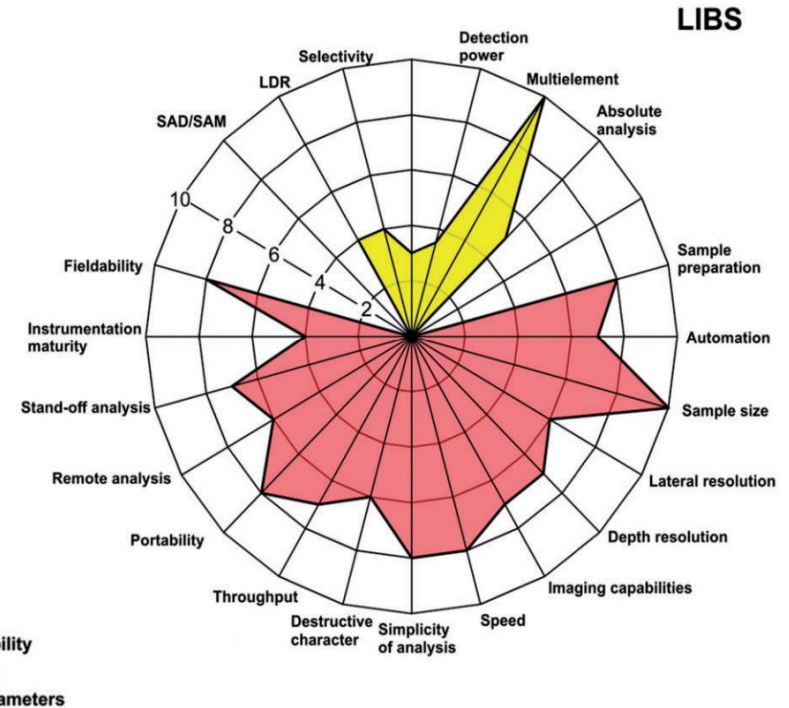
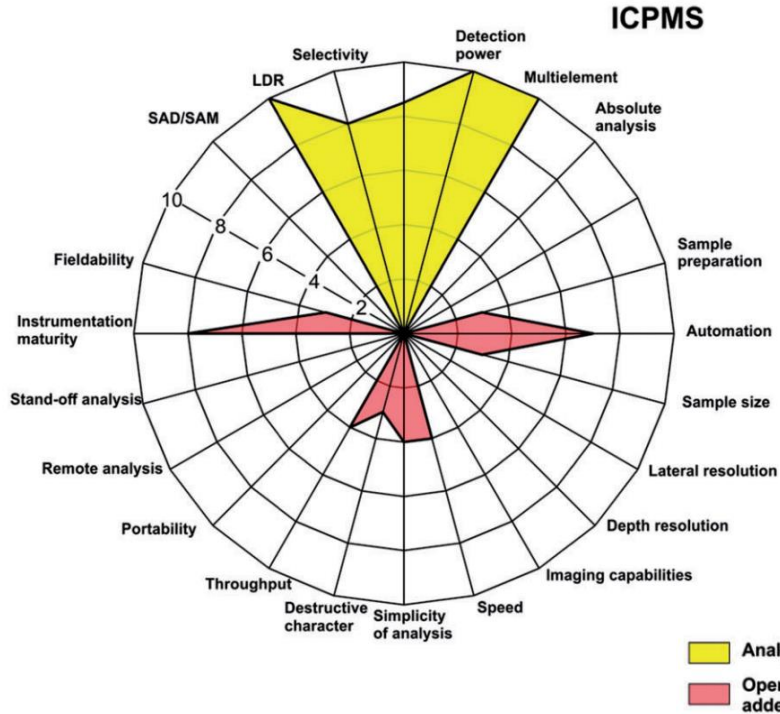


Analyse LIBS pour des applications industrielles

Frédéric PELASCINI, Damien DEVISMES, Vincent MOTTO-ROS, Jörg HERMANN

Comparaison ICPMS et LIBS



Rajouter des dimensions supplémentaires au problème

Pour où ?

