Analyse de l'extrême surface de nanoobjets isolés par XPS

Olivier Sublemontier, Safia Benkoula, Damien Aureau, Christophe Nicolas, Minna Patanen, Harold Kintz, Xiaojing Liu, Marc-André Gaveau, Jean-Luc Le Garrec, Emmanuel Robert, et al.

▶ **To cite this version:**

Olivier Sublemontier, Safia Benkoula, Damien Aureau, Christophe Nicolas, Minna Patanen, et al.. Analyse de l'extrême surface de nanoobjets isolés par XPS. ELSPEC'2016, May 2016, Meudon, France. cea-02346105

HAL Id: cea-02346105
https://cea.hal.science/cea-02346105

Submitted on 4 Nov 2019

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.

Analyse de l'extrême surface de nanoobjets isolés par XPS

Olivier Sublemontier[£],Safia Benkoula[§], Damien Aureau[¥], Christophe Nicolas[§], Minna Patanen[§], Harold Kintz[£], Xiaojing Liu[§], Marc-André Gaveau[£], Jean-Luc Le Garrec[F], Emmanuel Robert[§], Flory-Anne Barreda[£,§], Arnaud Etcheberry[¥], Cécile Reynaud[£], James B. Mitchell[F] and Catalin Miron[§].

[£]NIMBE-UMR 3685/CEA/CNRS/Université Paris-Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette cedex, France,
[§]Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, Saint-Aubin, BP 48, 91192 Gif-sur-Yvette Cedex, France,
[¥]Institut Lavoisier de Versailles, Université Versailles-St Quentin, UMR CNRS 8180, 78035 Versailles, France
[F]Institut de Physique de Rennes, Université Rennes 1, 35042 Rennes, France

La spectroscopie de photoélectrons X (XPS) est une technique d'analyse de surface très efficace et qui progresse toujours. Toutefois, lorsqu'elle est appliquée à des nano-objets, cette technique fait face à des inconvénients dus aux interactions avec le substrat et l'échantillon ainsi qu'à des effets de charge[1]. Nous présentons une nouvelle approche expérimentale de l'XPS basée sur le couplage du rayonnement synchrotron avec un faisceau sous vide de nanoparticules libres, focalisé par un système de lentilles aérodynamiques[2]. Deux exemples d'expériences réalisées sur la ligne PLEIADES du synchrotron SOLEIL seront présentés pour illustrer l'efficacité de cette approche schématisée sur la Fig. 1a.

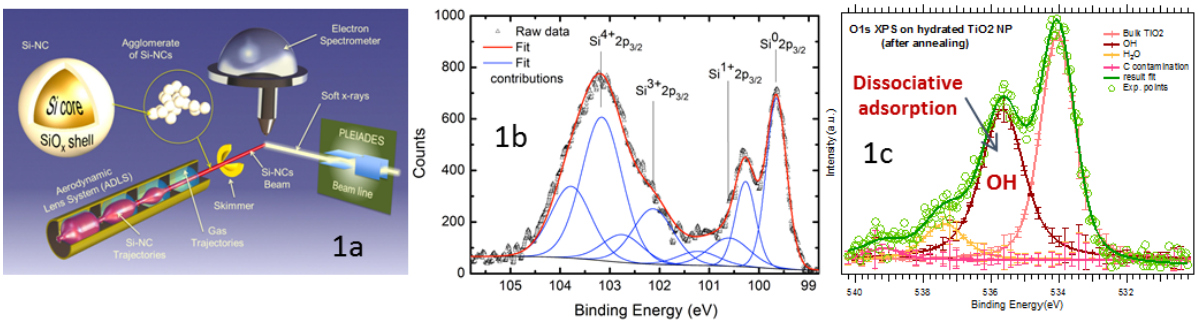

Fig. 1a. XPS de nanoparticules libres par l'interaction d'un faisceau synchrotron avec un jet de nanoparticules. Fig. 1b. Spectre XPS Si2p de nanocristaux de Si isolés. Fig. 1c. Spectre XPS O1s de nanoparticules de TiO_2 hydratées.

Dans le premier exemple, la structure de l'interface Si/SiO_2 est ainsi sondée sans aucune interaction avec le substrat sur des nanocristaux de silicium préalablement oxydés à l'air ambiant[1] (Fig. 1b) ou par traitement thermique sous air. La caractérisation complète de la surface a été obtenue pour différentes tailles de nanocristaux compris entre 4 et 80 nm et pour différents traitements oxydants. La technique permet de sonder la présence des différents états d'oxydation à l'interface et d'en déduire une épaisseur de la couche d'oxyde. Pour les nanoparticules les plus petites et les plus oxydées, une interface relativement abrupte comportant des doubles liaisons Si=O est mise en évidence.
Dans le deuxième exemple, l'adsorption d'eau à la surface de nanoparticules de TiO_2 est étudiée en phase gazeuse[3]. Des aérosols secs de TiO_2 sont exposés à une pression de vapeur d'eau contrôlée avant d'être directement analysées par XPS. La technique permet ici l'observation d'une adsorption majoritairement dissociative de l'eau à la surface du TiO_2 dans sa toute première phase, mettant en évidence une surface largement recouverte de groupements OH (Fig. 1c).

[1] 1. Baer, D. R., Gaspar, D. J., Nachimuthu, P., Techane, S. D. & Castner, D. G. **Application of surface chemical analysis tools for characterization of nanoparticles**. *Anal. Bioanal. Chem*. 396, 983–1002 (2010).

[2] Sublemontier, O. et al. **X-ray Photoelectron Spectroscopy of Isolated Nanoparticles**. *J. Phys. Chem. Lett*. 5, 3399–3403 (2014).

[3] Benkoula, S. et al. **Water adsorption on TiO_2 surfaces probed by soft X-ray spectroscopies: bulk materials vs. isolated nanoparticles**. *Sci. Rep.* 5, 15088 (2015).