



**HAL**  
open science

# Developpement de l'ablation laser en champ proche couplee a l'ICPMS pour l'analyse sub-micrometrique d'echantillons solides

J. Simonnet

► **To cite this version:**

J. Simonnet. Developpement de l'ablation laser en champ proche couplee a l'ICPMS pour l'analyse sub-micrometrique d'echantillons solides. Journée des Doctorants de l'ED 388, Jun 2017, Paris, France. Journee de l'Ecole Doctorale 388, 2017. hal-02417801

**HAL Id: hal-02417801**

**<https://hal.science/hal-02417801v1>**

Submitted on 18 Dec 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.

# Développement de l'ablation laser en champ proche couplée à l'ICPMS pour l'analyse sub-micrométrique d'échantillons solides

Encadrants CEA : Jean-Luc LACOUR  
Michel TABARANT  
Alexandre SEMEROK

Jérôme SIMONNET  
Début de thèse : octobre 2016

Directeur de thèse : Frédéric CHARTIER  
Codirecteur de thèse : Arnaud ETCHEBERRY  
Ecole doctorale : Chimie physique et chimie analytique de Paris Centre

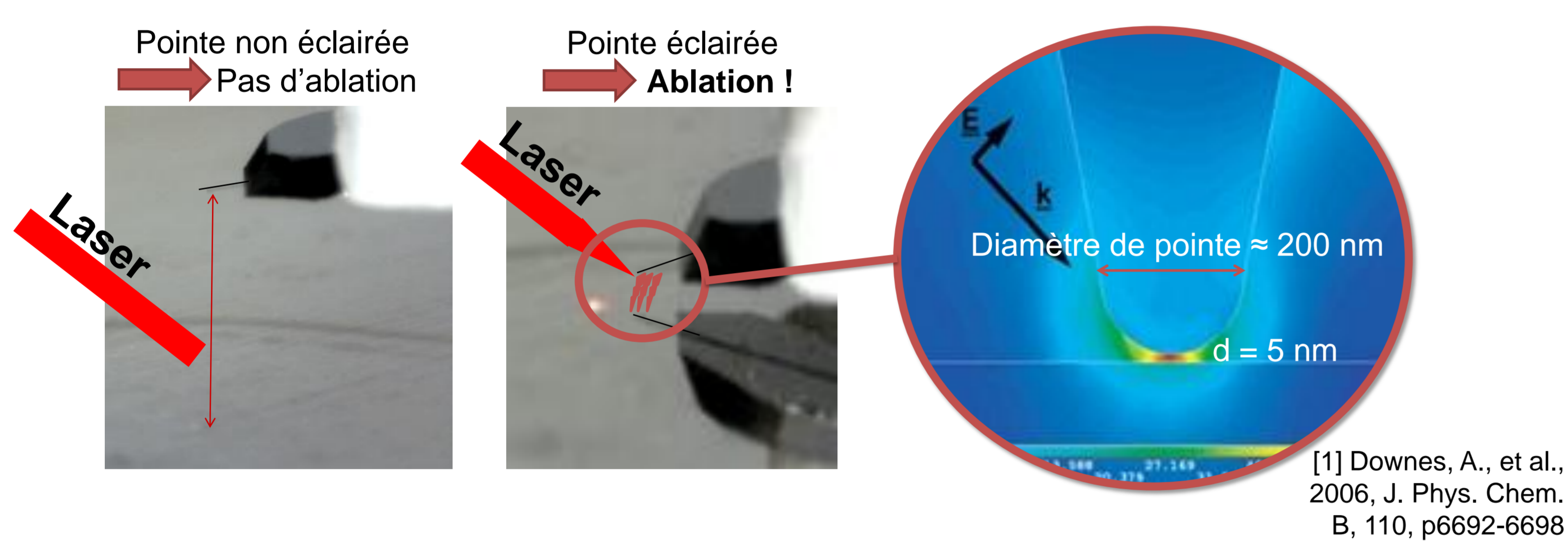
## Contexte et objectifs

Les études sur les matériaux utilisés dans les réacteurs nucléaires (vieillesse, corrosion...) nécessitent de nouvelles méthodes analytiques malgré les récents développements dans le domaine. En effet, les techniques actuelles ne permettent pas toujours d'obtenir une analyse chimique quantitative et sensible à l'échelle nanométrique, nécessaire pour l'étude de joints de grain ou de microfissures par exemple.