	Le laboratoire de recherche	L'entreprise analyste	L'industrie	La défense
Au laboratoire	😊		😊	
Fixe en milieu contrôlé		😊	😊	
Fixe en milieu difficile			😊	
Transportable			😊	😊
Portable	😊	?	😊	😊

► Les conditions environnementales définissent les choix technologiques sur les systèmes

- Fixe en milieu contrôlé
- En milieu difficile
- Transportable/portable

Pour quoi faire ?

	Le laboratoire de recherche	L'entreprise analyste	L'industrie	La défense
R&D	😊		😊	
Echantillonnage		😊	😊	😊
Systématique		😊	😊	
Contrôle sur site			😊	😊
Contrôle qualité en ligne			😊	
Contrôle critique		😊	😊	😊

Quelles contraintes spécifiques ?

	Le laboratoire de recherche	L'entreprise analyste	L'industrie	La défense
Sensibilité	😊	😊	😊	
Fiabilité	😊	😊	😊	
Répétabilité	😊	😊	😊	
Environnement			😊	😊
Simplicité			😊	😊
Encombrement				😊
Coût		😊	😊	

LIBS Portable

Nombreux choix et systèmes fonctionnels

Systemes tout intégré

- ▶ Passage de système home-made à des systèmes commerciaux
- ▶ Tout portable : abandons de l'ombilical
- ▶ Besoins haute portabilité et analyse sur site
- ▶ Actuel : 2kg et taille 25x25x10cm
- ▶ Nombreuses caractéristique des systèmes de laboratoires
 - ▶ délais variable, gaz, multipoint, video, prêts,...



**Bruker
EOS-500**



**BW & Tek
NanoLIBS**



**Hitachi
Vulcan**



**Vela
Instruments**



**Rigaku
KT-100S**



**SciAps
Z-200**



**Thermo Fisher Scie.
Niton Apollo**



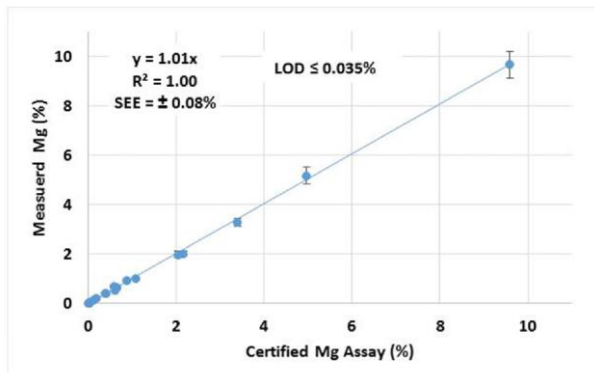
**TSI
ChemLite**

Quelques exemples de systèmes

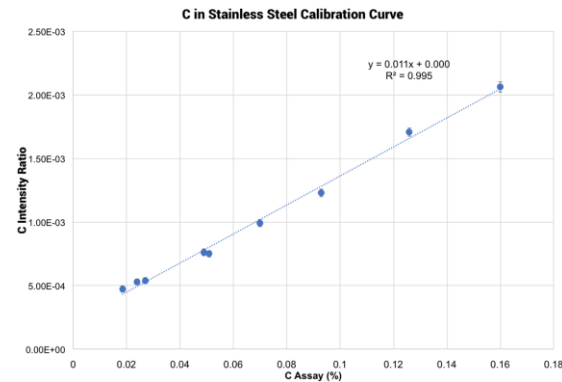
Quelques exemples : PMI

PMI : complémentarité au XRF

- ▶ Be dans les bronzes
- ▶ Si, Mg et Li dans les alliages d'aluminium
- ▶ Al et Mg dans les alliages de Ti
- ▶ C dans les aciers



Operator A		Operator B	
316L C%	347 C%	316L C%	347 C%
0.018	0.0564	0.015	0.0475
0.014	0.0497	0.018	0.0446
0.016	0.0481	0.017	0.0524
0.012	0.0525	0.016	0.0588
0.019	0.0501	0.016	0.0616
0.016	0.051	0.016	0.053
0.0028	0.0032	0.0013	0.0072
17.7%	6.3%	7.7%	13.6%



