

Les recherches autour de la fusion contrôlée

vues de l'université / CNRS

- Fusion / CEA
- Fusion / physique des plasmas

... existence de collaborations (turbulence, matériaux ...)

◆ Structuration d'un lien fort

LRC : Laboratoire de Recherches Conventionné

CNRS / universités et association Euratom - CEA (DRFC, Tore Supra)

- Turbulence
- Physique atomique
- Diagnostics
- Interaction plasma - paroi

PIIM-Marseille

PMIA-Nancy

CP2M/TECSEN-Marseille

Interaction plasma-paroi

I. Etudes en amont : graphite modèle et interaction avec H

◆ Expérimentales (J.-M. Layet, T. Angot ... PIIM)

- surfaces HOPG / H, H⁺
 - analyse des défauts : par bombardement, par adsorption
 - diagnostic électronique et vibrationnel : HREELS
 - diagnostic électronique et structural : STM
- surface de tungstène

◆ Modélisation (A. Allouche, Y. Ferro ... PIIM)

- surface parfaite / H
 - méthodes de la chimie quantique (DFT mol., périodique)
 - adsorption : sites, énergies, vibration, structure électronique (E_F)
 - adsorption : diffusion / recombinaison (E-R, L-H)
 - défauts : lacunes, dopants
- C amorphe, surface métallique

Liens étroits entre les deux études

II. Simulations en laboratoire :

Analyse des mécanismes de formation de grains de C

- ◆ Formation de poudres carbonées (C. Arnas, PIIM)
 - réacteur à plasma (Ar), cible en carbone
 - caractérisation des nano-particules sphériques de carbone (IRTF, Raman, microscopie électronique...)
 - mécanismes de condensation des précurseurs
 - comportement % implantation d'hydrogène

- ◆ Diagnostic des gaines magnétiques (J. Bougdira, R. Hugon ... PMIA)
 - fluorescence induite par laser, Mirabelle, surface de tungstène
 - orientation du champ **B**
 - codes de simulation cinétique (G. Manfredi)
 - réacteur basse pression de type ECR
 - contrôle indépendant du flux et de l'énergie des ions

III. Etudes en aval : caractérisations post-mortem de dépôts

◆ Etudes par microscopie électronique (A. Charai, W. Saikali, CP2M)

- caractérisation morphologique des dépôts par MEB / MET
(CEA, PIIM)
- références par EELS pour la quantification H / C sur HOPG
- composants à haut flux, brasage CuCrZn, maquettes ITER

◆ Caractérisation des dépôts de tokamaks (P. Roubin, C. Martin, PIIM)

- analyses structurale et texturale
MEB, MET, diffraction X, volumétrie d'adsorption
- analyses spectroscopiques
IR-TF, Raman, absorption X, RMN

*complémentarité et nécessité d'
études multi - échelles : 0.1 nm - 100 μ m*

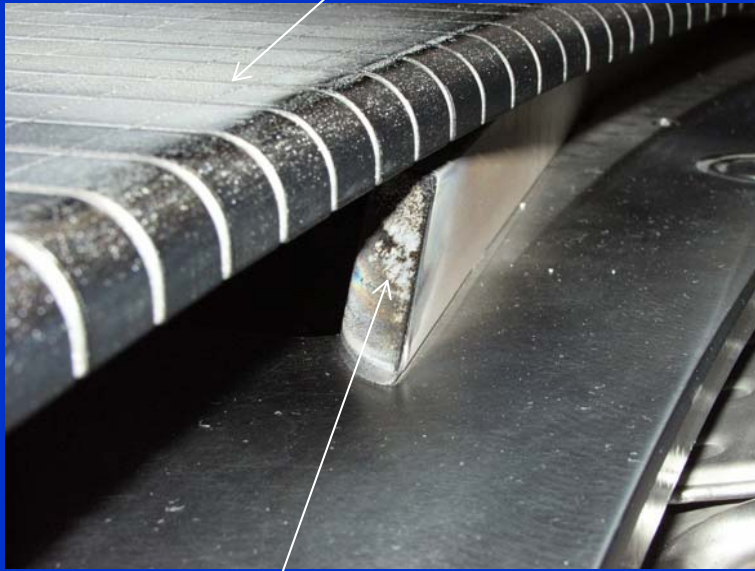
Dépôts carbonés de parois de tokamaks : caractérisations volumétriques et spectroscopiques

Motivations

- ◆ anomalie de l'émission infrarouge due aux dépôts
 - microscopie électronique
 - isothermes d'adsorption par volumétrie
- ◆ rétention et diffusion de l'hydrogène dans les parois
 - caractérisations structurales et chimiques (spectroscopies)
- Comparaison avec des matériaux de référence
CFC, HOPG, charbon actif (CA)

