

Détection de claquages produits par laser (LIBD) pour la caractérisation de nanoparticules en suspension

J.-B. Sirven, P. Mariet, A. Detruit, J.-L. Lacour, T. Vercouter

▶ **To cite this version:**

J.-B. Sirven, P. Mariet, A. Detruit, J.-L. Lacour, T. Vercouter. Détection de claquages produits par laser (LIBD) pour la caractérisation de nanoparticules en suspension. Journees LIBS France 2015, Jun 2015, Verneuil en Halatte, France. cea-02491636

HAL Id: cea-02491636
https://cea.hal.science/cea-02491636

Submitted on 26 Feb 2020

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.

Détection de claquages produits par laser (LIBD) pour la caractérisation de nanoparticules en suspension

J.-B. SIRVEN, P. MARIET, A. DETRUIT, J.-L. LACOUR, T. VERCOUTER

CEA, DEN, DANS, DPC, SEARS, LANIE
Laboratoire de développement Analytique Nucléaire, Isotopique et Elémentaire
91191 Gif-sur-Yvette, France.

CONTEXTE

La technique **LIBD (laser-induced breakdown detection)** a été mise au point dans les années 90 dans le but de détecter et caractériser des nanoparticules en suspension dans un liquide. Elle consiste à focaliser un faisceau laser impulsionnel dans le milieu et à détecter les claquages sur les particules soit par voie **acoustique**, soit par voie **optique**. Dans le premier cas, on détermine la probabilité de claquage en fonction de l'énergie de l'impulsion. Le seuil et la pente de la courbe en S ainsi obtenue permettent de mesurer la taille et la concentration moyenne des particules. Dans le deuxième cas, on fixe l'énergie de l'impulsion et on image le volume focal en accumulant un certain nombre de tirs laser. La distribution des claquages dans l'axe de propagation du laser permet également de déterminer la taille et la concentration moyenne des particules.

La LIBD a plusieurs avantages essentiels par rapport aux techniques conventionnelles de caractérisation de nanoparticules en suspension, notamment celles basées sur la diffusion de lumière ou sur la microscopie électronique : elle est **rapide**, elle permet de détecter des nanoparticules individuelles **de très petite taille** et en **très faible teneur**, et on peut la mettre en œuvre **in situ**. Elle permet donc de caractériser des suspensions de colloïdes environnementaux, de particules manufacturées, ou encore de déterminer précisément l'initiation de mécanismes de précipitation. Ces différents domaines ouvrent la voie à des applications innovantes notamment dans le secteur de la chimie en milieu nucléaire.

DEMARCHE

L'objectif est de développer un **montage de LIBD polyvalent et automatisé**, permettant de répondre aux besoins de caractérisation de nanoparticules pour la chimie en milieu nucléaire. En particulier, on souhaite pouvoir utiliser les deux modes de détection, acoustique et optique, et comparer leurs performances sur des suspensions de nanoparticules modèles (polystyrène, silice…), afin de déterminer les avantages et inconvénients de chacun en fonction de l'application visée.

MONTAGE EXPERIMENTAL

Un montage de LIBD a été mis en place au laboratoire. Il utilise un **laser Thales Diva II** (532 nm, 11ns, 10 mJ, 20 Hz) caractérisé en termes de durée d'impulsion, de stabilité en énergie et de profil spatial. Le pilotage du montage a été réalisé sous LabView, en mode de détection acoustique et optique.

Les premiers essais ont été réalisés sur des suspensions de nanoparticules préparées par dilutions successives à partir de suspensions mères du commerce.

