les incertitudes présentées sont préliminaires, les valeurs finales seront publiées ultérieurement.

Origine de la raie X ou gamma	Energie recommandée (keV)	Ce travail			
		Energie mesurée (préliminaire) $\bar{E}_{moy,R1\&2}$ (keV)	Méthode statistique		
			Energie mesurée (préliminaire) $\bar{E}_{stat,R1\&2}$ (keV)	incertitude type A à 1σ (eV)	incertitude type B à 1σ (eV)
¹⁵⁵ Eu - Raie $\gamma_{3,2}$ (Gd)	18,7630 (20)	18,7637 (12)	18,76393 (34)	0,298	0,16
²⁴¹ Am - Raie $\gamma_{2,1}$ (Np)	26,34460 (20)	26,34559 (30)	26,34561 (17)	0,045	0,17
¹⁵⁵ Eu - Raie $\gamma_{2,1}$ (Gd)	26,531 (21)	26,5350 (7)	26,53488 (18)	0,093	0,15
²⁴³ Am - Raie $\gamma_{3,1}$ (Np)	43,530 (20)	43,53280 (46)	43,53261 (30)	0,065	0,29
¹⁵⁵ Eu - Raie $\gamma_{3,1}$ (Gd)	45,2990 (10)	45,29884 (20)	45,29885 (20)	0,081	0,18
²¹⁰ Pb - Raie $\gamma_{1,0}$ (Bi)	46,5390 (10)	46,53851 (33)	46,53850 (20)	0,039	0,20
²⁴¹ Am - Raie $\gamma_{2,0}$ (Np)	59,54090 (10)	59,54033 (12)	59,54031 (22)	0,020	0,22
¹⁵⁵ Eu - Raie $\gamma_{1,0}$ (Gd)	60,0086 (10)	60,01038 (37)	60,01041 (22)	0,101	0,20
²⁴³ Am - Raie $\gamma_{3,0}$ (Np)	74,660 (20)	74,66498 (21)	74,66501 (33)	0,042	0,33
¹³³ Ba - Raie $\gamma_{2,1}$ (Cs)	79,6142 (19)	79,6179 (10)	79,61790 (43)	0,268	0,33
¹³³ Ba - Raie $\gamma_{1,0}$ (Cs)	80,9979 (11)	80,9972 (9)	80,99717 (33)	0,054	0,33
¹⁵⁵ Eu - Raie $\gamma_{2,0}$ (Gd)	86,5479 (10)	86,54449 (37)	86,54445 (20)	0,030	0,19
¹⁰⁹ Cd - Raie $\gamma_{1,0}$ (Ag)	88,0336 (10)	88,0330 (10)	88,03292 (20)	0,144	0,14
¹⁵⁵ Eu - Raie $\gamma_{3,0}$ (Gd)	105,3083 (10)	105,3088 (8)	105,30876 (19)	0,046	0,19
²³⁹ Np - Raie $\gamma_{8,5}$ (Pu)	106,1250 (20)	106,1181 (8)	106,11792 (32)	0,086	0,31
$K\alpha_2$ de Cs	30,62540 (45)	30,6251 (7)	30,62499 (26)	0,045	0,25
$K\alpha_1$ de Cs	30,97313 (46)	30,9726 (7)	30,97256 (26)	0,033	0,25
$K\alpha_1$ de Eu	41,54263 (41)	41,54327 (43)	41,54329 (20)	0,072	0,19
$K\alpha_2$ du Gd	42,30930 (43)	42,3094 (6)	42,30956 (19)	0,079	0,17
$K\alpha_1$ du Gd	42,99672 (44)	42,99709 (42)	42,99709 (18)	0,062	0,17
$K\alpha_2$ du Pu	99,5232 (12)	99,5269 (43)	99,5260 (7)	0,627	0,31
$K\alpha_1$ du Pu	103,7340 (6)	103,7328 (42)	103,7333 (6)	0,543	0,31

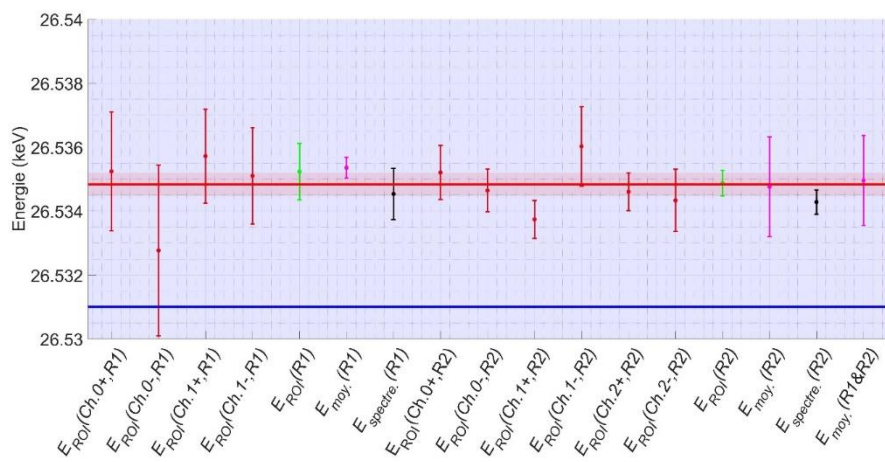
¹⁵⁵Eu - Raie $\gamma_{3,2}$ (Gd)



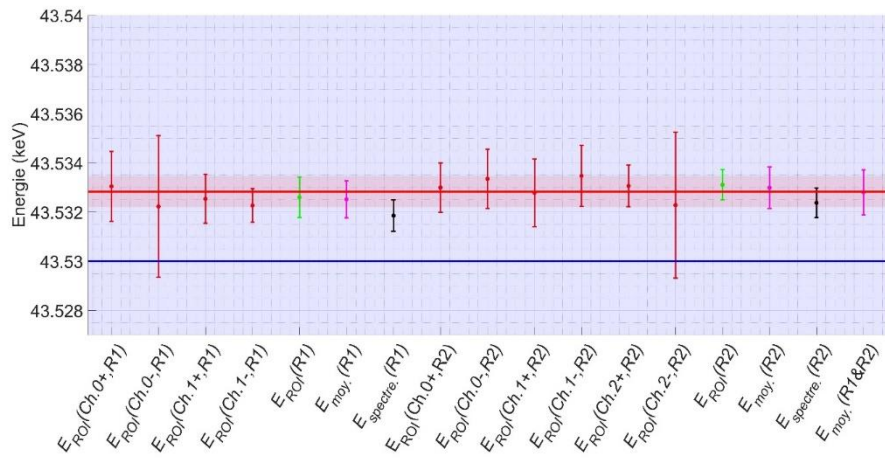
²⁴¹Am - Raie $\gamma_{2,1}$ (Np)



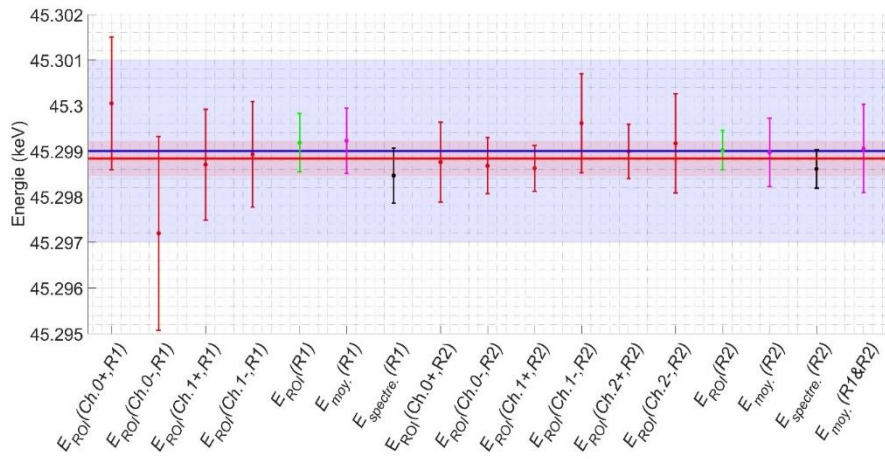
¹⁵⁵Eu - Raie $\gamma_{2,1}$ (Gd)



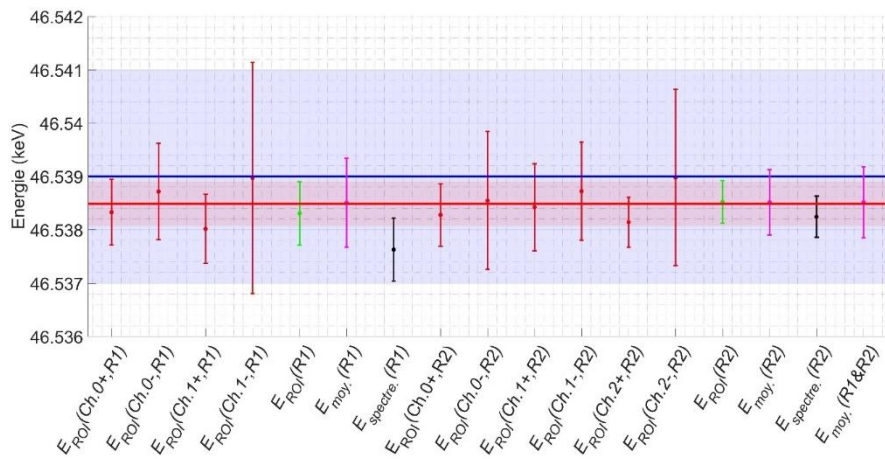
²⁴³Am - Raie $\gamma_{3,1}$ (Np)



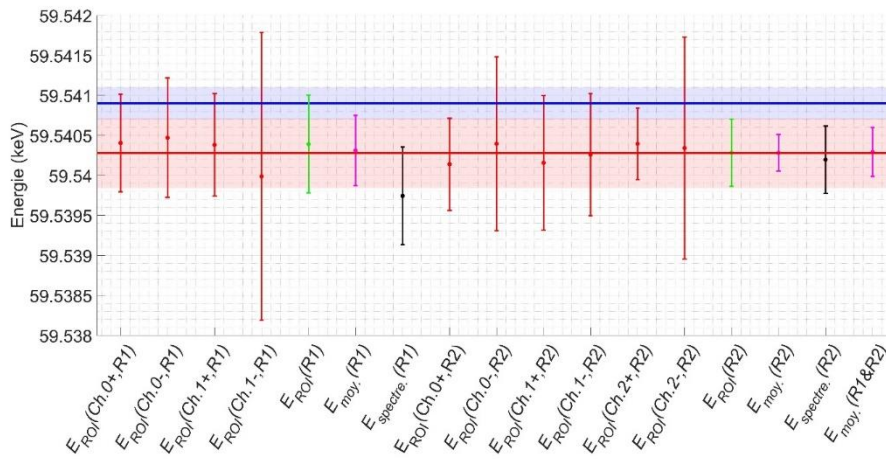
¹⁵⁵Eu - Raie $\gamma_{3,1}$ (Gd)



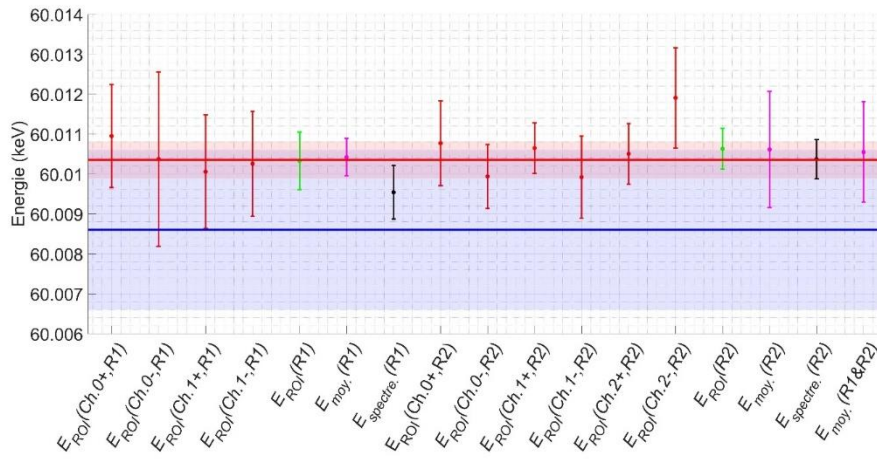
²¹⁰Pb - Raie $\gamma_{1,0}$ (Bi)



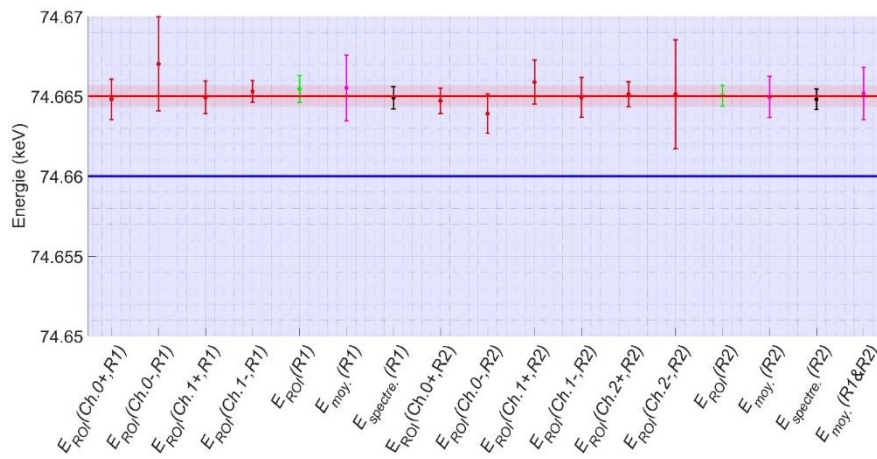
²⁴¹Am - Raie $\gamma_{2,0}$ (Np)



