# ETUDE D'UN SYSTEME DE MICROPRELEVEMENTS SURFACIQUES PAR IMPACT LASER POUR L'ANALYSE ULTERIEURE DE SURFACES CONTAMINEES

**J.J. Gaumet*, F. Membrey*, A. Chambaudet*, G. Madelaine**, D.Boulaud** et P. Zettwoog****

* Laboratoire de Microanalyses Nucléaires, U.F.R. Sciences de Franche-Comté, La Bouloie, Route de Gray, 25030 BESANCON CEDEX - FRANCE

** Commissariat à l'Energie Atomique, IPSN/DPT, BP. 6, 92265 FONTENAY AUX ROSES CEDEX - FRANCE

# STUDY OF A MICROSAMPLING SYSTEM BY LASER IMPACT FOR ANALYSIS OF CONTAMINATED SURFACES

## ABSTRACT

A method of microsampling by laser YAG is described. The aim is to take a very small amount in surface of contaminated materials (nuclear or chemical contamination). The use of an Electric Aerosol Analyser allowed to distinguish two different phenomenous of interaction between a power laser and a target: ablation (hole formation of the target less than 0,5 mm of diameter) and desorption (invisible surface sampling). The rate of desorbed material is estimated by regression. Some perspectives are also discussed.

## INTRODUCTION

Nous présentons une méthode de prélèvement de matière par impact laser qui se caractérise par:

- un dégât petit à la surface d'une cible (diamètre du cratère formé inférieur à 0,5 mm)
- un produit prélevé facilement analysable par différentes méthodes physico-chimiques.

L'interaction entre un faisceau laser et une cible peut se manifester sous deux formes très différentes selon l'énergie, l'angle d'incidence, la défocalisation du faisceau laser et les propriétés physico-chimiques du matériau cible (coefficient de réflexion, paramètres thermodynamiques,...). La première possibilité est une ablation avec formation d'un impact et production de microgouttelettes de liquide et d'un plasma. Ce dernier, composé de particules partiellement ionisées, se refroidit très rapidement. Les clusters créés condensent et forment un aérosol composé de microbilles dont la particularité réside dans une distribution en taille relativement monodispersé (Voir Fig.1)[1]. La seconde consiste en une désorption [2] à la surface de la cible. L'unique produit résultant de l'interaction est un aérosol. Dans ce cas, la surface irradiée ne montre pas de dommages "visibles". L'aérosol formé est facilement récupérable.

## APPAREILLAGE

*- Système de prélèvement*

Le prélèvement de matière est effectué dans une cellule en duralumin (voir Fig.2), comprenant une entrée et une sortie du gaz vecteur. Une fenêtre en saphir permet le passage du faisceau laser, celui-ci interagissant avec la surface à analyser avec un angle d'incidence nul. Les paramètres du faisceau sont regroupés dans le tableau 1:

| Laser Longueur d'onde | Energie faisceau | Durée d'impulsion | Puissance crête | Densité de puissance surfacique | Distance focale de la lentille de focalisation |
|---|---|---|---|---|---|
| Nd-YAG 1,06 µm | 0,1-0,3 J | 100-150 µs | 1000-3000 kW | $10^6$ - $10^7$ $W.cm^{-2}$ | 40 ou 100 mm |

Tableau 1: Paramètres du faisceau laser utilisé

- *Récupération de la matière expulsée*

Lors de l'interaction laser-matière, il est nécessaire d'éviter les projections de gouttelettes difficilement récupérables et contaminant les parois de la cellule.

A l'opposé, l'aérosol (voir Fig.1) possède des propriétés bien différentes du liquide projeté dans le cas d'une ablation laser.Les microbilles formés lors du refroidissement brutal du plasma sont très bien localisées laissant l'enceinte de prélèvement propre. En effet, les particules obtenues sont submicroniques, ce qui rend leur transport très aisé au moyen d'un gaz vecteur.

