



HAL
open science

Développer des outils de métrologie innovants basés sur des diagnostics laser

Christophe Dutouquet

► **To cite this version:**

Christophe Dutouquet. Développer des outils de métrologie innovants basés sur des diagnostics laser. Rapport Scientifique INERIS, 2013, 2012-2013, pp.38-39. ineris-01869458

HAL Id: ineris-01869458

<https://ineris.hal.science/ineris-01869458>

Submitted on 6 Sep 2018

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.



Développer des outils de métrologie innovants basés sur des diagnostics laser

CONTRIBUTEUR



Christophe Dutouquet

Les nanotechnologies sont présentées comme l'industrie du XXI^e siècle. Les matériaux nanostructurés sont le plus souvent élaborés à partir de briques élémentaires que sont les nanoparticules manufacturées. Cette nanostructuration confère à ces matériaux des propriétés inédites d'un très grand intérêt pour de nombreuses applications industrielles. La production de nanoparticules manufacturées est donc appelée à croître. Les besoins en nanométrie (*in situ* et si possible en temps réel) devraient donc s'accroître en conséquence pour répondre à des problématiques de surveillance des ambiances de travail et de contrôle des procédés.

Développer une métrologie innovante

Dans ce contexte, des travaux ont été engagés par l'INERIS dans le cadre du programme ANR NANOCARA (caractérisation globale en ligne des nanoparticules produites par des procédés en phase gazeuse). L'objectif de ce projet était de développer des outils de métrologie innovants basés sur des diagnostics laser. Ces développements doivent permettre, à terme, le suivi en ligne et en temps réel sur site de la taille, de la morphologie, de la concentration et de la composition chimique élémentaire de nanoparticules, de leurs agrégats et agglomérats. Dans ce cadre, des expériences préliminaires couplant la technique LIBS (*Laser-Induced Breakdown Spectroscopy*) avec une cellule plasma RF (radiofréquence) à basse

pression visant à identifier la composition chimique élémentaire de particules composites et, plus tard, leur stœchiométrie, ont été réalisées par l'INERIS en partenariat avec le laboratoire Gremi (Groupe de recherche sur l'énergétique des milieux ionisés) et la compagnie Cilas (Compagnie industrielle des lasers).

Les techniques LIBS et plasma radiofréquence à basse pression

Les instruments LIBS et cellule plasma RF sont présentés sur les **Figures 1 et 2**. La technique LIBS consiste à focaliser un faisceau laser impulsif sur un échantillon à analyser **[A, B, C]**. Au point de focalisation, la matière est très fortement chauffée, provoquant l'allumage d'un plasma transitoire très chaud avec une température initiale des électrons et du gaz d'environ 15 000 K 1 μ s après son allumage puis un refroidissement en quelques dizaines de microsecondes dans l'air à pression atmosphérique. La lumière émise par ce dernier peut être analysée par spectroscopie d'émission. Tous les éléments chimiques présents dans le matériau sondé peuvent être identifiés dans une large gamme de pression, et leurs concentrations respectives déterminées.

La cellule plasma RF cubique d'environ 10 cm de côté contient deux électrodes en forme de disques de 6 cm de diamètre écartés d'une distance de 5 cm et reliés à un générateur radiofréquence (13,56 MHz). Elle est pourvue de quatre visées optiques pour les diagnostics laser. Un gaz est introduit en flux dans la cellule à pression réduite (1 mbar). Lorsque le générateur est activé, il se crée un plasma froid continu et stable avec des électrons très chauds (> 15 000 K) alors que le gaz reste à température ambiante. Lorsque des particules sont injectées dans ce type de plasma, elles présentent la propriété d'y être piégées en lévitation **[D]**.

Les résultats

Des agglomérats de SiCx et des particules d'Al₂O₃ de tailles respectives d'environ 1 et 0,35 μ m ont été introduites dans la cellule plasma RF sous air. Les particules piégées sont irradiées par des impulsions laser nanosecondes très énergétiques conduisant à la création d'un microplasma ayant permis d'identifier les éléments Al et Si. Les résultats obtenus

Références

[A] R'Mili B., Dutouquet C., Sirven J. B., Aguerre-Chariol O., Fréjafon E. *Journal of Nanoparticle Research* 13, 2011, pp. 563-577.

[B] Amodeo T., Dutouquet C., Le-Bihan O., Attoui M., Fréjafon E. *Spectrochimica Acta Part B* 64, 2009, pp. 1141-1152.

[C] Amodeo T., Dutouquet C., Tenegal F., Guizard B., Maskrot H., Le Bihan O., Fréjafon E. *Spectrochimica Acta Part B* 63, 2008, pp. 1183-1190.