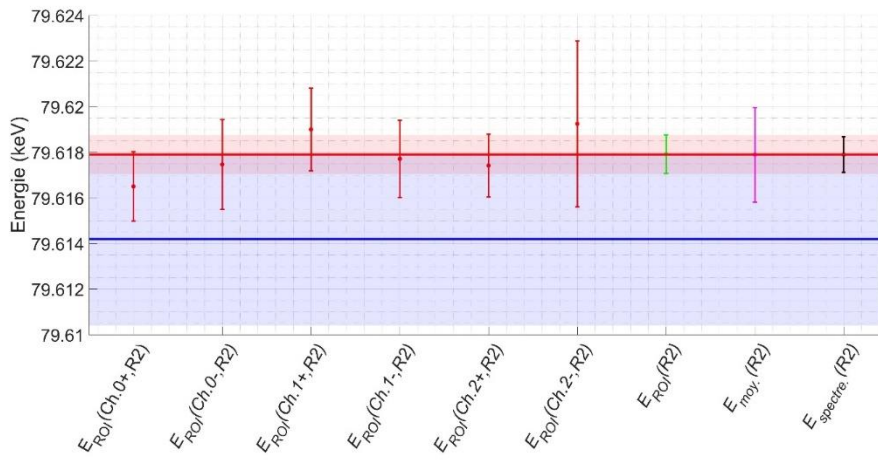
¹⁵⁵Eu - Raie $\gamma_{1,0}$ (Gd)



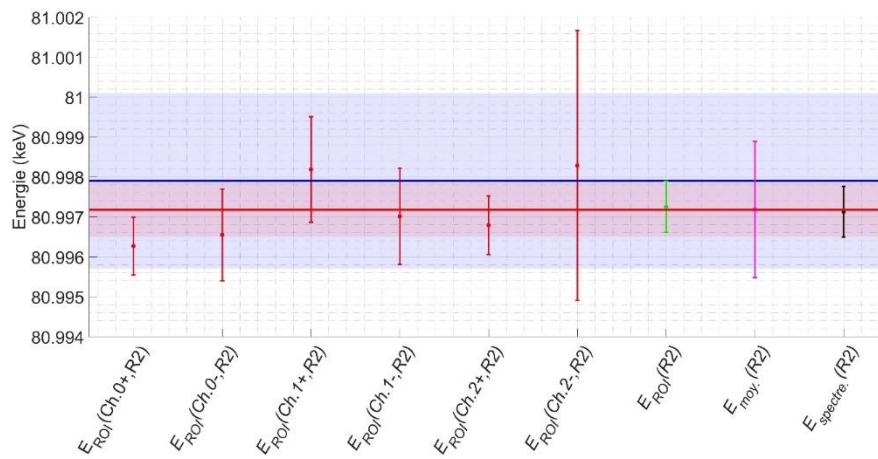
²⁴³Am - Raie $\gamma_{3,0}$ (Np)



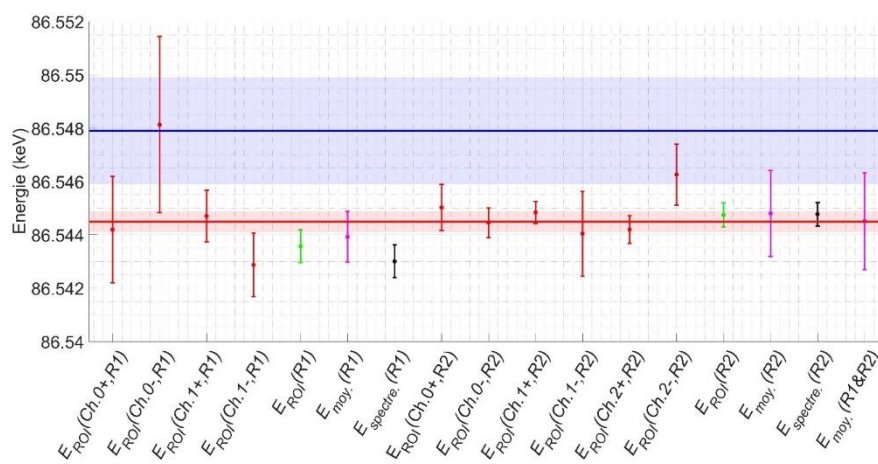
¹³³Ba - Raie $\gamma_{2,1}$ (Cs)



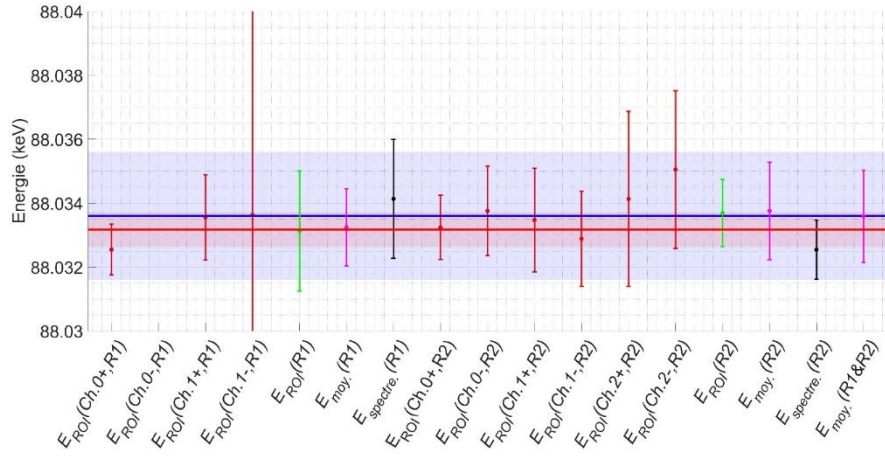
¹³³Ba - Raie $\gamma_{1,0}$ (Cs)



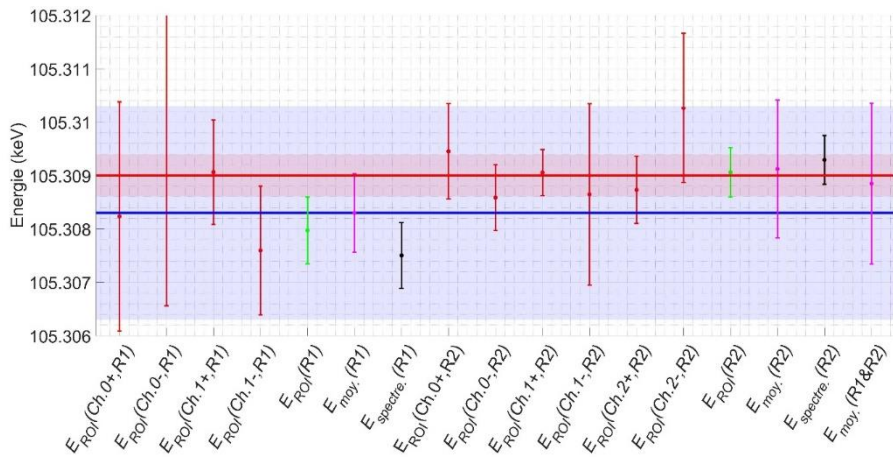
¹⁵⁵Eu - Raie $\gamma_{2,0}$ (Gd)



^{109}Cd - Raie $\gamma_{1,0}$ (Ag)



^{155}Eu - Raie $\gamma_{3,0}$ (Gd)



^{239}Np - Raie $\gamma_{8,5}$ (Pu)

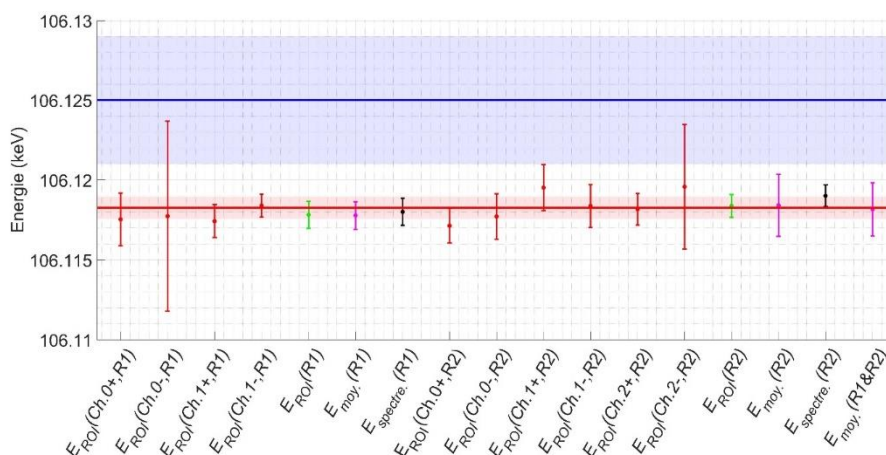


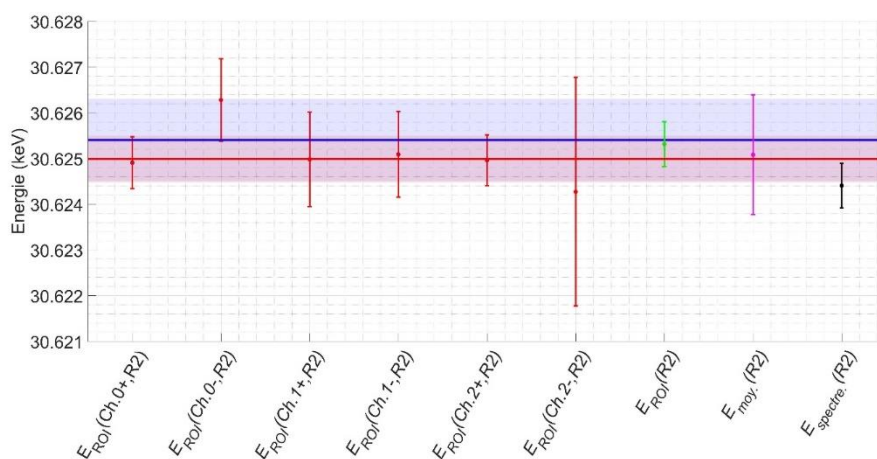
Figure 99 Comparaison entre les énergies E_{ROI}^i gamma obtenues par pixel i (labellisé Ch0+ à Ch.2+) et pour les Run1 et Run2 (labellisé R1 et R2) en points rouges. Comparaison entre les énergies obtenues en associant le Run1 et le Run2 et les pixels : $\bar{E}_{ROI,Rj}$ (points verts), $\bar{E}_{moy,Rj}$ (points magentas) et $E_{spec,Rj}$ (points noirs). La valeur $\bar{E}_{Stat,R1\&2}$ est représentée par la droite rouge, la bande rouge représente son incertitude. La droite bleue est la valeur recommandée dans les tables, et la bande bleue représente son incertitude [37]. Pour les raies $\gamma_{2,1}$ (Gd), $\gamma_{3,1}$ (Np) et $\gamma_{3,0}$ (Np), la bande bleue dépasse les limites de l'axe des ordonnées. Toutes les incertitudes sont élargies à $k = 2$.

5.2.6.3 Comparaison des énergies obtenues pour les raies X

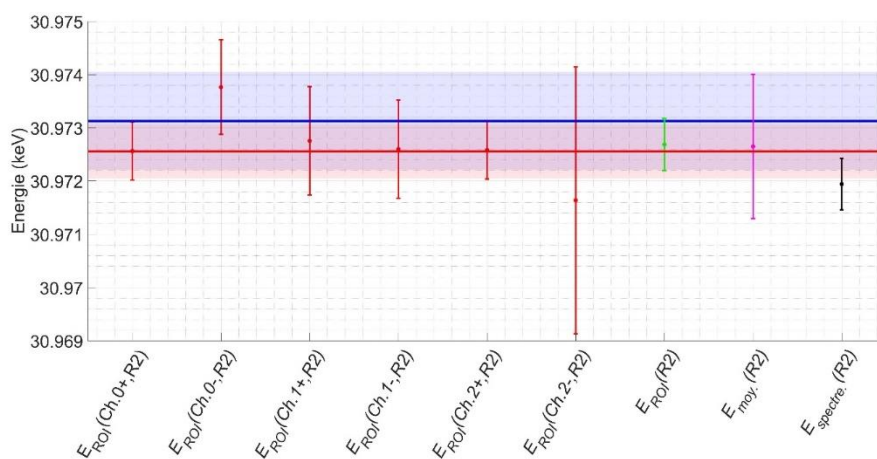
Les raies X mesurées ici sont les raies $K\alpha$ du césium, de l'euporium et du gadolinium émises entre 30 keV et 50 keV, et du plutonium autour de 100 keV. Les valeurs recommandées ont des incertitudes d'environ 0,4 eV pour les premières et de 1 eV pour le Pu. Les énergies de ces raies ont été mesurées par des spectromètres à dispersion de longueur d'onde, ainsi cette mesure permet de comparer les résultats obtenus avec des MMC avec des valeurs relativement précises issues d'une méthode de mesure différente et absolue. Pour sept des huit raies, il y a un très bon accord à $k = 1$. Bien que les deux jeux de données des raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ soient incohérents au sens du χ^2 critique, les résultats $\bar{E}_{Stat,R1\&2}$, $\bar{E}_{ROI,Rj}$, $\bar{E}_{moy,Rj}$ et $E_{spec,Rj}$ sont quant à eux parfaitement compatibles entre eux et avec les valeurs recommandées. Les seules valeurs mesurées qui ne sont pas compatibles avec la valeur recommandée concernent la raie X $K\alpha_2$ de l'euporium. La raison est la présence d'une interférence entre cette raie et la raie d'échappement à 49,975 keV issue du $K\alpha_1$ de l'or et du gamma de 109,77 keV de ^{169}Yb . Dans ce cas, le traitement du spectre combiné avec Colegram permet de séparer ces interférences. C'est pourquoi les énergies $E_{spec,Rj}$ sont en accord avec la valeur recommandée.

L'ensemble des énergies $\bar{E}_{moy,R1\&2}$ et $\bar{E}_{Stat,R1\&2}$ de raies X mesurées est résumé dans le tableau 13, soit selon deux des méthodes de combinaison des énergies des différents pixels.