Grâce à cette facilité de déplacement, l'aérosol peut être récupéré sur un filtre Millipore. Au moyen d'un diaphragme, une très petite quantité de matière est concentrée sur une très petite surface du filtre. L'analyse du dépôt par des techniques de microanalyses telles que la spectrométrie LAMMA (LAser Microprobe Mass Analyser) [3] et la microsonde d'analyse X (Fig.3) est rendue possible.

## COMPARAISON ENTRE ABLATION ET DESORPTION PAR ANALYSE DE L'AEROSOL FORME

Dans l'étude qui suit, la chambre d'échantillonnage est couplée à un Analyseur Electrique d'Aérosol de la firme Thermo System Inc. (Fig.2). Ce compteur de particules permet de déterminer le nombre et les dimensions des microbilles formées. Les Fig.4 et 5 (respectivement pour une défocalisation de 0 mm et +10 mm par rapport à la surface de la cible) montrent les différentes allures pour les deux phénomènes résultant de l'interaction laser-cible métallique (or 14 carats). Pour une focalisation non nulle (sans formation de cratère), la décroissance du nombre d'aérosols en fonction du temps d'irradiation est continue pour tendre asymptotiquement vers une valeur limite: nous sommes en présence d'une désorption. En revanche, une focalisation du faisceau laser à la surface de la cible engendre une densité d'énergie très élevée générant un cratère sur le matériau. La concentration en aérosol varie de manière importante et le phénomène de décroissance dans le cas d'une désorption est stoppé: il y a ablation.

Par régression, nous avons exprimé le volume de matière ablaté en fonction du temps d'irradiation.

La modélisation proposée est schématisée à la Fig.6, le volume **V** prélevé étant donné par la relation (1):

$$V = \frac{D}{\alpha}\left[\frac{1}{\beta} - \frac{1}{[\alpha t + \beta]}\right] \qquad (1)$$

avec D: débit du gaz vecteur
t: temps d'irradiation
$\alpha$ et $\beta$: coefficients provenant de l'expression de la régression (2) entre v, volume d'aérosol prélevé par unité de temps, et t.

$$\frac{1}{v^{0,5}} = \alpha \,.\, t + \beta \qquad r = 0.990 \quad (2)$$

(avec $\alpha = 9.70.10^{-5}$ et $\beta = 22.46.10^{-3}$).

On en déduit la profondeur ablatée z (3):

$$z = \frac{4\,V}{\Delta^{2}\,\pi} \qquad (3)$$

avec $\Delta$: diamètre du trou créé (supposé être un cylindre de profondeur z).

Dans le cas de l'or 14 carats, avec $\Delta$ = 3000 µm, on obtient un volume **V** de matière prélevée égal à $3.10^{7}$ $\mu m^3$ avec une profondeur z = 2,4µm.

## DEVELOPPEMENTS ET PERSPECTIVES

Les expériences présentées ci-dessus confirment les options choisies lors de la conception de la cellule de prélèvement:

- l'aérosol produit peut être transporté au moyen d'un gaz vecteur
- une gamme de défocalisation importante est possible permettant une ablation ou une désorption.

Nous avons également montré la possibilité de vaporiser des matériaux sans créer des dégâts apparents, ceci peut s'avérer important pour des applications de cette technique dans le cadre d'authentification d'oeuvres d'art (statuettes, bijoux, peintures,...) ou de contrôles non destructifs.

La méthode présentée est intéressante dans le cas de surfaces contaminées par voie radioactive ou chimique. Ainsi, le prélèvement à l'intérieur de sites irradiés (réacteur nucléaires, circuits primaires,...) peut être envisagé grâce à l'utilisation d'une part de fibres optiques en couplant le laser et la cellule et d'autre part de la robotique.