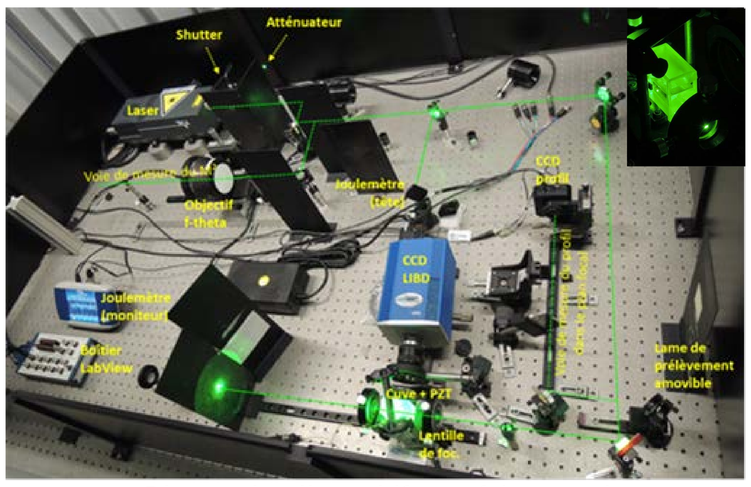
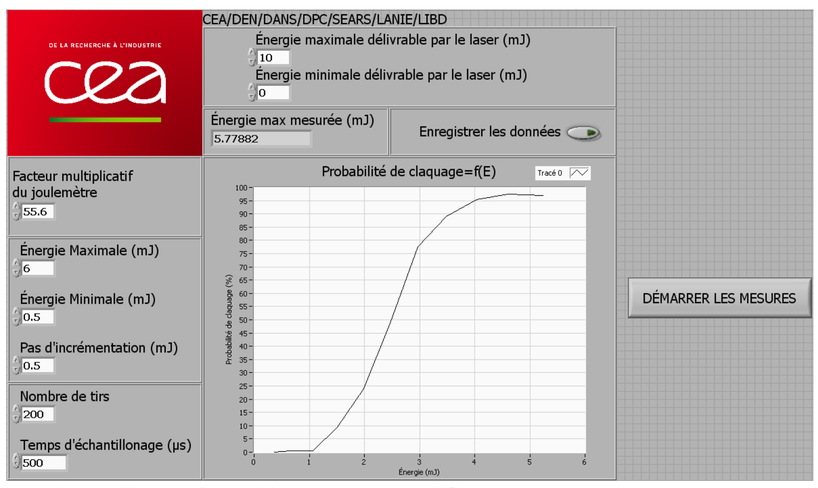
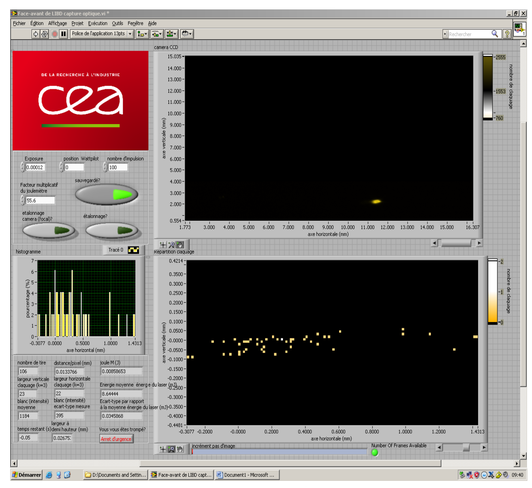


Photo du dispositif expérimental

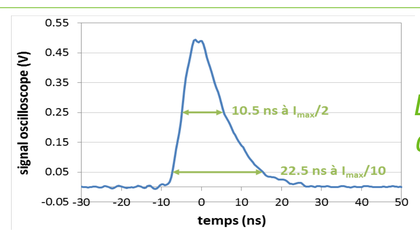


Interface LabView de la détection acoustique…

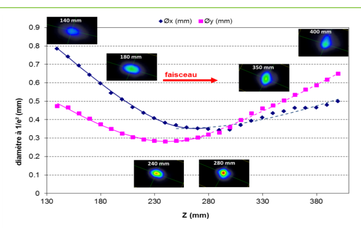


… et optique

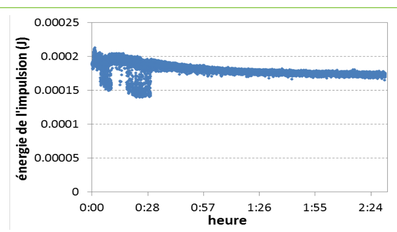
Caractérisation du faisceau laser :