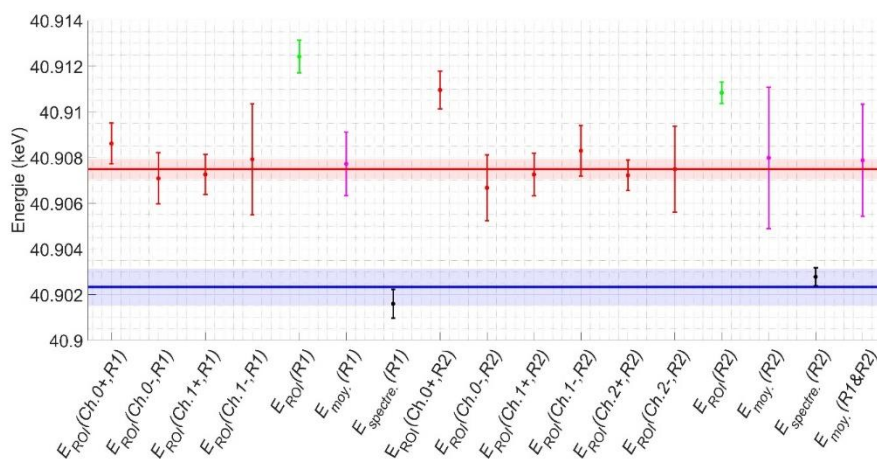
K α_2 de Cs



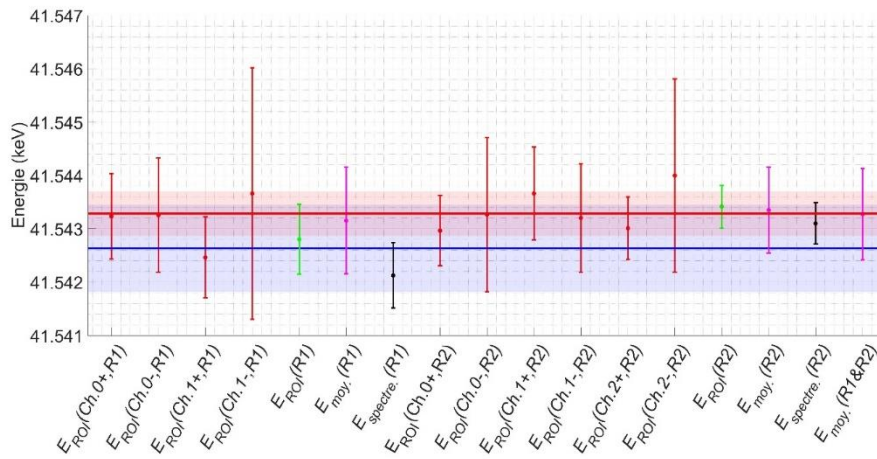
K α_1 de Cs



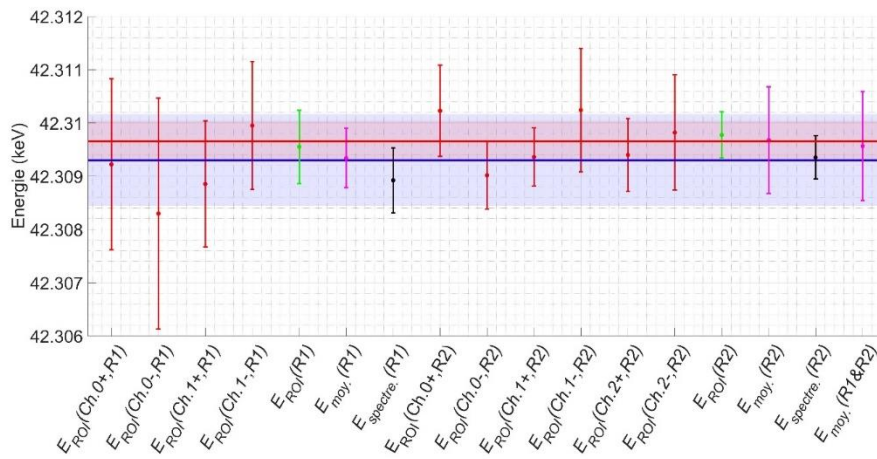
K α_2 de Eu



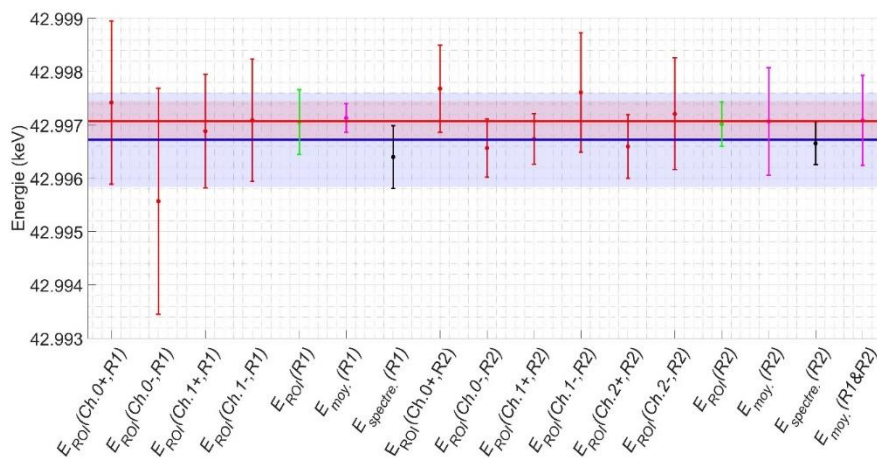
$K\alpha_1$ de Eu



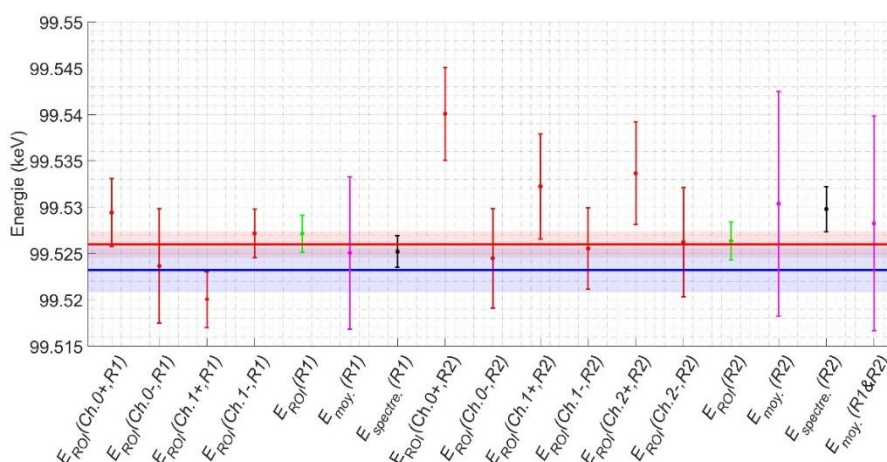
$K\alpha_2$ du Gd



$K\alpha_1$ du Gd



$K\alpha_2$ du Pu



$K\alpha_1$ du Pu

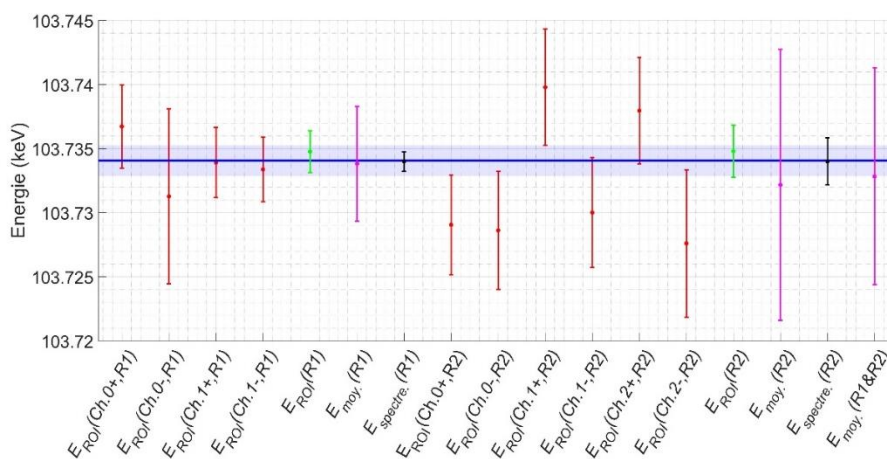


Figure 100 Comparaison entre les énergies E_{ROI}^i X Ka obtenues par pixel i (labellisé Ch0+ à Ch.2+) et pour les Run1 et Run2 (labellisé R1 et R2) en points rouges. Comparaison entre les énergies obtenues en associant le Run1 et le Run2 et les pixels : $\bar{E}_{ROI,Rj}$ (points verts), $\bar{E}_{moy,Rj}$ (points magentas) et $E_{spec,Rj}$ (points noirs). La valeur $\bar{E}_{stat,R1\&2}$ est représentée par la droite rouge, la bande rouge représente son incertitude. La droite bleue est la valeur recommandée dans les tables, et la bande bleue représente son incertitude [37] [39].

5.2.6.4 Comparaison des énergies obtenues pour les raies d'échappement

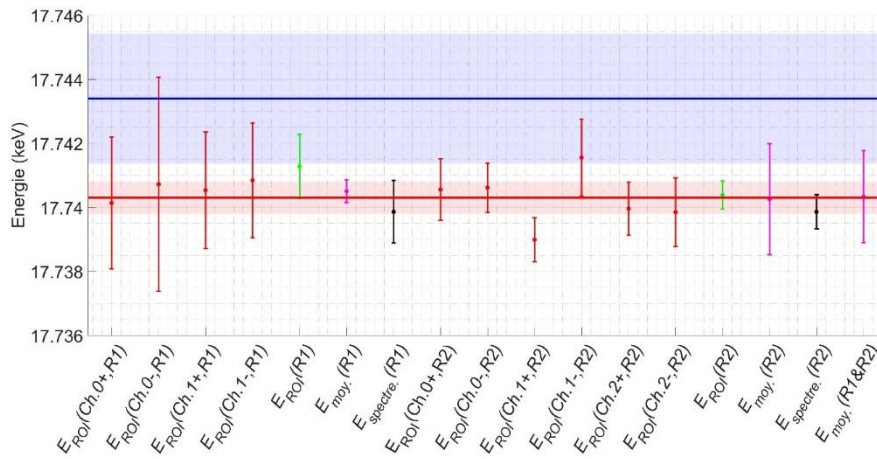
Les raies d'échappement des raies gamma sont une information intéressante à exploiter, car elles permettent de vérifier l'étalonnage à des énergies différentes des raies gamma absorbées, d'autant plus que les raies $K\alpha$ qui s'échappent de l'or sont énergétiques. Elles décalent vers les basses énergies les raies gamma de 68,80450 (18) keV et de 66,99073 (22) keV, respectivement avec un échappement $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ de l'or. De plus, l'incertitude sur ces raies $K\alpha$ est relativement faible, de 0,2 eV environ.

Six énergies de raies d'échappement ont été mesurées selon les 4 méthodes décrites en section 5.2.6.1. Elles correspondent aux raies d'échappement issues des photons gamma incidents de 105 keV,

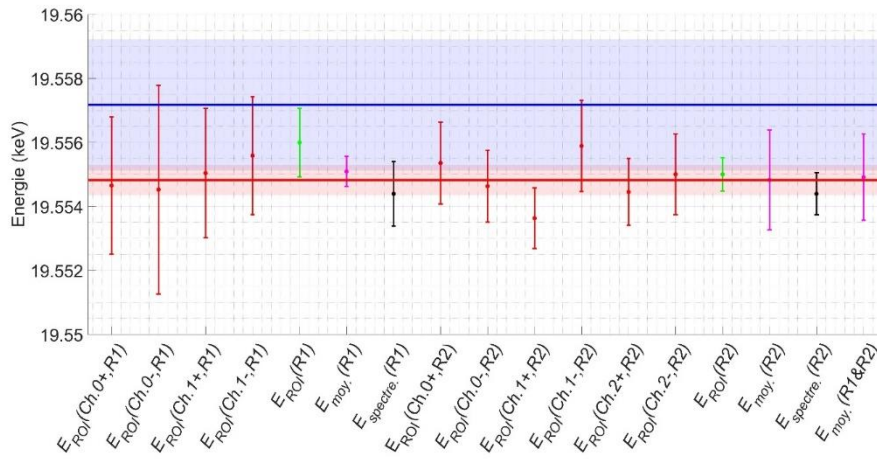
86 keV et 122 keV. En figure 99, il y avait un très bon accord entre la valeur recommandée et la valeur mesurée pour la raie à 105 keV de ^{155}Eu . Pour les échappements de cette raie à 36,5 keV et 38,3 keV en figure 101, on observe également un très bon accord avec la valeur calculée à partir des valeurs recommandées, signifiant que la mesure est compatible à la fois avec la raie gamma de 105 keV et avec les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ de l'or. En ce qui concerne les échappements de la raie de 86 keV de ^{155}Eu (en figure 101), il y a un désaccord entre nos mesures et les valeurs calculées à partir des valeurs recommandées. Néanmoins il y avait également un désaccord en figure en figure 99 sur la mesure de la raie de 86 keV, et on retrouve le même biais sur les raies d'échappement. Le calcul des énergies $K\alpha$ de l'or mesurées à partir de la raie gamma de 105 keV mesurée ($\bar{E}_{Stat,R1\&2} = 105,30876$ (19) keV) et des raies d'échappement mesurées ($\bar{E}_{Stat,R1\&2} = 38,31809$ (28) et $\bar{E}_{Stat,R1\&2} = 36,50412$ (24) keV) donne comme énergies 68,80464 (34) keV et de 66,99067 (31) keV, en accord à $k = 1$ avec les valeurs recommandées 68,80450 (18) keV pour $K\alpha_1$ et 66,99073 (22) keV pour $K\alpha_2$.

Ces accords confortent à la fois la correction de non-linéarité, l'évaluation des énergies mesurées et leurs incertitudes.