## BIBLIOGRAPHIE


[1]. **Matsunawa, A., Katayama, S., Susuki, A. et Ariyasu,T.,Laser Production of Metallic Ultra-Fine Particles, Transactions of JWRI,15, 61-72, (1986).**

[2]. **Eloy, J.F., Les Lasers de Puissance, Ed. Masson (1985).**

[3]. **Muller, J.F., L'ionisation laser des surfaces en spectrométrie de masse, Analusis,v18, n°19, i16-i17 (1990).**

[4]. **Liu B.Y.H. et Pui D.Y.H. On the Performance of the Electrical Aerosol Analyser, J. Aerosol Science, 6, 249-264 (1974).**

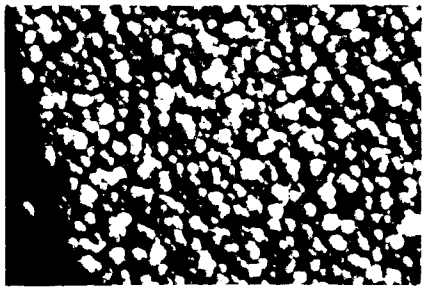

Fig. 1:

Aérosol de Zinc déposé sur une lame de verre

Photo M.E.B. Grossissement: * 20000

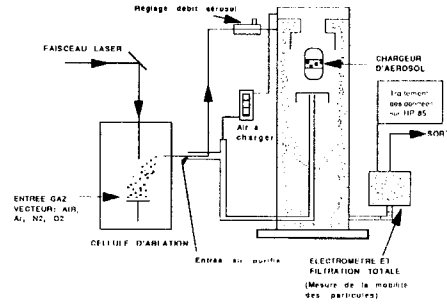


Fig. 2:

Schema simplifié du système d'ablation laser couplé à l'analyseur électrique d'aérosol

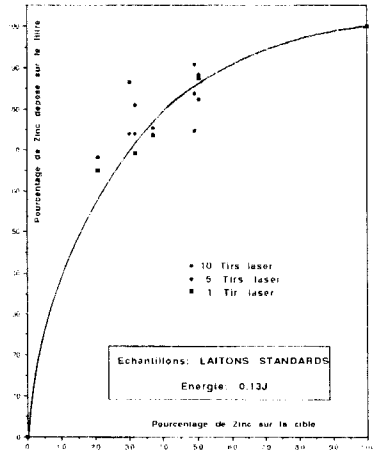


Fig. 3:

Courbe d'enrichissement du Zinc sous irradiation laser dans la phase vapeur, en fonction du pourcentage en Zinc dans la cible

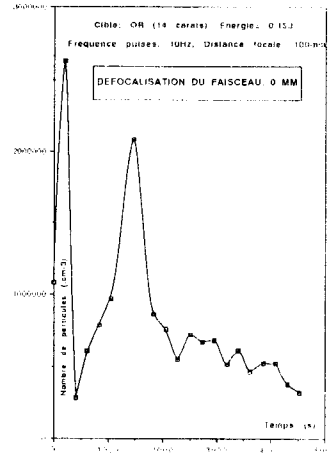


Fig. 4:

Nombre de particules en fonction du temps d'irradiation laser

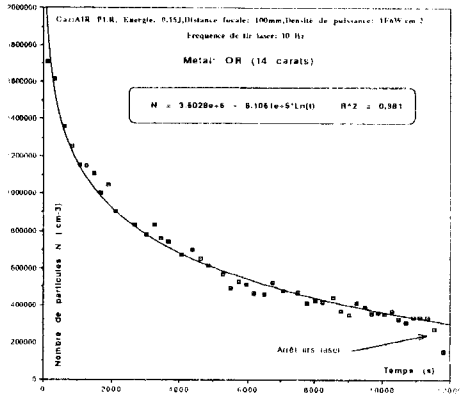


Fig. 5:

Nombre de particules vaporisées par impact laser en fonction du temps d'irradiation

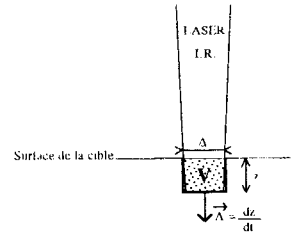


Fig. 6:

Modélisation des paramètres d'un impact généré au moyen d'un faisceau laser