Durée d'impulsion



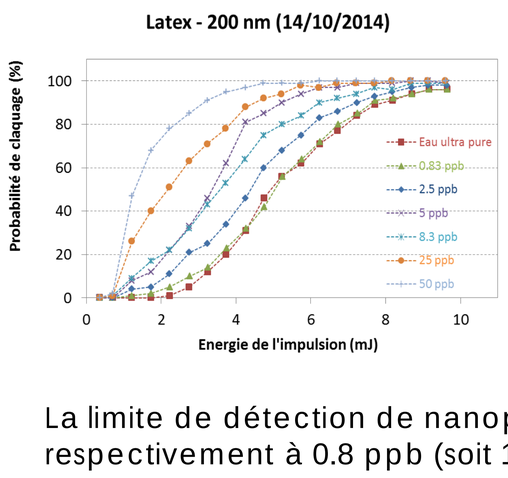
Profil spatial

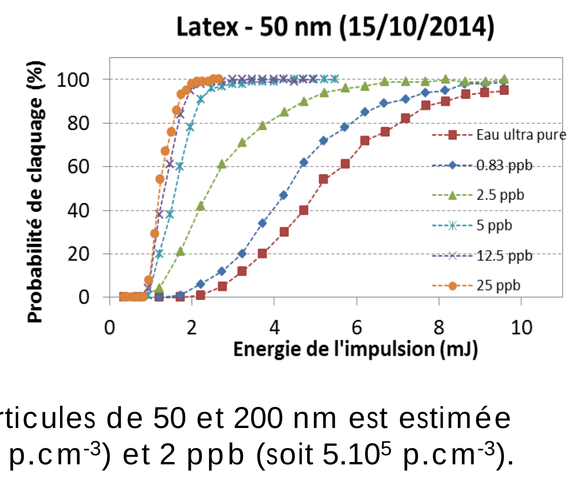


Stabilité en énergie

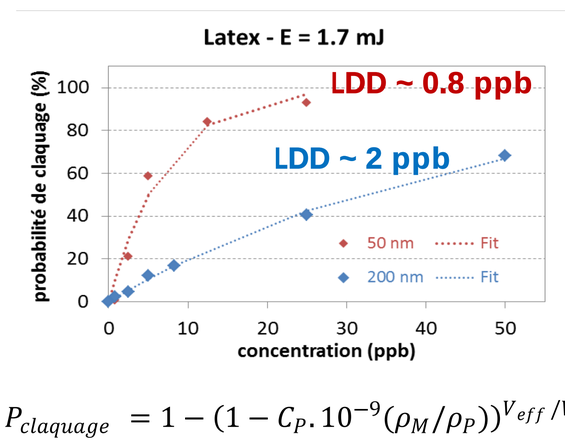
ANALYSE DE SUSPENSIONS MONODISPERSÉES DE NANOPARTICULES DE LATEX

En mode de détection acoustique





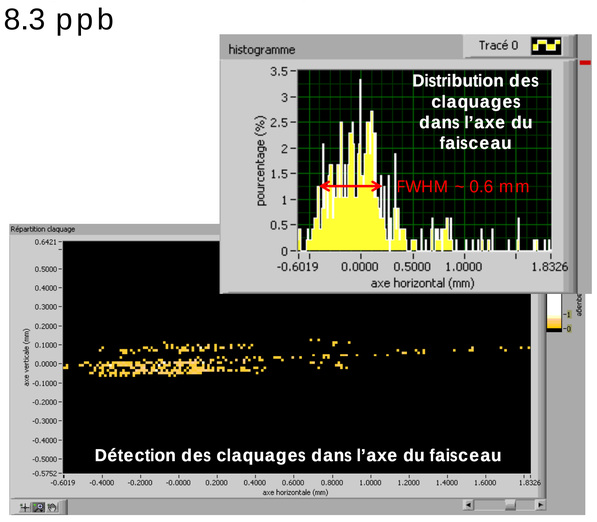
La limite de détection de nanoparticules de 50 et 200 nm est estimée respectivement à 0.8 ppb (soit 10^7 p.cm^{-3}) et 2 ppb (soit 5.10^5 p.cm^{-3}).



$$P_{claquage} = 1 - (1 - C_P.10^{-9}(\rho_M/\rho_P))^{V_{eff}/V_P}$$

Et optique (résultats préliminaires)

Suspension de nanoparticules de 200 nm, 8.3 ppb



CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Le montage de LIBD développé au laboratoire est **opérationnel en mode de détection acoustique et optique**. Sa validation et l'estimation des performances analytiques sur suspensions de nanoparticules modèles est en cours.

L'étude de suspensions polydispersées permettra de se rapprocher de problématiques plus réelles, en particulier liées à l'analyse de **milieux environnementaux**.

REMERCIEMENTS : *Projet soutenu par l'attribution d'une subvention de la Région Ile-de-France*

[1] W. Hauser et al., A mobile laser-induced breakdown detection system and its application for the in situ-monitoring of colloid migration, Colloids and Surfaces A 203 (2002) 37–45.

[2] J.-I. Kim, C. Walther, Laser-Induced Breakdown Detection, Environmental Colloids and Particules, Behaviour, Separation and Characterisation. Ed. Kevin J. Wilkinson, Jamie R. Lead, IUPAC Serie on Analytical and Physical Chemistry of Environmental System (Volume 10).

[3] T. Bundschuh et al., Determination of colloid size by 2-D optical detection of laser induced plasma, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 180 (2001) 285–293.