S. Piorek, Rapid sorting of aluminum alloys with handheld μ LIBS analyzer, Mater. Today-Proc. 10 (2019) 348–354.

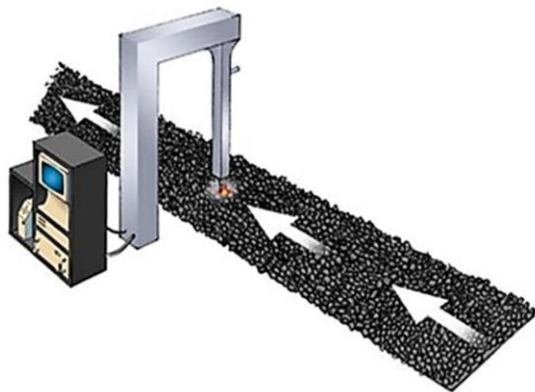
https://www.sciaps.com/wp-content/uploads/2018/04/SciAps_ApNote_LIBSCarbonMARCH2018.pdf

LIBS en ligne / en temps réel

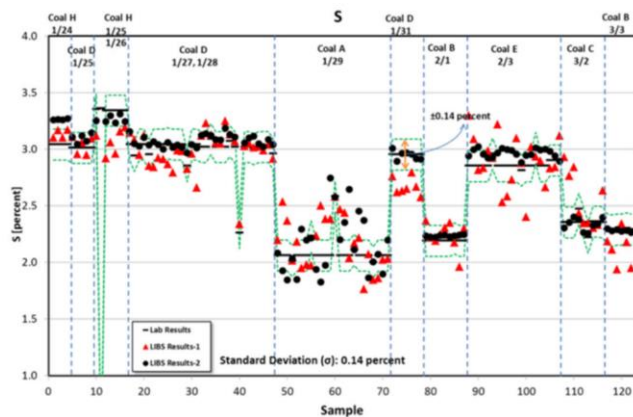
Contrôle en ligne

Systèmes « sur-mesure »

- ▶ Développés cas/cas
 - ▶ Gros investissements ingénierie
 - ▶ Spécifique à chaque cahier des charges et à chaque besoins
- ▶ Nombreux exemples



(a)



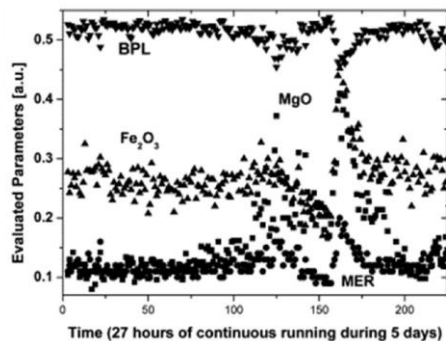
(b)

- ▶ Centrale électrique au charbon
- ▶ Contrôle du S (en noir analyse de laboratoire et en rouge LIBS en ligne)
- ▶ En parallèle contrôle d'autres éléments (Al, C, Ca, K, Mg, Na, Fe, Si et Ti)

Nombreux exemples



(a)

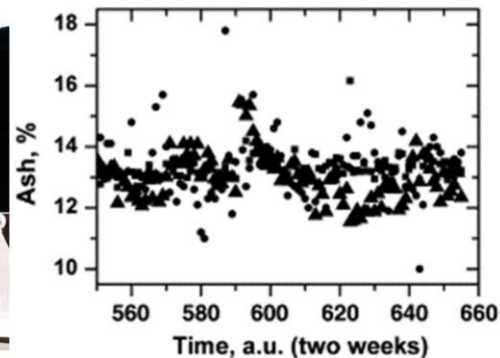


(b)

- ▶ Mine de phosphate
- ▶ Mesure en ligne de Mg, Fe, Al
- ▶ Les phases minérales sont étudiés séparément
- ▶ Obligation d'utiliser des rapports de raies (géométrie des échantillons, quantité d'eau,...)