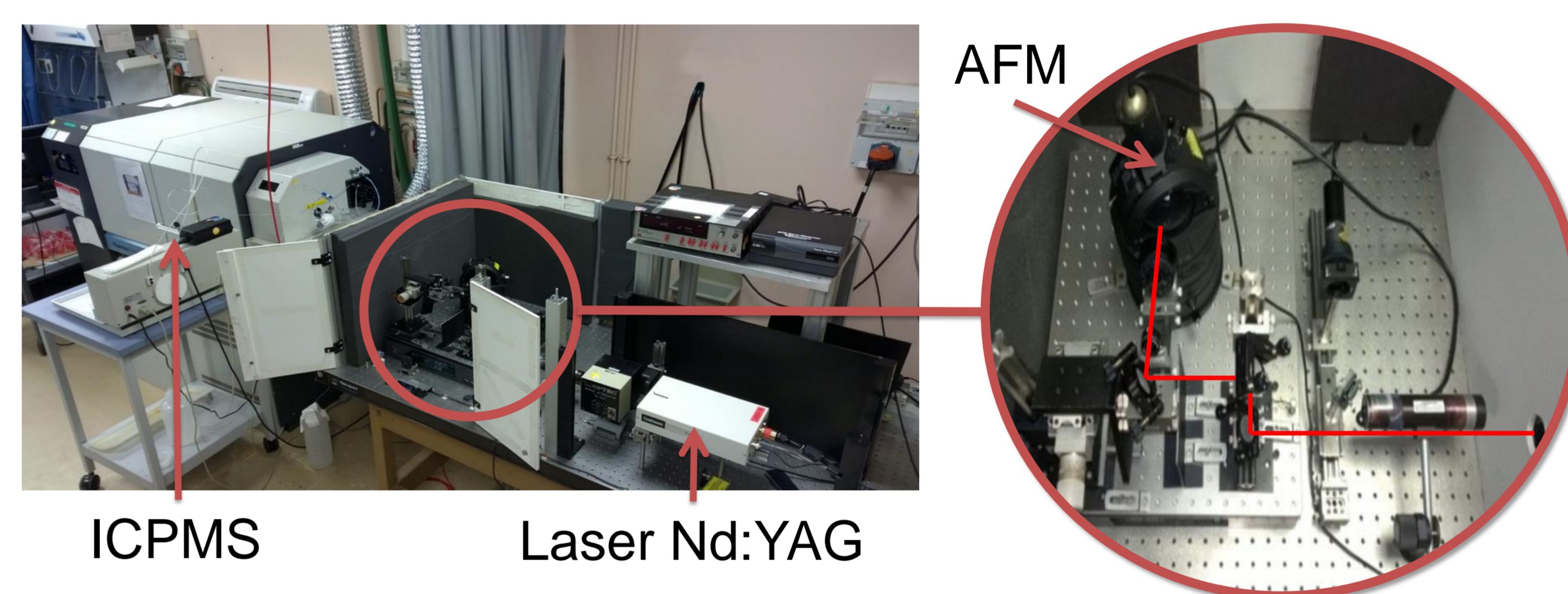
Ce travail propose de répondre à ce besoin grâce à l'ablation laser en champ proche couplée à la spectrométrie de masse à source plasma (NF-LA-ICPMS), permettant l'analyse directe et rapide de solides à une échelle sub-micrométrique. Le montage développé combine un laser nanoseconde, un microscope à force atomique (AFM) et un ICPMS à haute résolution. L'ablation est réalisée en amplifiant le champ électrique du laser au sommet de la pointe de l'AFM, positionnée à quelques nanomètres de la surface de l'échantillon et éclairée par le laser.