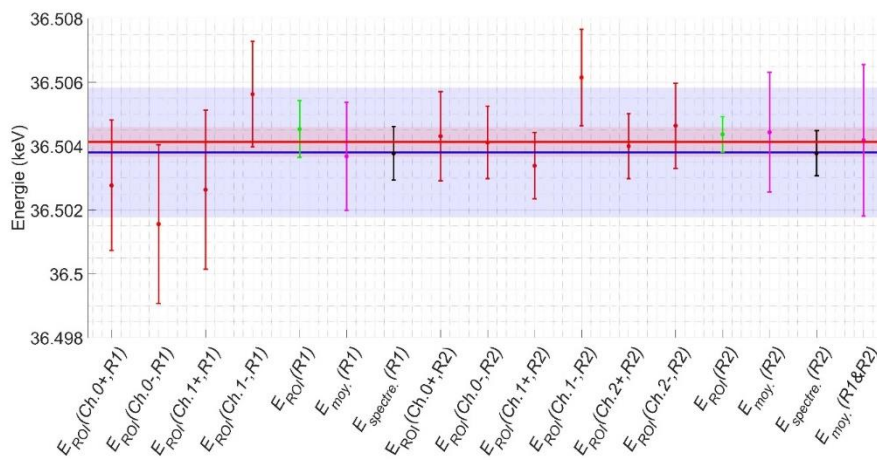
Echappement de $K\alpha_1$ de l'or du gamma de 86 keV



Echappement de $K\alpha_2$ de l'or du gamma de 86 keV



Echappement de $K\alpha_1$ de l'or du gamma de 105 keV



Echappement de $K\alpha_2$ de l'or du gamma de 105 keV

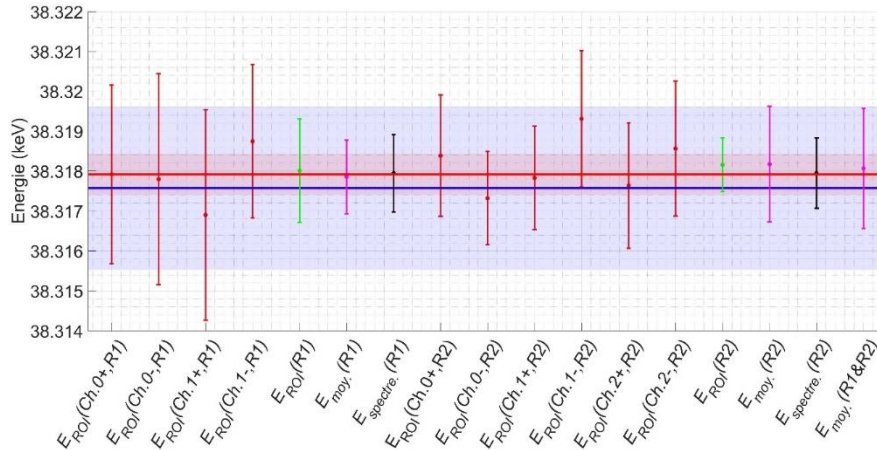
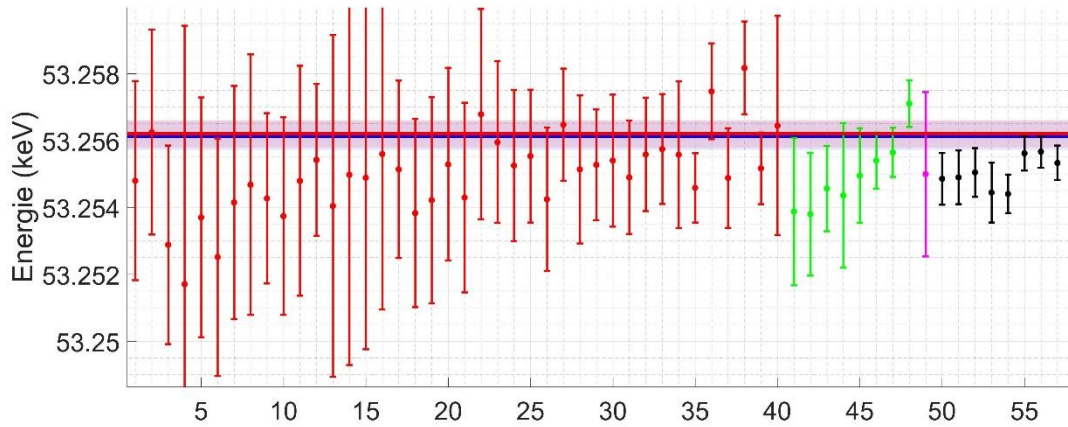


Figure 101 Comparaison entre les énergies E_{ROI}^i des raies d'échappement Ka de l'or issues des raies gamma de 86 keV et 105 keV, les énergies obtenues par pixel i (labellisé Ch.0+ à Ch.2+) et pour les Run1 et Run2 (labellisé R1 et R2) en points rouges. Comparaison entre les énergies obtenues en associant le Run1 et le Run2 et les pixels : $\bar{E}_{ROI,Rj}$ (points verts), $\bar{E}_{moy,Rj}$ (points magentas) et $E_{spec,Rj}$ (points noirs), la valeur $\bar{E}_{stat,R1\&2}$ est représentée par la droite rouge, la bande rouge représente son incertitude. La droite bleue est la valeur calculée à partir des valeurs recommandées des raies gamma impliquées et des raies Ka de l'or dans les tables, et la bande bleue représente son incertitude [37] [39].

Enfin, le dernier jeu de données concerne les échappements de la raie gamma de 122 keV qui est une raie étalon. Cette raie étant présente dans tous les mélanges de sources, il y a un jeu de données de 40 valeurs pour chaque raie échappée. Les 40 énergies mesurées sont représentées par les points rouges en figure 102. Pour l'échappement de $K\alpha_1$ de l'or du gamma de 122 keV à 53,2 keV, seules deux valeurs sont non compatibles, ce qui est acceptable, sachant qu'à $k = 2$, 95% des valeurs sont dans l'intervalle de confiance. Pour l'échappement de $K\alpha_2$ de l'or du gamma de 122 keV à 53,2 keV, toutes les valeurs sont compatibles. Pour ces valeurs, l'incertitude est dominée par l'incertitude statistique.

Les énergies $\bar{E}_{ROI,Rj}$ en points verts déterminent l'énergie combinée sur les pixels de la mesure d'un mélange. Il y a huit valeurs, pour quatre mélanges pour le Run1 et quatre mélanges pour le Run2. Pour l'échappement de $K\alpha_1$ de l'or, elles sont tout juste compatibles, et on observe une tendance vers une énergie inférieure sans raison évidente. On observe la même tendance pour les énergies $E_{spec,Rj}$ déterminées avec Colegram. Néanmoins, $\bar{E}_{stat,R1\&2}$ calculée sur les huit énergies $\bar{E}_{ROI,Rj}$ est parfaitement compatible. Pour l'échappement de $K\alpha_2$ de l'or, toutes les valeurs sont compatibles avec la valeur recommandée.

Echappement de $K\alpha_1$ de l'or du gamma de 122 keV



Echappement de $K\alpha_2$ de l'or du gamma de 122 keV

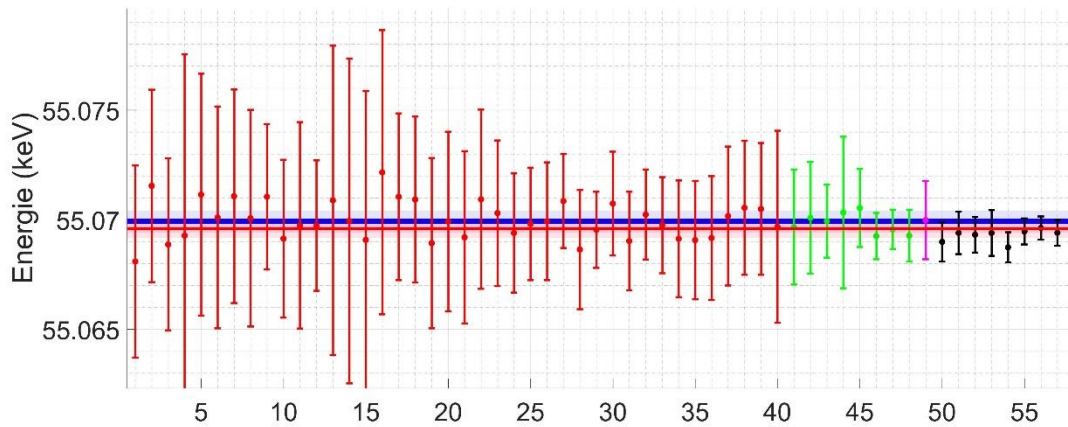


Figure 102 Comparaison entre les énergies $X K\alpha$ obtenues par pixel de 1 à 16 et pour le Run1 et de 17 à 24 pour le Run2 en points rouges. $\bar{E}_{ROI,Rj}$ est en points verts de 41 à 48. $\bar{E}_{moy,Rj}$ est en points magentas à l'abscisse 49. $E_{spec,Rj}$ est en points noirs de 50 à 57. La valeur $\bar{E}_{stat,R1\&2}$ calculée sur les valeurs $\bar{E}_{ROI,Rj}$ est représentée par la droite rouge, la bande rouge représente son incertitude. La droite bleue est la valeur recommandée dans les tables, et la bande bleue représente son incertitude [37] et [39].

6 Conclusions et perspectives

Près d'un quart de siècle après l'évaluation et la mesure d'énergies des raies gamma par R. G. Helmer et C. van der Leun, évaluation utilisée comme référence pour la plupart des bases de données, nous avons atteint l'objectif de cette thèse, à savoir fournir des nouvelles mesures d'énergie de photons X et gamma entre 10 keV et 150 keV avec des incertitudes de l'ordre 0,1 eV. Les énergies de 15 raies gamma ont été mesurées et pour 14 d'entre elles, l'incertitude obtenue est plus faible que celle des valeurs recommandées.

Cela permet de souligner le travail remarquable de R. G. Helmer et C. van der Leun, qui, avec la résolution limitée de détecteurs à semi-conducteur, mais combinée à une méthode d'analyse des données appropriée, avaient réussi à atteindre des niveaux d'incertitudes jusqu'ici inégalés.

Pour atteindre l'objectif de la thèse, nous avons développé un spectromètre à dispersion d'énergie haute résolution en énergie basé sur les calorimètres métalliques magnétiques (MMC). Ce spectromètre, composé de 8 pixels en or, est capable de mesurer des photons de quelques keV jusqu'à environ 200 keV avec une résolution en énergie à mi-hauteur comprise entre 15 eV et 36 eV sur toute cette gamme d'énergie. Ces excellentes résolutions ne peuvent être atteintes qu'en fonctionnant à très basse température, 15 mK, dans un réfrigérateur à dilution. Les photons mesurés lors de cette thèse sont émis par différents radionucléides préalablement sélectionnés. Afin d'avoir des performances reproductibles lors des acquisitions de données et pour optimiser les temps de mesure, un passeur cryogénique de sources radioactives a été développé, quatre sources sont ainsi mesurées successivement au plus près du détecteur sans avoir à réchauffer le réfrigérateur.

Les MMC sont intrinsèquement non-linéaires, mais leur non-linéarité est précisément corrigée par un simple polynôme de second ordre, à condition d'avoir des raies de référence pour étalonner le détecteur. C'est pourquoi, les quatre sources sont des mélanges de radionucléides dont certains émettent des énergies gamma connues avec de très faibles incertitudes et utilisées comme raies de référence. C'est le cas notamment de l'ytterbium-169 dont la source a été produite par le cyclotron Arronax. La répartition des radionucléides entre les quatre sources a été optimisée afin de minimiser de possibles interférences spectrales. Deux lots de quatre sources ont été fabriqués au laboratoire avec des activités différentes et chacun des lots a été mesuré par le spectromètre à 15 mK durant deux semaines de sorte à obtenir une statistique de comptage de 5 millions et 12 millions d'évènements respectivement pour les deux spectres. Ces deux mesures ont été réalisées dans des conditions différentes de régulation température du réfrigérateur. En effet les fluctuations de température du détecteur entraînent, d'une part, une dégradation importante de la résolution, en ce sens, elles doivent impérativement être corrigées ; et d'autre part, elles peuvent indirectement engendrer d'autres non-linéarités.

Puis, différentes méthodes ont été appliquées pour évaluer les énergies des photons X et gamma mesurés : en traitant des régions d'intérêt propres à chaque valeur en énergie, ou en traitant les spectres en énergie avec des fonctions gaussiennes, et en analysant les données des pixels pris individuellement ou bien globalement. Quels que soient les lots mesurés, les conditions de température et les méthodes d'analyses appliquées, les résultats sont remarquablement compatibles entre eux aux incertitudes près pour quasiment toutes les énergies X et gamma mesurées ; cela

conforte la confiance dans les résultats obtenus, à la fois pour les valeurs d'énergies et pour les incertitudes associées.

Enfin, nous avons comparé les énergies de photons X mesurées par le spectromètre avec les valeurs recommandées, nous observons un très bon accord. Les photons X ayant des incertitudes faibles (inférieures à 0,2 eV), et des valeurs recommandées fiables, issues de mesure par des spectromètres à dispersion de longueur d'onde, sont des références fiables et une base solide de comparaison. Il en est de même pour les raies d'échappement issues d'une énergie gamma servant à l'étalonnage.

En termes de perspective, pour baisser les incertitudes de mesure, il faudrait réduire les incertitudes de type B liées à la correction de non-linéarité, elles-mêmes probablement limitées par des sources de non-linéarité autres que celle du détecteur. Ces non-linéarités additionnelles, une fois intriquées, sont difficilement corrigibles. Elles sont issues de différents étages de la chaîne électronique d'acquisition. Au cours de la thèse, nous avons tenté d'identifier des non-linéarités des électroniques, par exemple en caractérisant le numériseur de la carte d'acquisition et les préamplificateurs avec une source de tension étalonnée, ou bien en injectant des impulsions par un générateur au cours de la mesure pour vérifier la stabilité des impulsions en sortie. Ces tests n'ont pas été concluants car il est difficile d'identifier si la non-linéarité observée est produite par la source ou par l'élément testé. Des générateurs extrêmement précis et linéaires existent mais sont onéreux, tout comme il existe des numériseurs commercialisés avec des caractéristiques linéaires (Integral Nonlinearity INL) excellentes, mais une carte d'acquisition dédiée doit alors être développée.