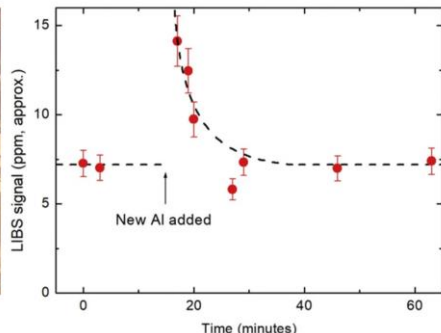
Gaft, M.; Sapir-Sofer, I.; Modiano, H.; Stana, R. Laser induced breakdown spectroscopy for bulk minerals online analyses. *Spectrochim. Acta Part B* 2007, 62, 1496–1503.

- ▶ Cendre dans le charbon



Gaft, M.; Dvir, E.; Modiano, H.; Schone, U. Laser induced breakdown spectroscopy machine for online ash analyses in coal. *Spectrochim. Acta Part B* 2008, 63, 1177–1182.

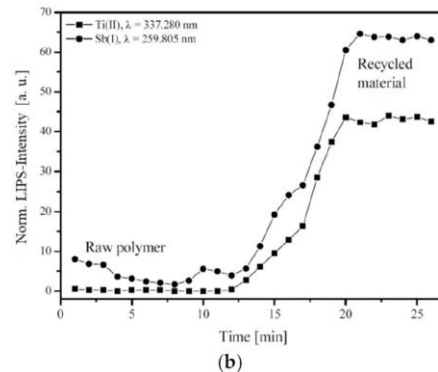
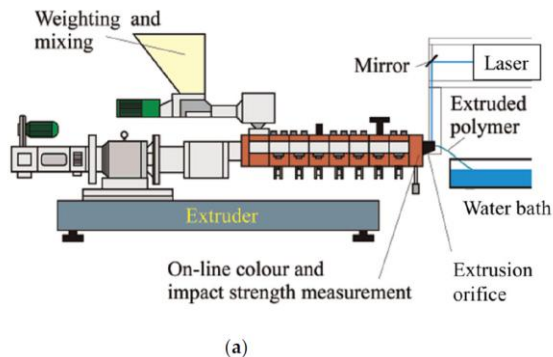
Nombreux exemples



- ▶ Aluminium liquide 800°C
- ▶ 14 impuretés différentes détectées
- ▶ Mesure de la concentration en Na
- ▶ LDD < 10 ppm

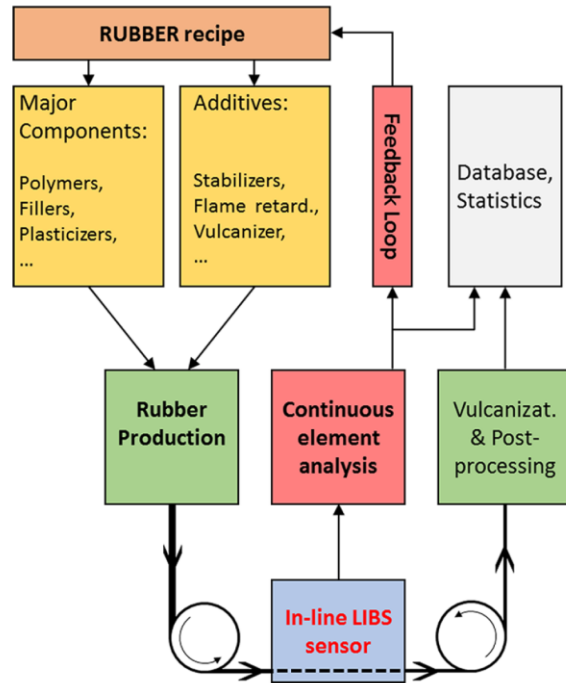
Gudmundsson, S.H.; Matthiasson, J.; Björnsson, B.M.; Gudmundsson, H.; Leosson, K. Quantitative in-situ analysis of impurity elements in primary aluminum processing using laser-induced breakdown spectroscopy. *Spectrochim. Acta Part B* 2019, 158,

- ▶ Analyse en direct à la sortie de l'extrudeur
- ▶ Ti, Sb, Zn, Sn, Al, Cd, Cr et Pb
- ▶ Limite de détection minimal de 30 ppm pour le Cd