## Principe et état du projet en début de thèse

### Principe de l'ablation laser en champ proche :



### Montage :



### Thèse 2013-2016 (Chirelle Jabbour) :

- ➔ Développement de l'ablation laser en champ proche
- ➔ Etude multiparamétrique menée sur Au, Ta et Si et identification des meilleures conditions d'ablation

- ➔ Développement de codes de modélisation de l'amplification du champ proche et du chauffage en accord avec les données expérimentales
- ➔ Premiers essais de couplage hors-ligne AFM-ICPMS

## Démarche envisagée à partir de l'étude bibliographique

### Poursuite de l'étude multiparamétrique sur l'ablation en champ proche :

- Ajout d'un laser femtoseconde au montage qui pourrait permettre :
  - Mécanismes d'ablation différents
  - Particules générées plus petites [2]
  - Nouvelles longueurs d'ondes
- Etude de nouveaux matériaux : alliages, autres semi-conducteurs, céramiques, verre
- Etude de l'influence du gaz ambiant (milieu non oxydant)
- ➔ Maîtrise du phénomène d'ablation (dimensions des cratères)



Laser fs Ti:Sapphire (Libra series, Coherent)

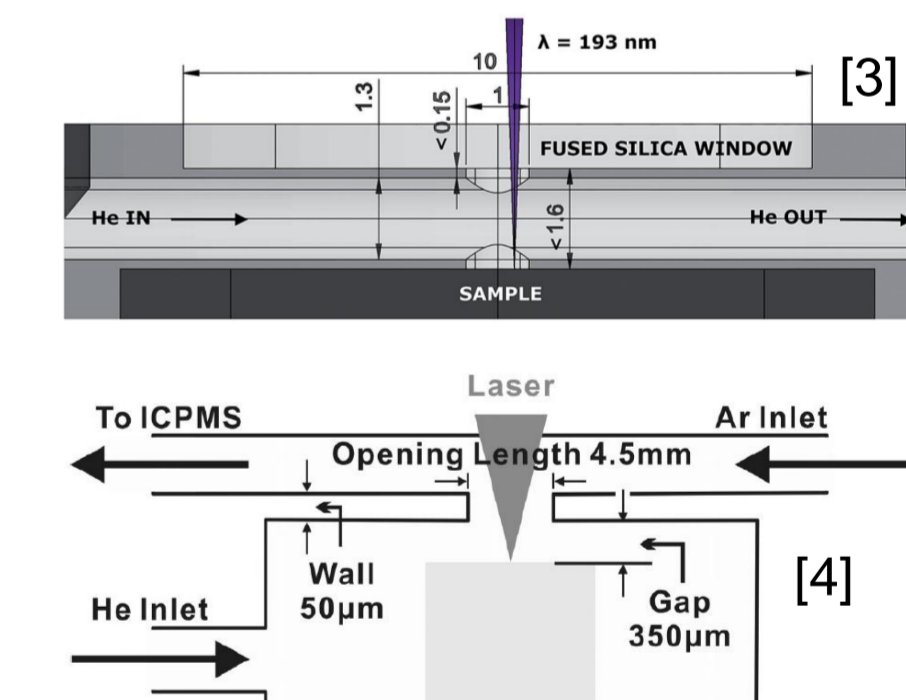
### Evolution des codes de modélisation :

- Influence de la durée des impulsions laser (en cours de développement)
- Ajout de données expérimentales supplémentaires