Enfin il serait intéressant de vérifier les résultats obtenus en utilisant un radionucléide étalon autre que l' ^{169}Yb , en particulier le ^{161}Tb . Mais sa période de 6,8 jours pose de sérieuses contraintes pour réaliser la mesure en quelques jours avec des MMC.

Les énergies X et gamma fournies au terme de ce travail de thèse pourront être utilisées par les évaluateurs de données pour recommander de nouvelles valeurs dans différentes bases de données. Elles pourront aussi être utilisées par la communauté scientifique pour étalonner l'échelle en énergie de leurs détecteurs lorsque des mesures précises de transitions X et gamma sont nécessaires à quelques 0,1 eV près.

7 Annexe : Radionucléides d'intérêt pour la thèse et leurs émissions gamma dans la littérature

^{57}Co : Le ^{57}Fe émet des rayons gamma suite à la décroissance du ^{57}Co . Trois émissions gamma sont traitées ici. Plusieurs mesures ont été effectuées pour mesurer avec précision les énergies des émissions gamma de la décroissance du ^{57}Co . Les évaluateurs KRI/V.P Chechev et N.K.Kuzmenko [37] ont retenu les valeurs affichées tableau 2.

Les énergies de $\gamma_{2,1}$ et $\gamma_{2,0}$ sont mesurées à l'aide d'un WDS par G. L. Borchert [133]. Il obtient $\gamma_{2,1} = 122,05826(12)$ keV et $\gamma_{2,0} = 136,47089(30)$ keV. Ces valeurs sont relatives à l'énergie absolue de 411,794 keV du ^{198}Au . Cependant Borchert exclut l'incertitude de la valeur absolue. Helmer corrige les valeurs obtenues par Borchert en incluant les incertitudes (module de toutes les incertitudes). Pour ^{198}Au il prend la même raie mais mesurée par Deslattes avec l'incertitude mise à jour [134].

^{109}Cd : Le ^{109}Ag émet un rayon gamma suite à la décroissance du ^{109}Cd . Une seule émission gamma est traitée ici. Cette valeur est issue de la DDEP. Les évaluateurs M.M. Bé, E. Schönfeld [135] ont retenu les valeurs du tableau 2. Helmer corrige la mesure effectuée par Hamilton et Reidy [136] p873. A la page 872 Hamilton et Reidy expliquent que les énergies gamma affichées dans le tableau 18.1 sont des mesures relatives à la valeur absolue du ^{198}Au , qui est de $411,795 \pm 0,007$ keV [137]. La mesure a été effectuée à l'aide d'un WDS et un cristal en germanium, sa valeur est de 88,032(2) keV. Helmer corrige la valeur en prenant en compte des incertitudes mises à jour et obtient 88,0336(10) keV.

^{125}I : Le ^{125}Te émet un rayon gamma suite à la décroissance du ^{125}I . Une seule émission gamma est traitée ici. Cette valeur est issue de la DDEP. Les évaluateurs V. Chisté, E. Schönfeld and M.M. Bé [138] ont retenu la valeur affichée tableau 2. Katakura a lui-même trouvé cette valeur sur [139]. Il a mesuré la raie gamma en utilisant comme références les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du Pr. Le détecteur utilisé est un spectromètre 2m « bent crystal ». Il obtient une longueur d'onde $\lambda = 349,328(5)$ mÅ. En utilisant la constant de conversion vers énergie de (12398,30(7) keV.mÅ) la raie en énergie gamma est de 35,4919(5) keV. Katakura prend la longueur d'onde de Miller dans [139] mais utilise un autre facteur de conversion. Le facteur de conversion est de 12398,422(37) keV.mÅ [43], $12398,422/349.328 = 35,4922$ keV.

^{129}I : Le ^{129}Xe émet un rayon gamma suite à la décroissance du ^{129}I . Une seule émission gamma est traitée ici. Cette valeur est issue de la DDEP, les évaluateurs V. P. Chechev and V. O. Sergeev ont retenu la valeur affichée tableau 2 [49]. D'après la DDEP, la mesure a été effectuée à l'aide d'un semi-conducteur HPGe [140].

^{155}Eu : Le ^{155}Gd émet des rayons gamma suite à la décroissance du ^{155}Eu . Deux émissions gamma sont traitées ici. Plusieurs mesures ont été effectuées pour mesurer avec précision les énergies des émissions gamma de la décroissance du ^{155}Eu . Les évaluateurs de la DDEP ont retenu les valeurs affichées tableau 2 [50]. Les évaluateurs font une moyenne pondérée des valeurs Table 3 [50]. Au moins une des valeurs a été mesurée à l'aide d'un WDS [141]

^{169}Yb : Le ^{169}Tm émet des rayons gamma suite à la décroissance du ^{169}Yb . trois émissions gamma sont traitées ici. Plusieurs mesures ont été effectuées pour mesurer avec précision les énergies des émissions gamma de la décroissance du ^{169}Yb . Les évaluateurs de la DDEP ont retenu les valeurs

affichées tableau 2 [51]. Ces 3 énergies gamma sont fournies par Helmer dans [11] p(41) (table 4). Ici Helmer corrige les raies mesurées par G L Borchert dans [142]. A l'aide d'un WDS étalonné à l'aide de la raie 411,794 keV du ^{198}Au , il obtient 63,11924(3) keV, 93,61260(6) keV et 109,77709(5) keV. Borchert ne prend pas en compte l'incertitude de la valeur absolue de la raie du ^{198}Au . Dans Borchert il est dit que l'erreur relative en énergie est comprise entre de 4×10^{-7} x énergie mesurée et 2×10^{-6} x énergie mesurée. Helmer prend en compte toutes les incertitudes avec les valeurs de référence mis à jour [11]. La DDEP adopte ses valeurs.

^{241}Am : Le ^{237}Np émet des rayons gamma suite à la décroissance alpha du ^{241}Am . Il y a une émission gamma qui est traitée ici. Cette valeur a été fournie par la DDEP [52] dont le commentaire utilise la valeur affichée tableau 2 [53]. Le document fait une compilation des données mesurées. La valeur en énergie gamma retenue (p2378) vient de Helmer dans [11] (p65 et 61). Dans le tableau 7 (p61) Helmer propose 2 valeurs pour la raie gamma traitée ici et en adopte une. Helmer mesure l'écart en énergie entre deux raies proches dont l'une est bien connue et l'autre est celle qui doit être mesurée. En additionnant ou soustrayant (selon si l'énergie de la raie de référence est plus ou moins élevée que celle de la raie à mesurer) la raie de référence et l'écart entre les deux raies il obtient la valeur de la deuxième raie qu'il souhaite mesurer. En effet dans le tableau 7 (p61) il est affiché qu'avec la raie de référence $E_\gamma=48,91533(5)$ keV du ^{161}Tb et la différence de 10,6256(1) keV (tableau 5 p45) entre la raie 59 keV de ^{241}Am et la raie 48 keV du ^{161}Tb cf.[143], la valeur en énergie de la raie est donc de 59,5409(1) keV.

$$E_{\gamma^{241\text{Am}}} = 48,91522 + 10,6256 = 59,54093 \text{ keV}$$

Toujours dans le tableau 7 (p61) il est affiché qu'avec la raie de référence $E_\gamma=74,56669(6)$ keV du ^{161}Tb et la différence de 15,0260(2) keV (tableau 5 p 45) [143] entre la raie de 74 keV du ^{161}Tb et la raie de 59 keV du ^{241}Am , la valeur en énergie obtenu est de 59,5407(2).

$$E_{\gamma^{241\text{Am}}} = 74,56669 - 15,0260 = 59,54069 \text{ keV}$$

Les valeurs traitées ici viennent du tableau 5 de [11] qui viennent de la référence 47 de Helmer qui est la référence [143] dans la bibliographie de la thèse. Les valeurs tableau 5 sont importantes car à l'aide des valeurs de raies de référence et de différences entre deux raies proches Helmer en déduit la valeur adoptée par la DDEP. Il est expliqué dans [143] que mesurer la différence entre deux pics proches dans un spectre en énergie permet de déduire la valeur du deuxième pic avec une grande précision si le premier pic est bien connu (venant d'une raie de référence). L'énergie du deuxième pic peut changer après une réévaluation de la valeur du premier pic. La mesure a été effectuée à l'aide de 3 détecteurs semi-conducteur. L'un des détecteurs est un Si(Li) et les 2 autres sont en germanium. A cause du faible taux de comptage, le temps de comptage variait de 1 à 3 jours. Pour une énergie à 29,1 keV la résolution est de 270 eV pour les détecteurs en Si(Li), et 345 et 370 eV pour les détecteurs en Ge. (La valeur en énergie mesurée varie légèrement en fonction de la position de la source). Cependant à faible énergie Helmer signale que l'impact de la position de la source est négligeable (estimation dans l'expérience de 0,03 eV à 100 keV. Dans la table 1 p435 la valeur moyenne des 3 détecteurs mesurant l'écart entre la raie 48 keV du ^{161}Tb et la raie 59 keV du ^{241}Am vaut $\Delta E_\gamma = 10,6257(1)$ keV. Helmer explique dans [11] (p49) avoir corrigé les valeurs de [143]. Dans le même tableau figurent aussi les mesures de l'écart entre la raie 59 keV du ^{241}Am et la raie 74 keV du ^{161}Tb . La valeur moyenne obtenu par les 3 détecteurs est de 15,0261(2) keV. Dans le [11] Helmer fournit 15,0260(2) keV. Pour les deux écarts en énergie il y a une diminution de 0,1 eV de la valeur mesurée.

^{161}Tb : Le ^{161}Dy émet des rayons gamma suite à la décroissance du ^{161}Tb . Trois émissions gamma sont traitées ici. La DDEP trouve les mêmes valeurs sauf pour la valeur 25,65136 (3) keV, ce sont donc les valeurs de Helmer qui sont adoptées [11] (p41 tableau 4). Les valeurs d'Helmer viennent de [144]. Ici le ^{161}Tb a été mesuré à l'aide d'un WDS calibré à l'aide de la raie de 84 keV du ^{170}Tm fournie par Deslattes tableau 6 p417 dans [145].

Les valeurs des émissions gamma de la décroissance du ^{161}Tb mesurées sont de 25,65150(7), 48,91562(14) et 74,56711(22) keV. Celles-ci sont corrigées par Helmer dans [11].

^{243}Am : Le ^{239}Np émet des rayons gamma suite à la décroissance α du ^{243}Am . Les émissions gamma sont fournies par la DDEP [146]. Les valeurs adoptées ci-dessous sont les moyennes pondérées des valeurs fournies par Irshad Ahmad dans [54] et J.C.Pate dans [55]. Ahmad utilise un détecteur semi-conducteur en germanium et obtient les valeurs en énergie 43,53(2), 74,66(2) et 86,71(2) keV (table 2 p12)[54]).

Les énergies gamma ont été mesurées en comptant l'échantillon et le radionucléide de référence en même temps. J.C Pate utilise un détecteur semi-conducteur en germanium d'une résolution de 500 eV pour une mesure de 59,54 keV. Il obtient 43,53(15), 74,67(15) et 86,79(15) keV (table 1 p 171 [55]) :

^{170}Tm : Le ^{170}Tm décroît à 99,9 % en 170Yb en émettant un β^- puis émet un gamma avec une intensité de 2.48 %. Les énergies des photons gamma retenues ont été fournies par la DDEP [147]. Helmer fournit ces valeurs dans le tableau 4 p41 de [11]. Il corrige la valeur mesurée par W Beer et J Kern dans [148] (Table 4 p186) qui est de $E_\gamma=84,25168$ keV avec une erreur de mesure de 0,16 eV, l'erreur relative de 0,38 eV et l'erreur absolue de 1,5 eV. Le mesure a été effectuée à l'aide d'un WDS étalonné à l'aide de la raie 411,794(7) keV du ^{198}Au .

^{172}Hf : Le ^{172}Hf n'est pas présent dans la DDEP, les émissions gamma suite à sa décroissance semblent peu étudiées. Cependant il y a deux émissions gamma qui ont été fournies par Helmer dans [11] qui révisé ses valeurs mesurées à l'aide d'un détecteur semi-conducteur en Si(Li) et deux en Germanium. Comme pour le ^{241}Am , il mesure des écarts en énergie entre deux raies gamma très proches. L'une des raies gamma est bien connue et l'autre est déduit grâce à l'écart et la valeur en énergie de la raie gamma connue. Les raies adoptées par Helmer dans [11] est de 81,7509(5) et 90,6434(19) keV.

Dans [143] Helmer utilise comme référence des raies de ^{161}Tb puis ^{172}Hf qu'il a mesurées, ce qui pose problème car il utilise des valeurs qu'il n'adopte pas pour en déduire d'autres valeurs qu'il va adopter. Pour mesurer la raie gamma de 23,9 keV du ^{172}Hf il mesure l'écart entre la raie à 23,9 keV du ^{172}Hf et la raie de 25,65150(3) keV du ^{161}Tb . Il trouve une différence de 1,7184(2) keV et en déduit que l'énergie du pic du ^{172}Hf vaut 23,9331 keV. Helmer n'adopte pas cette valeur.