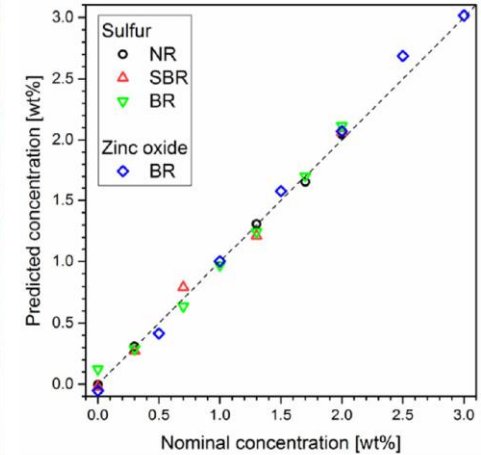


Fink, H.; Panne, U.; Niessner, R. Process analysis of recycled thermoplasts from consumer electronics by laser-induced plasma spectroscopy. *Anal. Chem.* 2002, 74, 4334–4342.

Nombreux exemples



(a)



(b)

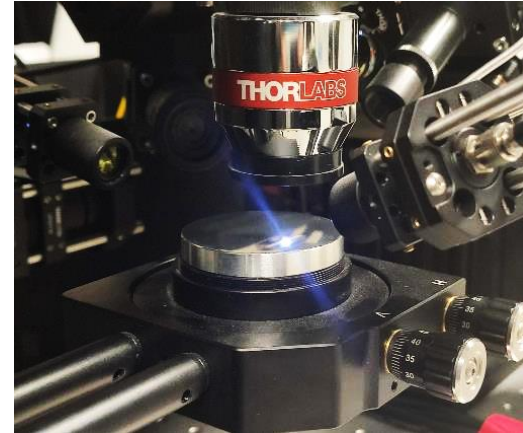
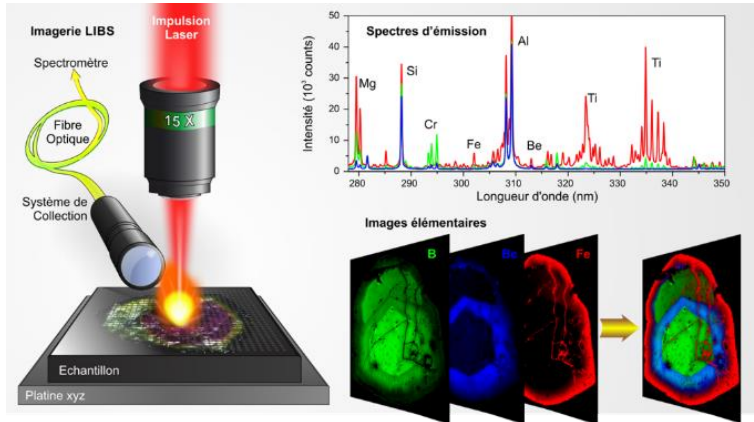
- ▶ Vulcanisation du caoutchouc
- ▶ Analyse du S et de l'oxyde de Zn
- ▶ LOD de 0,14% en S et 0,39 en ZnO

LIBS en laboratoire

Imagerie LIBS

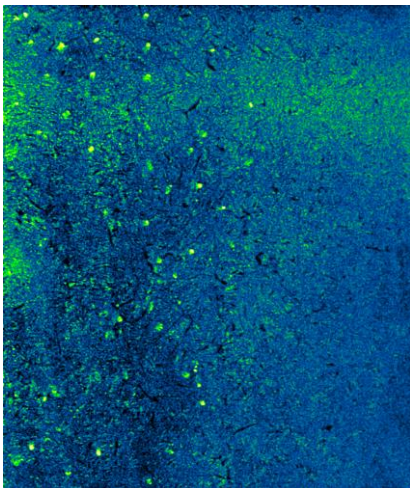
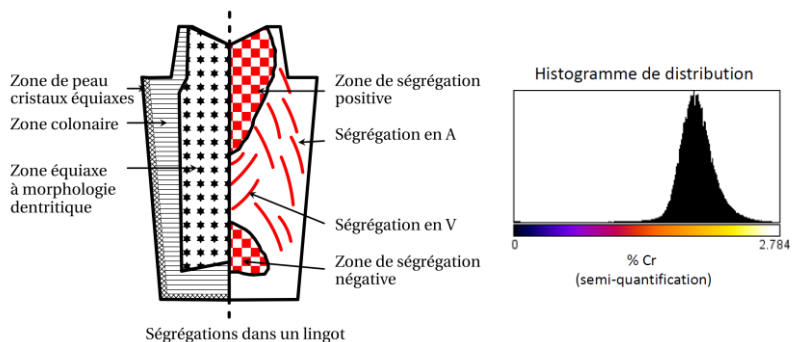
Systèmes « sur-mesure »