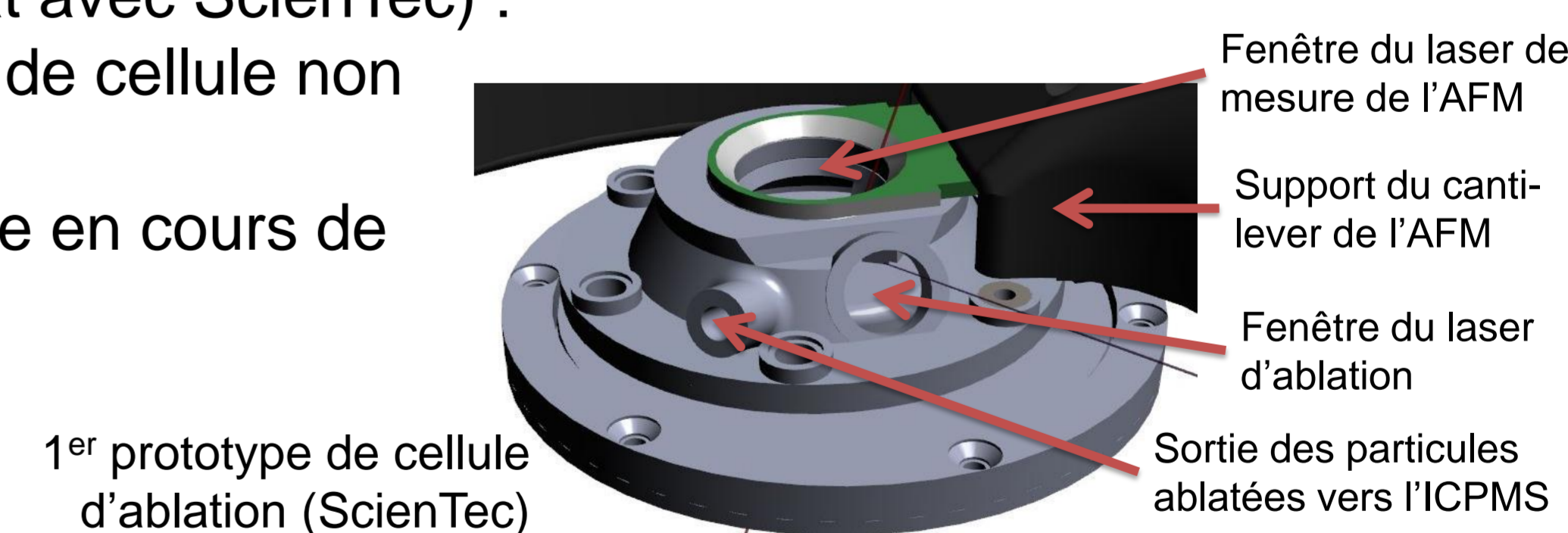
[2] Gonzalez, J. J., et al, 2007, Talanta 73(3), p567-576

### Mise au point de l'interface AFM-ICPMS :

- Création d'un système de transport pour les particules ablatées adapté à la cartographie... :
  - Flush très rapide pour éviter interférences
  - Réduire la dispersion
  - Limiter les pertes de matière
  - Optimiser composition/débit des gaz de transport
- ...Et adapté au montage d'ablation en champ proche (Partenariat avec ScienTec) :
  - 1<sup>er</sup> prototype de cellule non concluant
  - 2<sup>ème</sup> prototype en cours de conception



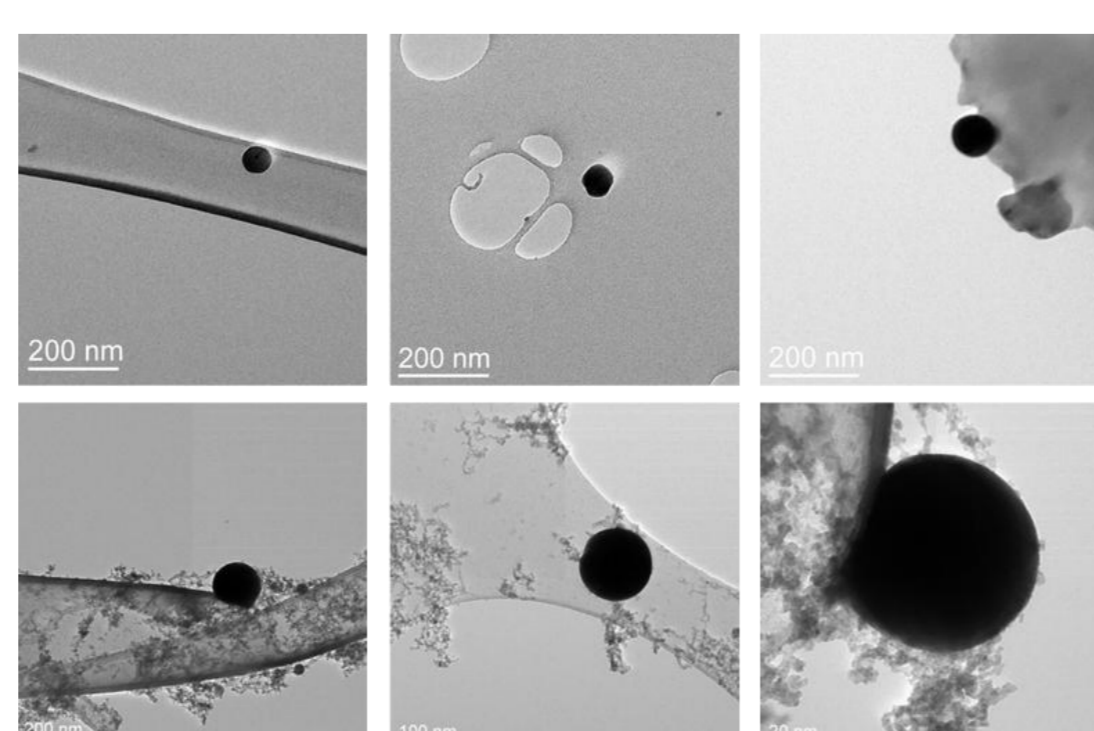
Exemples de cellules d'ablation pour cartographie par AL-ICPMS [3] Van Malderen et al., 2015 [4] Wang et al., 2013