Pour mesurer la raie gamma de 78,7 keV du ^{172}Hf il mesure l'écart entre le pic de la raie à 78,7 keV du ^{172}Hf et la raie de 74,56711(10) keV du ^{161}Tb . Il trouve une différence de 4,1755(6) keV et en déduit que l'énergie du pic du ^{172}Hf vaut 78,7426(6) keV. Helmer n'adopte pas cette valeur. Pour mesurer la raie gamma de 81,7 keV du ^{172}Hf il mesure l'écart entre le pic de la raie à 81,7 keV du ^{172}Hf et la raie de 74,56711(10) keV du ^{161}Tb . Il trouve une différence de 7,1841(6) keV et en déduit que l'énergie du pic du ^{172}Hf vaut 81,7512(6) keV. De nouveau pour mesurer la raie gamma de 81,7 keV du ^{172}Hf il mesure l'écart entre le pic de la raie à 81,7 keV du ^{172}Hf et la raie de 78,7426(6) keV du ^{172}Hf , qui a été mesurée précédemment et pas adoptée, pour trouver une différence de 3,0088(4) et en déduire une valeur de 81,7514(7) keV. Helmer décide d'adopter la valeur de 81,7513(5) keV. Pour mesurer la raie gamma de

90,6 keV du ^{172}Hf il mesure l'écart entre le pic de la raie à 90,6 keV du ^{172}Hf et la raie de 74,56711(10) keV du ^{161}Tb . Il trouve une différence de 16,0787(8) keV et en déduit que l'énergie du pic du ^{172}Hf vaut 90,6458(8) keV. De nouveau pour mesurer la raie gamma de 90,6 keV du ^{172}Hf il mesure l'écart entre le pic de la raie à 90,6 keV du ^{172}Hf et la raie de 81,7513(5) keV du ^{172}Hf qui a été mesurée précédemment et adoptée pour trouver une différence de 8,8907(8) keV et en déduire une valeur de 90,6420(9) keV. La valeur adoptée par Helmer est de 90,6434(19) keV.

^{133}Ba : Le ^{133}Cs émet des photons γ suite à la décroissance du ^{133}Ba . Les émissions γ qui sont traitées ici sont fournies par la DDEP [56]. Elle révisé les valeurs de Helmer et de Wesselborg [11] [57] pour la valeur de 80,9979(11).

^{210}Pb : Le ^{210}Bi émet des photons γ suite à la décroissance du ^{210}Pb . L'émission gamma traitée ici est fournie par Helmer [11]. Cette énergie a été mesurée par Helmer à l'aide d'un détecteur semi-conducteur en germanium [149]. Cette valeur a été déduite à partir de l'écart entre la transition gamma du ^{210}Pb et la raie du ^{99}Mo de 40,58347(17) keV. Pour mesurer avec efficacité une raie il faut étalonner le détecteur avec une raie proche. Il serait intéressant de mesurer la raie à mesurer et la raie de référence en même temps. Le facteur de conversion longueur d'onde/énergie utilisé par Helmer est de $1,23984244(37)\times 10^{-6}$ eV.m [11]. Le NIST a en 2018 établi que le facteur de conversion était de $1,239841984\times 10^{-6}$ eV.m [34].

Références

- [1] X. Barcons *et al.*, « Athena: ESA 's X-ray observatory for the late 2020s », *Astron. Nachrichten*, vol. 338, n° 2-3, p. 153-158, mars 2017, doi: 10.1002/asna.201713323.
- [2] O. Limousin *et al.*, « Caliste 256: A CdTe imaging spectrometer for space science with a 580 μ m pixel pitch », *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. Accel. Spectrometers Detect. Assoc. Equip.*, vol. 647, n° 1, p. 46-54, août 2011, doi: 10.1016/j.nima.2011.05.011.
- [3] D. Barret *et al.*, « The ATHENA x-ray integral field unit (X-IFU) », in *Space Telescopes and Instrumentation 2018: Ultraviolet to Gamma Ray*, J.-W. A. Den Herder, K. Nakazawa, et S. Nikzad, Éd., Austin, United States: SPIE, juill. 2018, p. 51. doi: 10.1117/12.2312409.
- [4] F. Castellani, N. Clerc, E. Pointecouteau, Y. M. Bahé, J. Schaye, et F. Pajot, « A case study of an early galaxy cluster with the Athena X-IFU », *Astron. Astrophys.*, vol. 682, p. A23, févr. 2024, doi: 10.1051/0004-6361/202347612.
- [5] T. Okumura *et al.*, « Proof-of-Principle Experiment for Testing Strong-Field Quantum Electrodynamics with Exotic Atoms: High Precision X-Ray Spectroscopy of Muonic Neon », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 130, n° 17, p. 173001, avr. 2023, doi: 10.1103/PhysRevLett.130.173001.
- [6] D. Unger *et al.*, « MMC Array to Study X-Ray Transitions in Muonic Atoms », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 216, n° 1-2, p. 344-351, juill. 2024, doi: 10.1007/s10909-024-03141-x.
- [7] F. Wauters et A. Knecht, « The muX project », *SciPost Phys. Proc.*, n° 5, p. 022, sept. 2021, doi: 10.21468/SciPostPhysProc.5.022.
- [8] Tomas Sikorsky, Jeschua Geist, Daniel Hengstler, Sebastian Kempf, Loredana Gastaldo, Christian Enss, Christoph Mokry, Jörg Runke, Christoph E. Düllmann, Peter Wobrauschek, Kjeld Beeks, Veronika Rosecker, Johannes H. Sterba, Georgy Kazakov, Thorsten Schumm, and Andreas Fleischmann, « Measurement of the ^{229}Th Isomer Energy with a Magnetic Microcalorimeter », *Phys. Rev. Lett.* 125, 142503, 28 septembre 2020, <https://journals.aps.org/prl/abstract/10.1103/PhysRevLett.125.142503>.
- [9] L. Von Der Wense et B. Seiferle, « The ^{229}Th isomer: prospects for a nuclear optical clock », *Eur. Phys. J. A*, vol. 56, n° 11, p. 277, nov. 2020, doi: 10.1140/epja/s10050-020-00263-0.
- [10] J. A. Bearden, « X-Ray Wavelengths », *Rev. Mod. Phys.*, vol. 39, n° 1, p. 78-124, janv. 1967, doi: 10.1103/RevModPhys.39.78.
- [11] R. G. Helmer et C. van der Leun, « Recommended standards for γ -ray energy calibration (1999) », *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. Accel. Spectrometers Detect. Assoc. Equip.*, vol. 450, n° 1, p. 35-70, août 2000, doi: 10.1016/S0168-9002(00)00252-7.
- [12] R. Elwell *et al.*, « Laser Excitation of the Th-229 Nuclear Isomeric Transition in a Solid-State Host », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 133, n° 1, p. 013201, juill. 2024, doi: 10.1103/PhysRevLett.133.013201.
- [13] G. B. Kim *et al.*, « A New Measurement of the 60 keV Emission from Am-241 Using Metallic Magnetic Calorimeters », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 199, n° 3-4, p. 1055-1061, mai 2020, doi: 10.1007/s10909-020-02412-7.
- [14] G. Zschornack, *Handbook of X-Ray Data*, Springer International Publishing, 2007.
- [15] Stephanie Melhem, « Reference-free combined analysis GIXRF-XRR for the characterization of thin film materials and uncertainties calculation », Thèse de doctorat, 2024. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-04412121v1>
- [16] Glenn F. Knoll, *Radiation Detection and Measurement*, Wiley, 2010
- [17] C. E. Carlson, « The proton radius puzzle », *Prog. Part. Nucl. Phys.*, vol. 82, p. 59-77, mai 2015, doi: 10.1016/j.pnpnp.2015.01.002.
- [18] W. R. Johnson et G. Soff, « The lamb shift in hydrogen-like atoms, $1 \leq Z \leq 110$ », *At. Data Nucl. Data Tables*, vol. 33, n° 3, p. 405-446, nov. 1985, doi: 10.1016/0092-640X(85)90010-5.

- [19] V. A. Yerokhin et V. M. Shabaev, « Lamb Shift of $n = 1$ and $n = 2$ States of Hydrogen-like Atoms, $Z \leq 110$ », *J. Phys. Chem. Ref. Data* 44, 033103 (2015), <https://doi.org/10.1063/1.4927487>.
- [20] Th. Stöhlker *et al.*, « $1s$ Lamb Shift in Hydrogen-like Uranium Measured on Cooled, Decelerated Ion Beams », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 85, n° 15, p. 3109-3112, oct. 2000, doi: 10.1103/PhysRevLett.85.3109.
- [21] K. Kubiček, P. H. Mokler, V. Mäckel, J. Ullrich, et J. R. C. López-Urrutia, « Transition energy measurements in hydrogenlike and heliumlike ions strongly supporting bound-state QED calculations », *Phys. Rev. A*, vol. 90, n° 3, p. 032508, sept. 2014, doi: 10.1103/PhysRevA.90.032508.
- [22] P. Egelhof *et al.*, « Application of low temperature calorimeters for precise Lamb shift measurements on hydrogen-like very heavy ions », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 370, n° 1, p. 263-265, févr. 1996, doi: 10.1016/0168-9002(95)01105-6.
- [23] S. Kraft-Bermuth *et al.*, « Precise determination of the $1s$ Lamb shift in hydrogen-like lead and gold using microcalorimeters », *J. Phys. B At. Mol. Opt. Phys.*, vol. 50, n° 5, p. 055603, mars 2017, doi: 10.1088/1361-6455/50/5/055603.
- [24] B. Verbeek, *Developments Towards High-Resolution Muonic Atom X-ray Spectroscopy of Low-Z Elements : For precision measurements of absolute nuclear charge radii*, Master thesis, Uppsala University, 2023, <https://urn.kb.se/resolve?urn=urn:nbn:se:uu:diva-506706>
- [25] J. L. Friar, « Nuclear finite-size effects in light muonic atoms », *Ann. Phys.*, vol. 122, n° 1, p. 151-196, sept. 1979, doi: 10.1016/0003-4916(79)90300-2.
- [26] B. Ohayon *et al.*, « Towards Precision Muonic X-ray Measurements of Charge Radii of Light Nuclei », *Physics*, vol. 6, n° 1, p. 206-215, févr. 2024, doi: 10.3390/physics6010015.
- [27] D. Yan *et al.*, « Transition-Edge Sensor Optimization for Hard X-ray Applications », *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 31, n° 5, p. 1-5, août 2021, doi: 10.1109/TASC.2021.3059972.
- [28] A. Antognini *et al.*, « Muonic-Atom Spectroscopy and Impact on Nuclear Structure and Precision QED Theory », 2022, *arXiv*. doi: 10.48550/ARXIV.2210.16929.
- [29] N. F. Ramsey, « History of Atomic Clocks », *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, vol. 88, n° 5, p. 301, sept. 1983, doi: 10.6028/jres.088.015.
- [30] D. Puetzfeld et C. Lämmerzahl, Éd., « Relativistic Geodesy: Foundations and Applications », in *Fundamental Theories of Physics*, vol. 196. Springer International Publishing, 2019, doi: 10.1007/978-3-030-11500-5.
- [31] T. Sikorsky *et al.*, « Measurement of the Th-229 Isomer Energy with a Magnetic Microcalorimeter », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 125, n° 14, p. 142503, sept. 2020, doi: 10.1103/PhysRevLett.125.142503.
- [32] P. Jonnard et C. Bonnelle, « Cauchois and Sénémaud Tables of wavelengths of X-ray emission lines and absorption edges », *X-Ray Spectrom.*, vol. 40, n° 1, p. 12-16, janv. 2011, doi: 10.1002/xrs.1293.
- [33] R. Jenkins, R. Manne, R. Robin, et C. Senemaud, « Nomenclature, symbols, units and their usage in spectrochemical analysis - VIII. Nomenclature system for X-ray spectroscopy (Recommendations 1991) », *Pure Appl. Chem.*, vol. 63, n° 5, p. 735-746, janv. 1991, doi: 10.1351/pac199163050735.
- [34] E. Tiesinga, P. J. Mohr, D. B. Newell, et B. N. Taylor, « CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants: 2018 », *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 50, n° 3, sept. 2021, doi: 10.1063/5.0064853.
- [35] R. D. Deslattes et A. Henins, « X-Ray to Visible Wavelength Ratios », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 31, n° 16, p. 972-975, oct. 1973, doi: 10.1103/PhysRevLett.31.972.
- [36] R. G. Helmer, P. H. M. Van Assche, et C. Van Der Leun, « Recommended standards for gamma-ray energy calibration (1979) », *At. Data Nucl. Data Tables*, vol. 24, n° 1, p. 39-48, juill. 1979, doi: 10.1016/0092-640X(79)90038-X.