- ▶ On converge vers des choix « optimaux »
 - ▶ Vitesse, taille de cratères,...
- ▶ Préparation de l'échantillon est critique

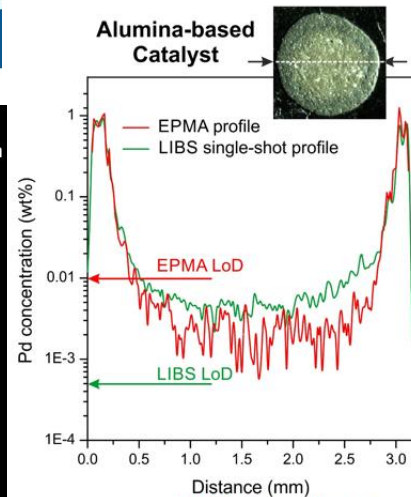
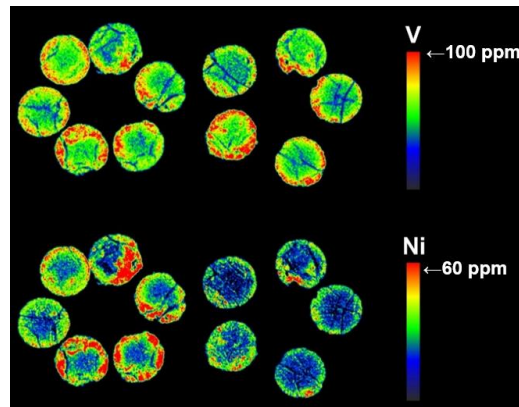
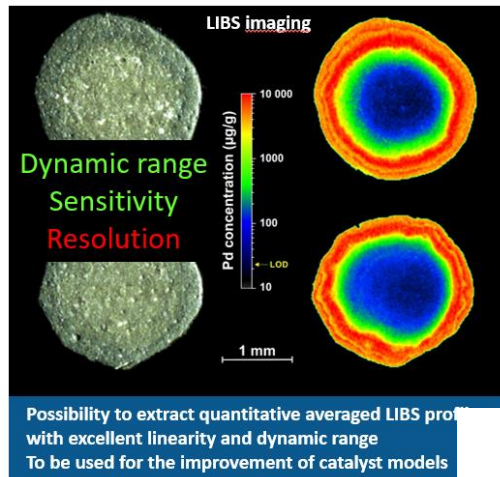


Imagerie LIBS

Ségrégation

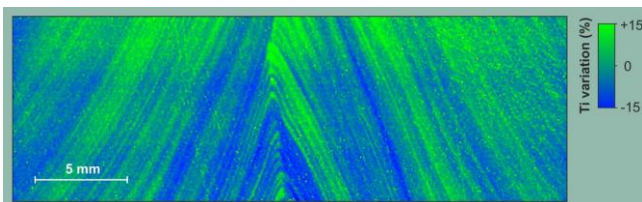


P2.2 Loïc Sorbier, Validation d'une méthode analytique pour le contrôle de la répartition des éléments dans des catalyseurs hétérogènes

