

## Objectif du projet

Le projet **NANOCARA** vise à développer une solution globale associant les procédés de production de nanoparticules à leur complète **caractérisation** (taille concentration, composition chimique) en toute sécurité pour l'utilisateur et l'environnement.

Les aspects **innovants** majeurs de ce projet sont :

- L'échantillonnage d'aérosol sur réacteur de synthèse suivi d'une **dispersion** et d'un **confinement** des nanoparticules dans un **plasma RF**
- Le développement d'une **technique électrique de mesure** en temps réel dans le plasma RF (RFBM)
- La **combinaison** des différentes techniques optiques de mesure complémentaire au sein du plasma RF, en évitant la pollution des hublots tout en optimisant la dispersion (LIBS & MALLS)

Mesure de la taille, de la concentration et de la dimension fractale

- Technologie électrique « **RFBM** » (Radio Frequency Plasma Metrology)
- Technologie optique « **MALLS** » (Multiple Angle Laser Light Scattering).

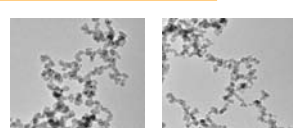
Détermination de la composition chimique et de la stoechiométrie

- Technologie spectroscopique « **LIBS** » (Laser Induced Breakdown Spectroscopy)

## Principaux résultats

**Synthèse de nanoparticules par pyrolyse laser**

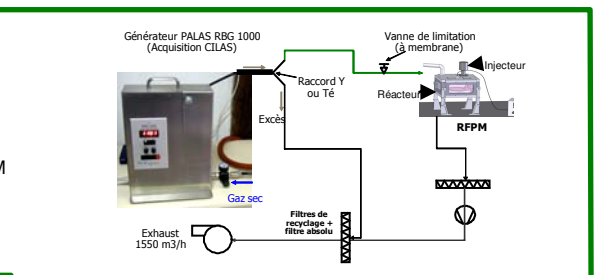
Type de particules : SiC, TiO<sub>2</sub>, TiC  
Gaz porteur : Argon  
Débit gaz : 85-130 L/mn  
Taux de production : 0,215-1,1 kg/h  
Concentration : 40 – 150 µg/cm<sup>3</sup>



**Adaptation de pression**

**Synthèse à pression atmosphérique Mesure à basse pression 0,1 mbars**

- Validation off-line de l'injection des nanoparticules dans la cellule RFBM
- Réduction des pertes lors du transport (diffusion, thermophorèse, impaction, électrostatique)
- Optimisation des phases de prélèvement et de dilution



**Détermination de la composition chimique**

Technologie spectroscopique

**Mesure de la taille et caractérisation de la forme**

Technologie électrique  
Technologie optique

**LIBS (Laser Induced Breakdown Spectroscopy)**

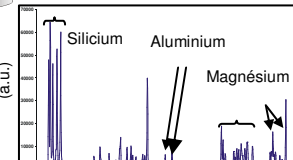
Laser impulsif / Système optique / Spectromètre

**La LIBS, technique :**

- § Tout optique / à distance
- § Sans préparation d'échantillon
- § Rapide
- § Multiélémentaire

1. Impulsion laser : ~10 ns
2. Ablation / formation du plasma : ~10 ns
3. Expansion / émission du plasma : ~µs

Position des raies / Identification des éléments / Intensité des raies / quantification



Mesure en ligne de la stoechiométrie de NP de SiC (Débit de silane constant, débit d'acétylène variable)

Evolution linéaire du rapport d'intensité des raies avec la stoechiométrie

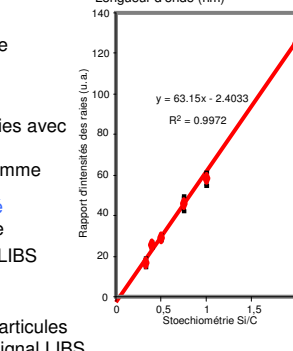
8 % d'incertitude (étalonnage) en milieu de gamme

Optimisation de la **répétabilité / reproductibilité**

- Modification du design de la cellule d'analyse
- Étude des sources de fluctuations du signal LIBS

Optimisation de la **justesse** des mesures

- Contres-mesures de la stoechiométrie des particules
- Contribution des résidus de gaz réactifs au signal LIBS