1<sup>er</sup> prototype de cellule d'ablation (ScienTec)

### Caractérisation des particules ablatées :

- Etude de la granulométrie (taille et forme) des particules par microscopie électronique et AFM
- Etude de la dispersion en taille des particules par ELPI
- Etude de l'influence des conditions opératoires sur la granulométrie
- Etude du biais élémentaire et isotopique généré lors de l'ablation
- ➔ Obtention d'un aérosol répétable, représentatif de l'échantillon, constitué de particules fines

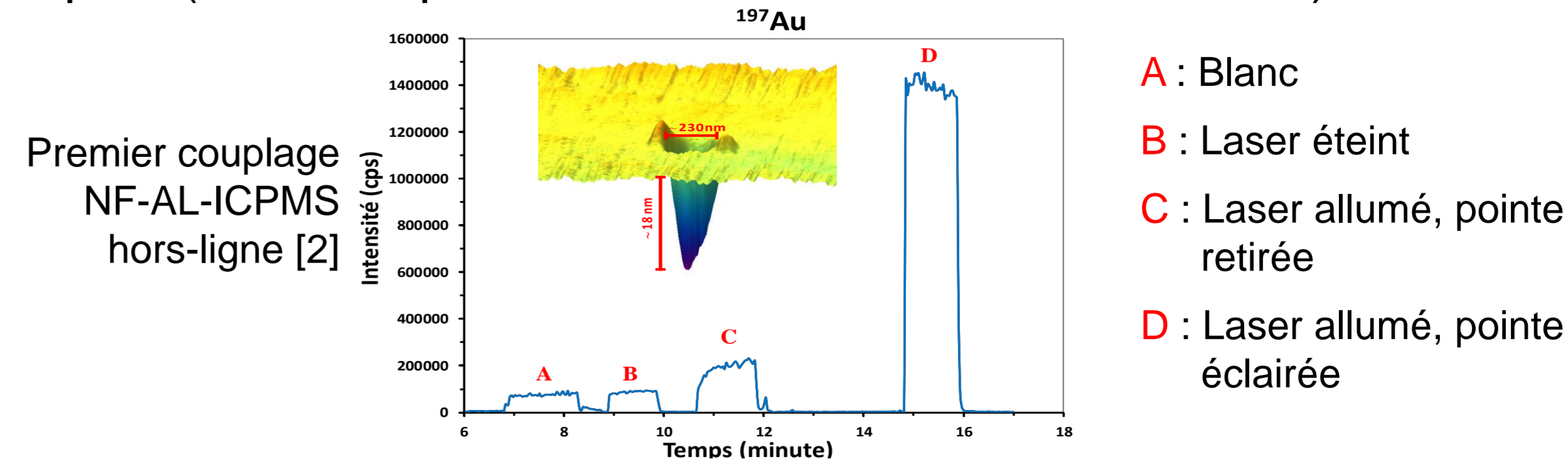


Images MET de nanoparticules d'or issues de l'ablation laser en champ proche [2]

[5] Jabbour, C., 2016, Thèse, Université Pierre et Marie Curie

### Développement de la méthode d'analyse par ICP-MS des particules ablatées :

- Très sensible (seulement quelques fg de matière à détecter)
- Rapide (<100 ms pour conserver la meilleure résolution)



➔ Cartographie quantitative, élémentaire et isotopique d'échantillons solides à l'échelle nanométrique

[5] Jabbour, C., 2016, Thèse, Université Pierre et Marie Curie