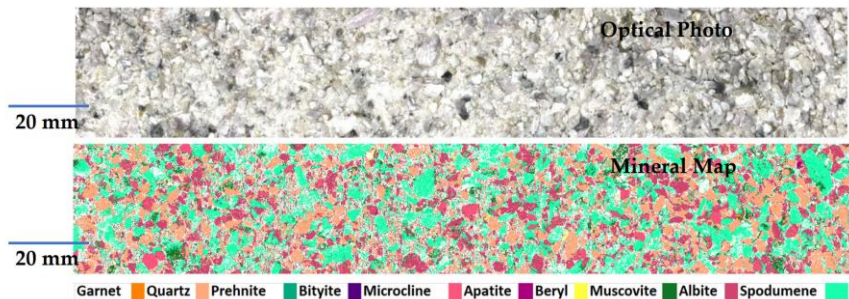
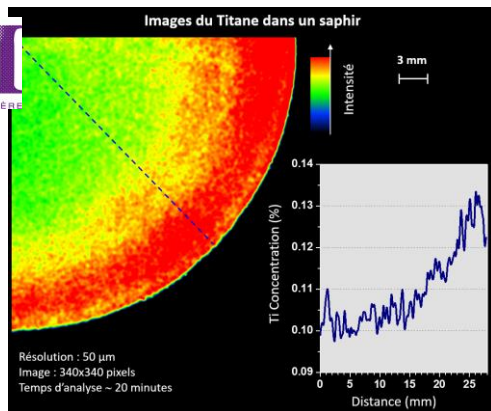


Time for the analysis: EPMA 1,5 hour / LIBS 20 seconds

Imagerie LIBS



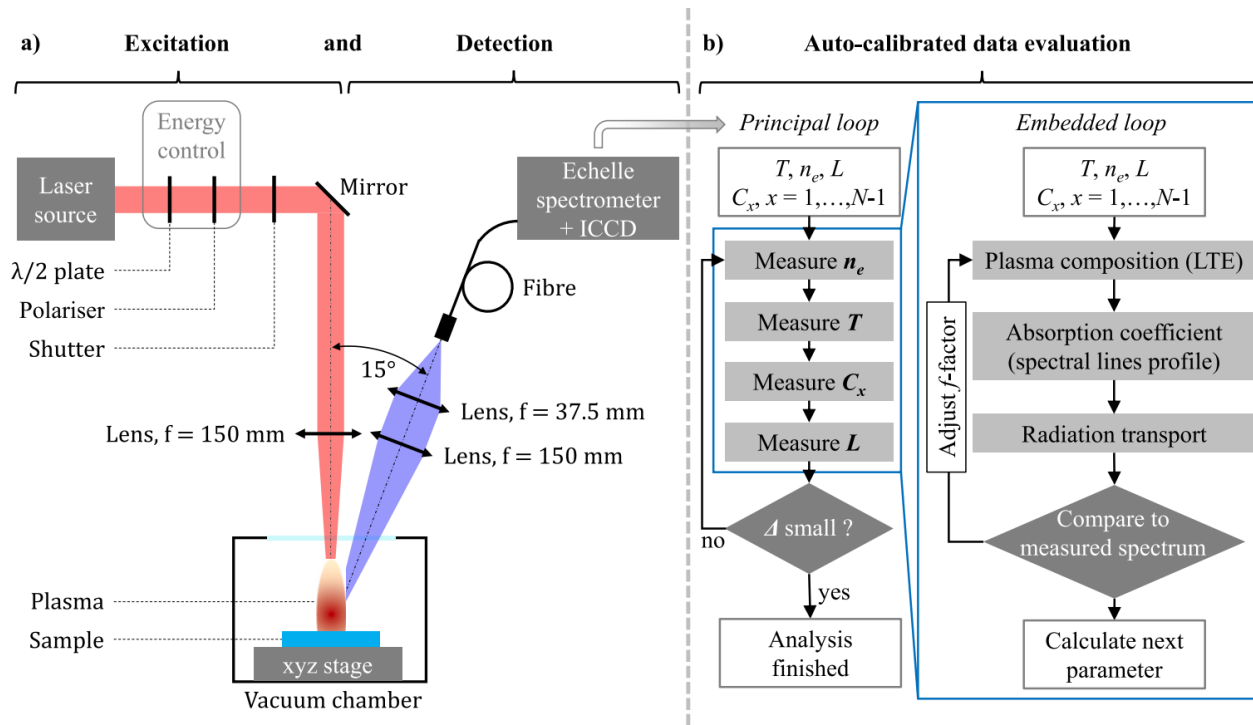
iLM
INSTITUT LUMIERE MATIERE



G. Alombert-Goget et al., *Optical Materials*, (2016).

Rifai, K.; Constantin, M.; Yilmaz, A.; Özcan, L.Ç.; Doucet, F.R.; Azami, N. Quantification of Lithium and Mineralogical Mapping in Crushed Ore Samples Using Laser Induced Breakdown Spectroscopy. *Minerals* 2022