- [37] M. A. Kellett et O. Bersillon, « The Decay Data Evaluation Project (DDEP) and the JEFF-3.3 radioactive decay data library: Combining international collaborative efforts on evaluated decay data », *EPJ Web Conf.*, vol. 146, p. 02009, 2017, doi: 10.1051/epjconf/201714602009.
- [38] M. R. Bhat, « Evaluated Nuclear Structure Data File (ENSDF) », in *Nuclear Data for Science and Technology*, S. M. Qaim, Éd., in *Research Reports in Physics*, Springer Berlin Heidelberg, 1992, p. 817-821. doi: 10.1007/978-3-642-58113-7_227.
- [39] R. D. Deslattes, E. G. Kessler, P. Indelicato, L. de Billy, E. Lindroth, et J. Anton, « X-ray transition energies: new approach to a comprehensive evaluation », *Rev. Mod. Phys.*, vol. 75, n° 1, p. 35-99, janv. 2003, doi: 10.1103/RevModPhys.75.35.
- [40] U. Bonse et M. Hart, « An X-Ray Interferometer », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 6, n° 8, p. 155-156, avr. 1965, doi: 10.1063/1.1754212.
- [41] R. D. Deslattes *et al.*, « Determination of the Avogadro Constant », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 33, n° 8, p. 463-466, août 1974, doi: 10.1103/PhysRevLett.33.463.
- [42] R. D. Deslattes, E. G. Kessler, W. C. Sauder, et A. Henins, « Remeasurement of γ -Ray reference lines », *Ann. Phys.*, vol. 129, n° 2, p. 378-434, oct. 1980, doi: 10.1016/0003-4916(80)90394-2.
- [43] E. R. Cohen et B. N. Taylor, « The 1986 adjustment of the fundamental physical constants », *Rev. Mod. Phys.*, vol. 59, n° 4, p. 1121-1148, oct. 1987, doi: 10.1103/RevModPhys.59.1121.
- [44] G. B. Kim *et al.*, « A New Measurement of the 60 keV Emission from Am-241 Using Metallic Magnetic Calorimeters », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 199, n° 3-4, p. 1055-1061, mai 2020, doi: 10.1007/s10909-020-02412-7.
- [45] V. F. Ignatovich, « Enhancement of the antigenic activity and virulence of the vaccine strain E of Rickettsia prow azeki by passages in cell culture », *Acta Virol.*, vol. 19, n° 6, p. 481-485, nov. 1975.
- [46] P. Indelicato et E. Lindroth, « Relativistic effects, correlation, and QED corrections on $K\alpha$ transitions in medium to very heavy atoms », *Phys. Rev. A*, vol. 46, n° 5, p. 2426-2436, sept. 1992, doi: 10.1103/PhysRevA.46.2426.
- [47] V. Horvat et K. Ilakovic, « Decay of the double K-shell-vacancy state in silver atoms created in the decay of Cd-109 », *Phys. Rev. A*, vol. 31, n° 3, p. 1543-1550, mars 1985, doi: 10.1103/PhysRevA.31.1543.
- [48] J. Katakura, « Nuclear Data Sheets for A = 125 », *Nucl. Data Sheets*, vol. 86, n° 4, p. 955-1118, avr. 1999, doi: 10.1006/ndsh.1999.0013.
- [49] « I-129_com.pdf ». Disponible sur: http://www.lnhb.fr/nuclides/I-129_com.pdf
- [50] « Eu-155_com.pdf ». Disponible sur: http://www.lnhb.fr/nuclides/Eu-155_com.pdf
- [51] « Yb-169_com.pdf ». Disponible sur: http://www.lnhb.fr/nuclides/Yb-169_com.pdf
- [52] « Am-241_com.pdf ». Disponible sur: http://www.lnhb.fr/nuclides/Am-241_com.pdf
- [53] M. S. Basunia, « Nuclear Data Sheets for A = 237 », *Nucl. Data Sheets*, vol. 107, n° 8, p. 2323-2422, août 2006, doi: 10.1016/j.nds.2006.07.001.
- [54] I. Ahmad, « Alpha-emitting nuclides as absolute efficiency calibration sources for germanium detectors », *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res.*, vol. 193, n° 1-2, p. 9-13, févr. 1982, doi: 10.1016/0029-554X(82)90665-6.
- [55] J. C. Pate, K. R. Baker, R. W. Fink, D. A. McClure, et N. S. Kendrick, « A gamma-gamma coincidence study of transitions in ^{239}Np and ^{239}Pu from decay of ^{243}Am », *Z. Phys. At. Nucl.*, vol. 272, n° 2, p. 169-174, juin 1975, doi: 10.1007/BF01408144.
- [56] « Ba-133_com.pdf ». Disponible sur: http://www.lnhb.fr/nuclides/Ba-133_com.pdf
- [57] C. Wesselborg et D. E. Alburger, « Precision energy measurements of gamma rays from ^{44}Ti and ^{133}Ba », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 302, n° 1, p. 89-90, avr. 1991, doi: 10.1016/0168-9002(91)90496-D.
- [58] C. Enss, Éd., *Cryogenic Particle Detection*, vol. 99. in *Topics in Applied Physics*, vol. 99. Springer Berlin Heidelberg, 2005. doi: 10.1007/b12169.
- [59] N.F. Mott et W.D. Twose, « The theory of impurity conduction », *Advances in physics Volume 10*, p. 107-163, 1961.

- [60] P. W. Anderson, « Absence of Diffusion in Certain Random Lattices », *Phys. Rev.*, vol. 109, n° 5, p. 1492-1505, mars 1958, doi: 10.1103/PhysRev.109.1492.
- [61] B. I. Shklovskii, A. L. Efros, « Electronic Properties of Doped Semiconductors », Springer, Berlin - Heidelberg - New York - Tokyo, 1984.
- [62] L. Pagnanini *et al.*, « Array of cryogenic calorimeters to evaluate the spectral shape of forbidden β -decays: the ACCESS project », *Eur. Phys. J. Plus*, vol. 138, n° 5, p. 445, mai 2023, doi: 10.1140/epjp/s13360-023-03946-x.
- [63] F. S. Porter, R. L. Kelley, et C. A. Kilbourne, « High resolution X-ray microcalorimeters », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 559, n° 2, p. 436-438, avr. 2006, doi: 10.1016/j.nima.2005.12.030.
- [64] L. Canonica *et al.*, « Results of CUORE-0 and prospects for the CUORE experiment », *Nucl. Part. Phys. Proc.*, vol. 265-266, p. 73-76, août 2015, doi: 10.1016/j.nuclphysbps.2015.06.020.
- [65] D. Trotta, « The CUPID neutrinoless double-beta decay experiment », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 1066, p. 169657, sept. 2024, doi: 10.1016/j.nima.2024.169657.
- [66] H. K. Onnes, « Further Experiments with Liquid Helium. D. On the Change of the Electrical Resistance of Pure Metals at very low Temperatures, etc. V. The Disappearance of the resistance of mercury », in *Through Measurement to Knowledge*, vol. 124, K. Gavroglu et Y. Goudaroulis, Éd., in *Boston Studies in the Philosophy of Science*, vol. 124. , Dordrecht: Springer Netherlands, 1991, p. 264-266. doi: 10.1007/978-94-009-2079-8_16.
- [67] J. N. Ullom et D. A. Bennett, « Review of superconducting transition-edge sensors for x-ray and gamma-ray spectroscopy », *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 28, n° 8, p. 084003, août 2015, doi: 10.1088/0953-2048/28/8/084003.
- [68] B. Cabrera, L. M. Krauss, et F. Wilczek, « Bolometric detection of neutrinos », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 55, n° 1, p. 25-28, juill. 1985, doi: 10.1103/PhysRevLett.55.25.
- [69] D. Bassi, A. Boschetti, M. Scotoni, et Z. Zen, « Molecular beam diagnostics by means of fast superconducting bolometer and pulsed infrared laser », *Appl. Phys. B Photophysics Laser Chem.*, vol. 26, n° 2, p. 99-103, oct. 1981, doi: 10.1007/BF01284909.
- [70] D. Twerenbold, J.-L. Vuilleumier, D. Gerber, A. Tadsen, B. Van Den Brandt, et P. M. Gillevet, « Detection of single macromolecules using a cryogenic particle detector coupled to a biopolymer mass spectrometer », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 68, n° 24, p. 3503-3505, juin 1996, doi: 10.1063/1.115772.
- [71] R. Abusaidi *et al.*, « Exclusion Limits on the WIMP-Nucleon Cross Section from the Cryogenic Dark Matter Search », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 84, n° 25, p. 5699-5703, juin 2000, doi: 10.1103/PhysRevLett.84.5699.
- [72] G. Angloher *et al.*, « Limits on WIMP dark matter using sapphire cryogenic detectors », *Astropart. Phys.*, vol. 18, n° 1, p. 43-55, août 2002, doi: 10.1016/S0927-6505(02)00111-1.
- [73] D. A. Wollman, K. D. Irwin, G. C. Hilton, L. L. Dulcie, D. E. Newbury, et J. M. Martinis, « High-resolution, energy-dispersive microcalorimeter spectrometer for X-ray microanalysis », *J. Microsc.*, vol. 188, n° 3, p. 196-223, déc. 1997, doi: 10.1046/j.1365-2818.1997.2670824.x.
- [74] U. Nagel *et al.*, « Proximity effect in iridium-gold bilayers », *J. Appl. Phys.*, vol. 76, n° 7, p. 4262-4266, oct. 1994, doi: 10.1063/1.357310.
- [75] J. Höhne *et al.*, « High-resolution x-ray spectrometry using iridium-gold phase transition thermometers », *X-Ray Spectrom.*, vol. 28, n° 5, p. 396-398, sept. 1999, doi: 10.1002/(SICI)1097-4539(199909/10)28:5<396::AID-XRS374>3.0.CO;2-Q.
- [76] C. L. Hunt *et al.*, « Transition-edge superconducting antenna-coupled bolometer », in *Proceedings of Astronomical Telescopes and Instrumentation 2002*, T. G. Phillips et J. Zmuidzinas, Éd., Waikoloa, Hawai'i, United States, *Proceedings SPIE Volume 4855, Millimeter and Submillimeter Detectors for Astronomy*, févr. 2003, p. 318. doi: 10.1117/12.459110.
- [77] F. M. Finkbeiner *et al.*, « Fabrication of superconducting bilayer transition edge thermometers and their application for spaceborne X-ray microcalorimetry », *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 9, n° 2, p. 2940-2942, juin 1999, doi: 10.1109/77.783646.

- [78] J. M. Martinis, G. C. Hilton, K. D. Irwin, et D. A. Wollman, « Calculation of T_C in a normal-superconductor bilayer using the microscopic-based Usadel theory », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 444, n° 1-2, p. 23-27, avr. 2000, doi: 10.1016/S0168-9002(99)01320-0.
- [79] B. A. Young, T. Saab, B. Cabrera, J. J. Cross, R. M. Clarke, et R. A. Abusaidi, « Measurement of T_C suppression in tungsten using magnetic impurities », *J. Appl. Phys.*, vol. 86, n° 12, p. 6975-6978, déc. 1999, doi: 10.1063/1.371781.
- [80] H. Akamatsu, W. B. Doriese, J. A. B. Mates, et B. D. Jackson, « Signal Readout for Transition-Edge Sensor X-ray Imaging Spectrometers », in *Handbook of X-ray and Gamma-ray Astrophysics*, Springer, Berlin - Heidelberg - New York - Tokyo 2024, pp 755–802, https://doi.org/10.1007/978-981-19-6960-7_24.
- [81] J. A. Chervenak, K. D. Irwin, E. N. Grossman, J. M. Martinis, C. D. Reintsema, et M. E. Huber, « Superconducting multiplexer for arrays of transition edge sensors », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 74, n° 26, p. 4043-4045, juin 1999, doi: 10.1063/1.123255.
- [82] J. Yoon *et al.*, « Single superconducting quantum interference device multiplexer for arrays of low-temperature sensors », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 78, n° 3, p. 371-373, janv. 2001, doi: 10.1063/1.1338963.
- [83] S. J. Smith *et al.*, « Performance of a Broad-Band, High-Resolution, Transition-Edge Sensor Spectrometer for X-ray Astrophysics », *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 31, n° 5, p. 1-6, août 2021, doi: 10.1109/TASC.2021.3061918.
- [84] D. T. Becker *et al.*, « Advances in Analysis of Microcalorimeter Gamma-Ray Spectra », *IEEE Trans. Nucl. Sci.*, vol. 66, n° 12, p. 2355-2363, déc. 2019, doi: 10.1109/TNS.2019.2953650.
- [85] J. N. Ullom et D. A. Bennett, « Review of superconducting transition-edge sensors for x-ray and gamma-ray spectroscopy », *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 28, n° 8, p. 084003, août 2015, doi: 10.1088/0953-2048/28/8/084003.
- [86] M. Bühler et E. Umlauf, « A Magnetic Bolometer for Single-Particle Detection », *Europhys. Lett.*, vol. 5, n° 4, p. 297-301, févr. 1988, doi: 10.1209/0295-5075/5/4/003.
- [87] M. Bühler, T. Fausch, et E. Umlauf, « Measurement of Spin-Lattice Relaxation Times at Millikelvin Temperatures », *Europhys. Lett.*, vol. 23, n° 7, p. 529-534, sept. 1993, doi: 10.1209/0295-5075/23/7/011.
- [88] C. Enss *et al.*, « Metallic Magnetic Calorimeters for Particle Detection », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 121, n° 3/4, p. 137-176, 2000, doi: 10.1023/A:1004863823166.
- [89] A. Fleischmann, C. Enss, et G. M. Seidel, « Metallic Magnetic Calorimeters », in *Cryogenic Particle Detection*, vol. 99, C. Enss, Éd., in *Topics in Applied Physics*, vol. 99. , Springer Berlin Heidelberg, 2005, p. 151-216. doi: 10.1007/10933596_4.
- [90] M. Droz, « Spin glasses and the RKKY interaction », in *Static Critical Phenomena in Inhomogeneous Systems*, vol. 206, A. Pełkalski et J. Sznajd, Éd., in *Lecture Notes in Physics*, vol. 206. , Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1984, p. 83-97. doi: 10.1007/3-540-13389-0_5.
- [91] C. Enss, A. Fleischmann, T. Görlach, Y. H. Kim, G. M. Seidel, et H. F. Braun, « Thermalization of magnetic calorimeters », *AIP Conf. Proc.*, vol. 605, n° 1, p. 71-74, févr. 2002, doi: 10.1063/1.1457598.
- [92] R. J. Powers, P. Martin, G. H. Miller, R. E. Welsh, et D. A. Jenkins, « Muonic ^{197}Au : A test of the weak-coupling model », *Nucl. Phys. A*, vol. 230, n° 3, p. 413-444, sept. 1974, doi: 10.1016/0375-9474(74)90147-X.
- [93] T. Herrmannsdörfer, R. König, et C. Enss, « Properties of Er-doped Au at ultralow temperatures », *Physica B: Condensed Matter*, vol. 284-288, p. 1698-1699, juill. 2000, doi: 10.1016/S0921-4526(99)02942-7.
- [94] Kosaku Yosida, « Theory of magnetism », Springer Berlin Heidelberg, Corr. 2nd printing. 1998.
- [95] M. A. Herbst, « High Resolution Magnetic Micro-calorimeters: Thermodynamics, Cooling Requirements, and Noise », Thèse de doctorat, Université de Heidelberg, 2023, doi: 10.11588/HEIDOK.00033590.