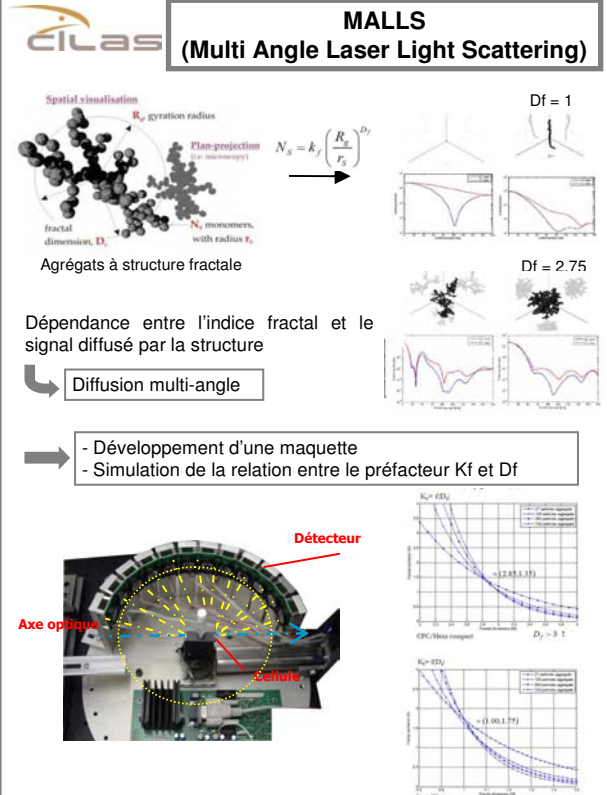
**MALLS (Multi Angle Laser Light Scattering)**

Spatial visualisation / Plan-projection / Diffusion multi-angle

Agrégats à structure fractale

Dépendance entre l'indice fractal et le signal diffusé par la structure

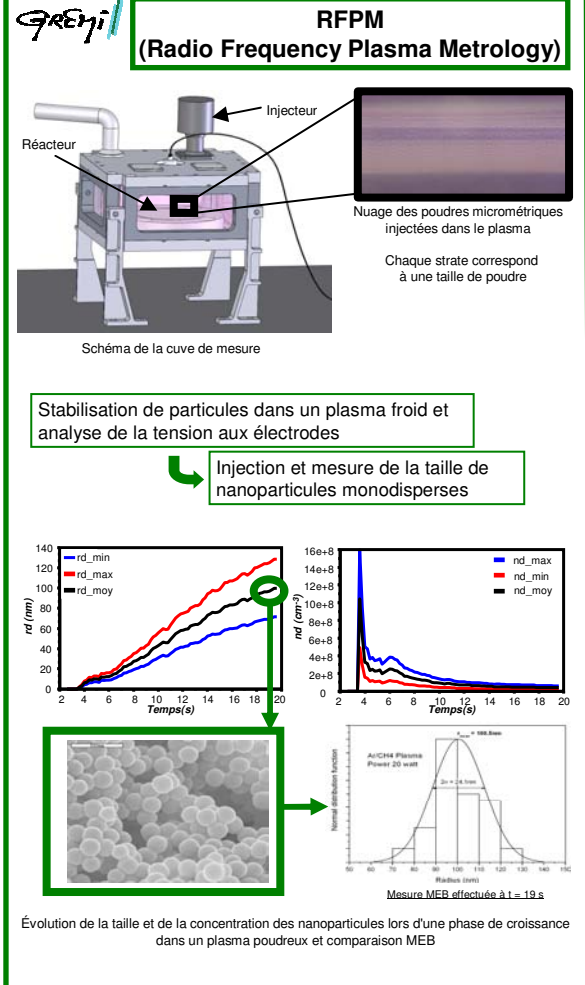
Développement d'une maquette / Simulation de la relation entre le préfacteur Kf et Df



**RFBM (Radio Frequency Plasma Metrology)**

Stabilisation de particules dans un plasma froid et analyse de la tension aux électrodes

Injection et mesure de la taille de nanoparticules monodisperses



Évolution de la taille et de la concentration des nanoparticules lors d'une phase de croissance dans un plasma poudreux et comparaison MEB

## Perspectives

Il est envisagé d'utiliser la **cuve de caractérisation combinant les techniques LIBS, RFBM & MALLS pour l'analyse en temps réel et l'asservissement de procédés de fabrication de nanoparticules**. Plusieurs verrous majeurs avaient été identifiés au début du projet. En particulier, le prélèvement et l'injection des poudres ainsi que leur désagglomération qui sont en cours d'étude.

Par ailleurs, nous souhaiterions également évaluer les performances de ces outils comme instruments de mesure des atmosphères de travail.

Une caractérisation fiable, automatisée et en temps réel sur un réacteur industriel à haut débit de production tel que celui du CEA/DEN est un facteur majeur de **sécurisation des procédés**.

Contact: [nano@cilas.com](mailto:nano@cilas.com)