[D] Mikikian M., Boufendi L., Bouchoule A., Thomas H. M., Morfill G. E., Nefedov A. P., Fortov V. E. and the PKE-Nefedov team, *New J. Phys.* 5 19, 2003, pp. 1-12.

[E] Brevet INERIS-Gremcilas déposé à l'INPI intitulé « Méthode et système de détection et/ou d'analyse de particules dans un plasma froid », 2012.

[F] Dutouquet C., Wattieaux G., Meyer L., Fréjafon E., Boufendi L. *Spectrochimica Acta Part B* 83-84, 2013, pp. 14-20.

ont occasionné un dépôt de brevet [E]. Les éléments C et O n'ont pas été détectés, mais la faisabilité a été démontrée [F]. L'évolution temporelle du microplasma ainsi que sa température ont pu être évaluées [Figure 3]. La durée de vie de celui-ci est très courte du fait de l'expansion de la matière vaporisée à pression réduite, soit quelques microsecondes. Sa température 100 ns après le tir laser a été évaluée à quelques milliers de kelvins tout au plus en raison de la présence de raies moléculaire de N_2^+ . C'est environ trois à cinq fois moins qu'à pression atmosphérique. Ainsi, l'analyse n'est pas réalisée sur un flux d'aérosol [A, B, C] dont une fraction est évacuée sans être analysée. L'intérêt d'un tel dispositif réside dans le piégeage des particules dans le plasma radiofréquence dont elles ne peuvent s'échapper une fois injectées.

Conclusion

Les résultats obtenus, bien que qualitatifs, ont démontré les potentialités d'un tel couplage pour l'identification d'éléments composants des agrégats de nanoparticules composites. Au-delà des problématiques liées aux nanoparticules, des particules organiques (contenant C, H, O et N) pourraient être analysées sans interférences avec ces mêmes éléments naturellement présents dans l'air en utilisant des gaz inertes, tels Ar ou He, pour la génération du plasma RF. De futures expériences sont envisagées pour optimiser les limites de détection et obtenir des résultats quantitatifs sur des problématiques telles que le contrôle de procédé ou la surveillance de l'air.

Collaboration

Avec le laboratoire Gremi (Groupe de recherches sur l'énergétique des milieux ionisés) et la compagnie Cilas (Compagnie industrielle des lasers), tous deux situés à Orléans.

ABSTRACT

The LIBS (Laser-Induced Breakdown Spectroscopy) technique has shown its potential in many fields of applications including that of aerosol analysis. The latter is usually carried out on the particle flow, thereby allowing

quantitative detection in various experimental conditions such as ambient air analysis or exhaust stack monitoring. A possible alternative method for particle analysis has been experimented combining a low pressure RF (Radio Frequency) plasma discharge with the LIBS technique. Such approach has two peculiar features in comparison to usual LIBS analysis. First, the particles injected in the RF plasma discharge are trapped in levitation. Second, the analysis is performed at a reduced pressure (≈ 1 mBar). The use of such particle trap could allow improving particle sampling, making organic particle analysis possible (by using an inert gas for RF plasma ignition) and even (depending on the pressure) obtaining a better signal to noise ratio. Detection of the elements nanoparticle agglomerates were made of following their injection in the RF discharge has demonstrated the feasibility of such approach. Future experiments are intended to explore its potentialities when tackling issues such as process control or ambient air monitoring.

Figure 1

Photo du couplage du montage LIBS avec la cellule plasma radiofréquence (RF).



Figure 2

Schéma du montage du couplage d'un montage LIBS avec la cellule plasma radiofréquence (RF).

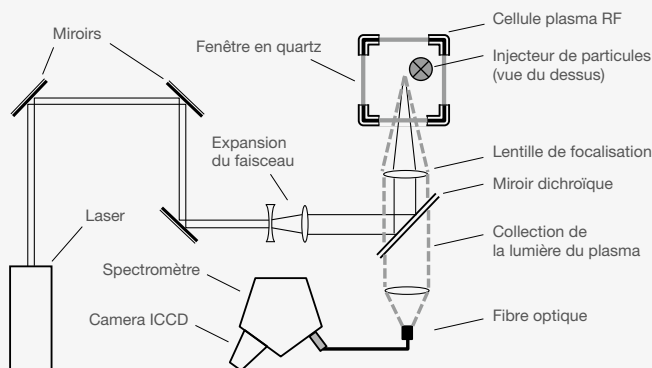


Figure 3

Évolution temporelle des raies d'aluminium et d'azote moléculaire ionisé en fonction du délai entre le tir laser et le déclenchement de l'enregistrement de la caméra CCD intensifiée.