- [96] M. Herbst *et al.*, « Numerical Calculation of the Thermodynamic Properties of Silver Erbium Alloys for Use in Metallic Magnetic Calorimeters », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 209, n° 5-6, p. 1119-1127, déc. 2022, doi: 10.1007/s10909-022-02739-3.
- [97] B. L. Zink, K. D. Irwin, G. C. Hilton, D. P. Pappas, J. N. Ullom, et M. E. Huber, « Lithographically patterned magnetic calorimeter X-ray detectors with integrated SQUID readout », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 520, n° 1-3, p. 52-55, mars 2004, doi: 10.1016/j.nima.2003.11.218.
- [98] Federica Mantegazzini, « Development and characterisation of high-resolution metallic magnetic calorimeter arrays for the ECHO neutrino mass experiment », Thèse de doctorat, Université de Heidelberg, 2021, DOI: 10.11588/heidok.00030250.
- [99] R. O. Pohl, W. F. Love, et R. B. Stephens, « Lattice Vibrations in Non-Crystalline Solids », présenté à 5th Intl. Conf. on Amorphous and Liquid Semiconductors, Garmisch-Partenkirchen, Germany, 3-8 sept. 1973, U.S. Department of Energy Technical Report COO--3151-28, 4410557, août 1973. doi: 10.2172/4410557.
- [100] E. Cosulich, F. Gatti, et S. Vitale, « Further results on μ -calorimeters with superconducting absorber », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 93, n° 3-4, p. 263-268, nov. 1993, doi: 10.1007/BF00693430.
- [101] Cours de l'école thématique « Détection de rayonnements à très basse température » DRTBT 2024, Aussois, 24-29 mars 2024, <https://drtbt.neel.cnrs.fr/> ».
- [102] S. H. Moseley, J. C. Mather, et D. McCammon, « Thermal detectors as x-ray spectrometers », *J. Appl. Phys.*, vol. 56, n° 5, p. 1257-1262, sept. 1984, doi: 10.1063/1.334129.
- [103] C. K. Stahle, R. L. Kelley, D. McCammon, S. H. Moseley, et A. E. Szymkowiak, « Microcalorimeter arrays for high resolution soft X-ray spectroscopy », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 370, n° 1, p. 173-176, févr. 1996, doi: 10.1016/0168-9002(95)01096-3.
- [104] V. Andrianov *et al.*, « First Experiments Aiming for Precise Lamb Shift Measurements on Hydrogen-Like Heavy Ions with Low Temperature Calorimeters », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 151, p. 1049-1054, mai 2008, doi: 10.1007/s10909-008-9792-8.
- [105] A. Bleile *et al.*, « Calorimetric low-temperature detectors for high resolution x-ray spectroscopy on stored highly stripped heavy ions », *AIP Conf. Proc.* 605, 409–412 (2002), doi: 10.1063/1.1457674.
- [106] S. J. Smith *et al.*, « Small Pitch Transition-Edge Sensors with Broadband High Spectral Resolution for Solar Physics », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 167, n° 3-4, p. 168-175, mai 2012, doi: 10.1007/s10909-012-0574-y.
- [107] J-PARC E62 collaboration, « Integration of a TES-based X-ray spectrometer in a kaonic atom experiment », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 199, p. 1018-1026, mai 2020, doi: 10.1007/s10909-020-02434-1.
- [108] J. Uhlig *et al.*, « High-resolution X-ray emission spectroscopy with transition-edge sensors: present performance and future potential », *J. Synchrotron Radiat.*, vol. 22, n° 3, p. 766-775, mai 2015, doi: 10.1107/S1600577515004312.
- [109] J. W. Fowler *et al.*, « A reassessment of absolute energies of the x-ray L lines of lanthanide metals », *Metrologia*, vol. 54, n° 4, p. 494-511, août 2017, doi: 10.1088/1681-7575/aa722f.
- [110] J. W. Fowler, B. K. Alpert, G. C. O'Neil, D. S. Swetz, et J. N. Ullom, « Energy Calibration of Nonlinear Microcalorimeters with Uncertainty Estimates from Gaussian Process Regression », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 209, p. 1047-1054, déc. 2022, doi: 10.1007/s10909-022-02740-w.
- [111] M. Krantz, F. Toschi, B. Maier, G. Heine, C. Enss, et S. Kempf, « Magnetic microcalorimeter with paramagnetic temperature sensors and integrated dc-SQUID readout for high-resolution x-ray emission spectroscopy », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 124, n° 3, p. 032601, janv. 2024, doi: 10.1063/5.0180903.
- [112] T. Sikorsky *et al.*, « Measurement of the Th-229 Isomer Energy with a Magnetic Microcalorimeter », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 125, n° 14, p. 142503, sept. 2020, doi: 10.1103/PhysRevLett.125.142503.

- [113] J. Geist, « Bestimmung der Isomerenergie von ^{229}Th mit dem hochauflösenden Mikrokalorimeter-Array maXs30 », Thèse de doctorat, Université de Heidelberg, 2020, doi: 10.11588/HEIDOK.00027683.
- [114] D. Yan *et al.*, « Eliminating the non-Gaussian spectral response of X-ray absorbers for transition-edge sensors », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 111, n° 19, p. 192602, nov. 2017, doi: 10.1063/1.5001198.
- [115] S. Seltzer, « XCOM-Photon Cross Sections Database, NIST Standard Reference Database 8 ». National Institute of Standards and Technology, 1987. doi: 10.18434/T48G6X.
- [116] Nuclear Energy Agency, *PENELOPE 2018: A code system for Monte Carlo simulation of electron and photon transport: Workshop Proceedings, Barcelona, Spain, 28 January – 1 February 2019*. in PENELOPE: A code system for Monte Carlo simulation of electron and photon transport. OECD, 2019. doi: 10.1787/32da5043-en.
- [117] M. Herbst *et al.*, « Numerical Calculation of the Thermodynamic Properties of Silver Erbium Alloys for Use in Metallic Magnetic Calorimeters », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 209, p. 1119-1127, déc. 2022, doi: 10.1007/s10909-022-02739-3.
- [118] M. Krantz, « Development of a metallic magnetic calorimeter with integrated SQUID readout », Thèse de doctorat, Université de Heidelberg, 2020, doi: 10.11588/HEIDOK.00028776.
- [119] E. García-Toraño, V. Peyres, et F. Salvat, « PenNuc: Monte Carlo simulation of the decay of radionuclides », *Comput. Phys. Commun.*, vol. 245, p. 106849, déc. 2019, doi: 10.1016/j.cpc.2019.08.002.
- [120] P. Blanchis, J. Page, J. Bouchard, M. Vandevyver, et A. Ruaudel-Teixier, « Recent developments in the preparation of radioactive sources at LMRI », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 286, p. 447-452, janv. 1990, doi: 10.1016/0168-9002(90)90895-D.
- [121] Arshjot KAUR, « Measurement of nuclear decay data for beta decay and electron capture using metallic magnetic calorimeters », Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay, 2023, <https://theses.hal.science/tel-04417104>.
- [122] Y. Ménesguen et M.-C. Lépy, « COLEGRAM, a flexible user-friendly software for processing of ionizing radiation spectra », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 1003, p. 165341, juill. 2021, doi: 10.1016/j.nima.2021.165341.
- [123] M. Rodrigues, R. Mariam, et M. Loidl, « A metallic magnetic calorimeter dedicated to the spectrometry of L X-rays emitted by actinides », *EPJ Web Conf.*, vol. 146, p. 10012, 2017, doi: 10.1051/epjconf/201714610012.
- [124] M. L. Zahir, M. Rodrigues, M. Loidl, et A. Kaur, « Energy non-linearity study of a high-resolution metallic magnetic calorimeter », *Radiat. Phys. Chem.*, vol. 220, p. 111730, juill. 2024, doi: 10.1016/j.radphyschem.2024.111730.
- [125] R. Mariam, M. Rodrigues, M. Loidl, S. Pierre, et V. Lourenço, « Determination of L-X ray absolute emission intensities of ^{238}Pu , ^{244}Cm , ^{237}Np and ^{233}Pa radionuclides using a metallic magnetic calorimeter », *Spectrochim. Acta Part B At. Spectrosc.*, vol. 187, p. 106331, janv. 2022, doi: 10.1016/j.sab.2021.106331.
- [126] M. Rodrigues, M. Loidl, et S. Pierre, « Determination of absolute Np L X-ray emission intensities from ^{241}Am decay using a metallic magnetic calorimeter », *Metrologia*, vol. 60, n° 2, p. 025005, avr. 2023, doi: 10.1088/1681-7575/acb99f.
- [127] J. L. Campbell et T. Papp, « Widths of the Atomic K–N7 Levels », *At. Data Nucl. Data Tables*, vol. 77, n° 1, p. 1-56, janv. 2001, doi: 10.1006/adnd.2000.0848.
- [128] Marie-Martine Bé, Nelcy Coursol, Bernard Duchemin, Frédéric Lagoutine, et Jean Legrand, « Table de radionucléides ». CEA-DRT, Laboratoire National Henri Becquerel, 2011, http://www.lnhb.fr/pdf/DDEP/Introduction_2011.pdf
- [129] William Chauvenet, « A manual of spherical and practical astronomy », Universal Library, J. B. Lippincott Company Philadelphia, 1891.

- [130] H. Behrens et J. Janecke, « Numerical Tables for Beta-Decay and Electron Capture », Landolt-Börnstein - Group I Elementary Particles, Nuclei and Atoms, Volume 4, 1969, <https://doi.org/10.1007/b19939>.
- [131] H. H. Landolt, R. Börnstein, et K. H. Hellwege, « Numerical Tables for Beta-decay and Electron Capture ». 1961.
- [132] G. B. Kim *et al.*, « A New Measurement of the 60 keV Emission from Am-241 Using Metallic Magnetic Calorimeters », *J. Low Temp. Phys.*, vol. 199, p. 1055-1061, mai 2020, doi: 10.1007/s10909-020-02412-7.
- [133] G. L. Borchert, « Precision Measurement of γ -Ray Energies from the Decay of ^{57}Co , ^{60}Co , ^{137}Cs , ^{152}Eu , ^{153}Sm and ^{198}Au », *Zeitschrift für Naturforschung* 31a, 387-389, 1976, <https://doi.org/10.1515/zna-1976-3-427>
- [134] R.D Deslattes, E.G Kessler, W.C Sauder, et A Henins, « Remeasurement of γ -Ray reference lines », *Ann. Phys.*, vol. 129, n° 2, p. 378-434, oct. 1980, doi: 10.1016/0003-4916(80)90394-2.
- [135] M.M.Bé et E.Schönfeld, « ^{109}Cd -Comments on evaluation of decay data by M.M.Bé, E.Schönfeld », Laraweb, http://www.lnhb.fr/nuclides/Cd-109_com.pdf
- [136] W D Hamilton, *The Electromagnetic Interaction In Nuclear Spectroscopy*, North Holland Amsterdam, 1975, ISBN-10. 9780444105196.
- [137] G. Murray, R. L. Graham, et J. S. Geiger, « The precision determination of some γ -ray energies using a β -spectrometer », *Nucl. Phys.*, vol. 63, n° 3, p. 353-382, mars 1965, doi: 10.1016/0029-5582(65)90469-4.
- [138] « I-125_com.pdf ». Disponible sur: http://www.lnhb.fr/nuclides/I-125_com.pdf
- [139] J. P. Miller, F. Boehm, et H. E. Henrikson, « A precision energy measurement of the ^{125}I gamma line », *Nucl. Instrum. Methods*, vol. 136, n° 2, p. 403, juill. 1976, doi: 10.1016/0029-554X(76)90231-7.
- [140] G. Barci-Funel, M. C. Kouassi, et G. Ardisson, « Decay of long-lived ^{129}I », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 241, n° 1, p. 252-253, nov. 1985, doi: 10.1016/0168-9002(85)90542-X.
- [141] E. N. Hatch et F. Boehm, « Precision determination of energies of gamma rays in Sm-152, Gd-152, 154, 155, 156, Yb-170, and Os-188 », *Z. Für Phys. Hadrons Nucl.*, vol. 155, n° 5, p. 609-613, oct. 1959, doi: 10.1007/BF01326868.
- [142] G. L. Borchert, W. Scheck, et K. P. Wieder, « Precision Measurement of the γ -Ray Energies from the Radioactive Decay of ^{51}Cr , ^{169}Yb , ^{170}Tm , ^{192}Ir and ^{203}Hg », *Z. Naturforschung A*, vol. 30, n° 3, p. 274-276, mars 1975, doi: 10.1515/zna-1975-0302.
- [143] R. G. Helmer, « γ -ray energies for calibration from the decay of ^{161}Tb , $^{172}\text{Hf} + ^{172}\text{Lu}$, and ^{241}Am », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 330, n° 3, p. 434-438, juin 1993, doi: 10.1016/0168-9002(93)90572-Y.
- [144] B. Jeckelmann *et al.*, « A new determination of the 25.7 keV wavelength standard in the decay of ^{161}Tb », *Nucl. Instrum. Meth. A*, vol. 241, n° 1, p. 191-198, nov. 1985, doi: 10.1016/0168-9002(85)90532-7.
- [145] R. D. Deslattes, E. G. Kessler, W. C. Sauder, et A. Henins, « Remeasurement of γ -Ray reference lines », *Ann. Phys.*, vol. 129, n° 2, p. 378-434, oct. 1980, doi: 10.1016/0003-4916(80)90394-2.
- [146] « Am-243_com.pdf ». Disponible sur: http://www.lnhb.fr/nuclides/Am-243_com.pdf
- [147] « Tm-170_com.pdf ». Disponible sur: http://www.lnhb.fr/nuclides/Tm-170_com.pdf
- [148] W. Beer et J. Kern, « The precision determination of some γ -ray energies using the Fribourg curved-crystal spectrometer », *Nucl. Instrum. Methods*, vol. 117, n° 1, p. 183-187, mai 1974, doi: 10.1016/0029-554X(74)90397-8.
- [149] R. G. Helmer, A. J. Caffrey, R. J. Gehrke, et R. C. Greenwood, « γ -ray energies from the decay of ^{99}Mo , ^{133}Ba and ^{210}Pb », *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.*, vol. 188, n° 3, p. 671-672, oct. 1981, doi: 10.1016/0029-554X(81)90281-0.