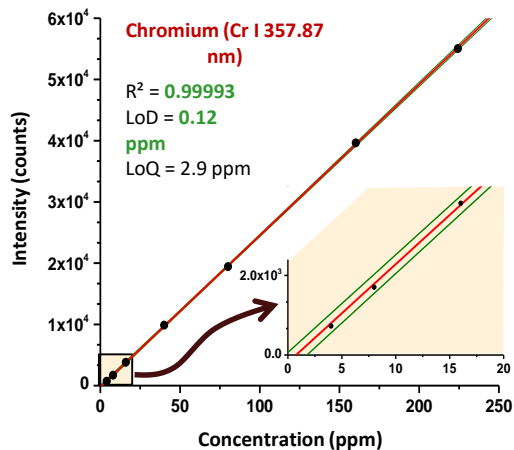
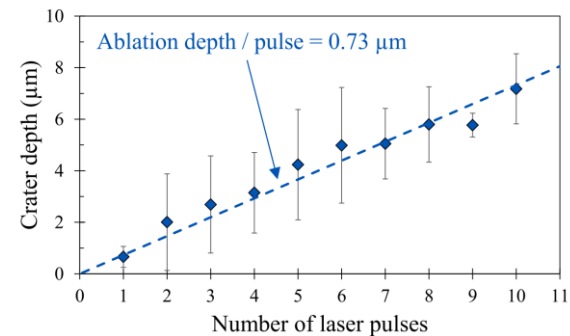
Quantification par LIBS : CF-LIBS



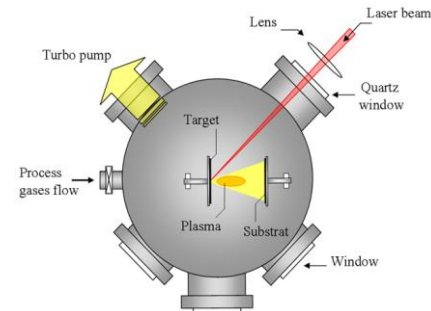
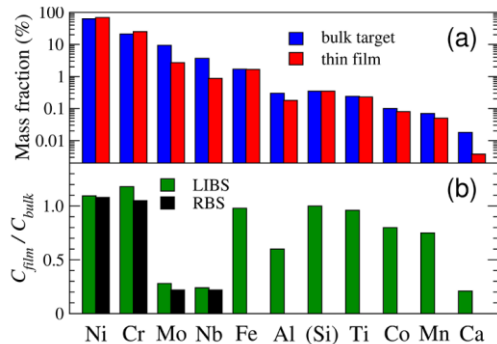
Présentation : **Sid Ahmed Beldjilali**, *Analyses LIBS pour le contrôle de qualité dans la production de cellules solaires*

Présentation : **Christoph Gerhard**, *Caractérisation des surfaces des verres optiques*

Pourquoi le CF-LIBS



➔ High level of reproducibility from a sample to another



► atouts majeurs

- Références inaccessibles (précieux, problèmes d'effets de matrices,...)
- Analyse de couches minces (les problèmes que l'on rencontre sans préparation de surface devient une force)

Conclusion

Oui ça marche pour les industriels

- ▶ Beaucoup de chose faites
 - ▶ Nombreux POC...
- ▶ La LIBS en France se porte très bien, dynamique et beau réseau...

MAIS.....

- ▶ Comme toute les techniques il y a l'aspect normatif à passer
 - ▶ On sait faire pourquoi faire autrement (destructif, que quelques pièces...)
- ▶ Il faut des critères de qualité sur les appareils, aller vers des standards
- ▶ Quid de la question sur les compétences à acquérir pour faire parti du club
 - ▶ Tout automatique, fiabilité....

“The real breakthrough will come when industry has a killer application that cannot be addressed using other, more established or recognized technology. The crucial question is: what does LIBS offer that industry cannot do using current ICP, arc/spark or XRF?”

Richard Russo



Osez le futur