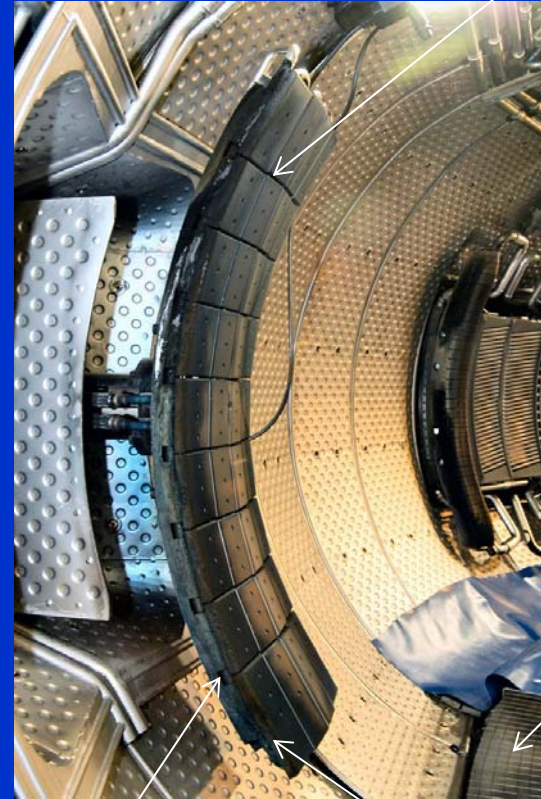
Echantillons de Tore Supra (TS)

TPL
(limiteur : lpt)



TS-TPL-LE
(neutraliseur : ntr)

VOL



TS-VOL-Cu

TS-VOL-CFC

TPL

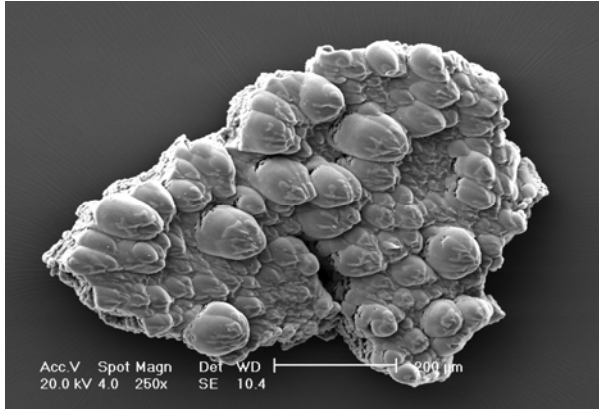
- *dépôts qualifiés de soft layer, hard layer : amorphe et de haute teneur en D*

MEB

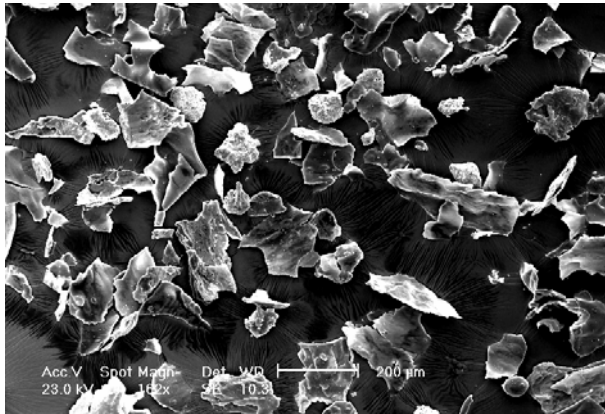
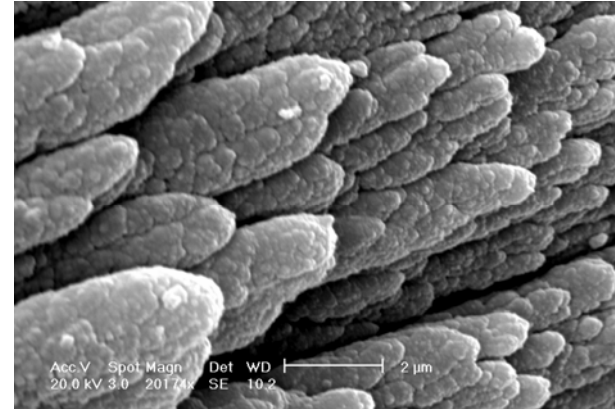
200 μm

2 μm

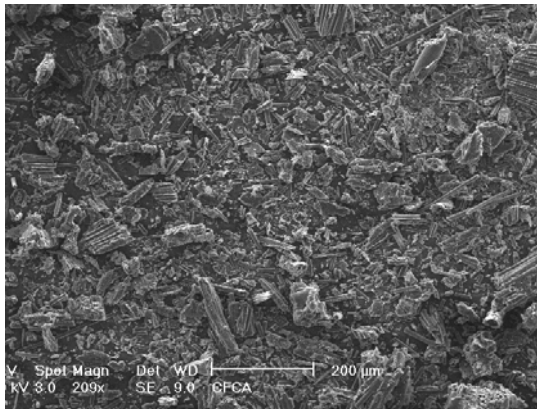
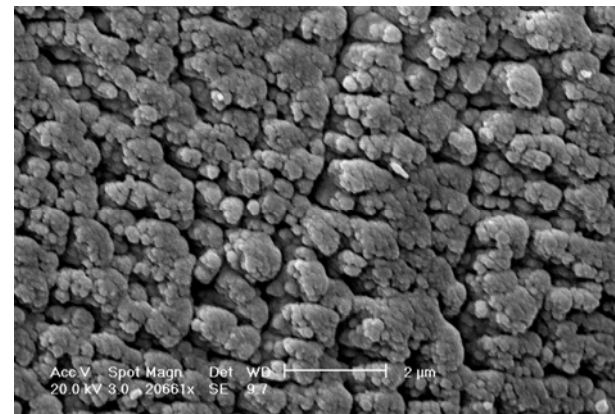
$d_f \sim 2.15$
0.1–100 μm



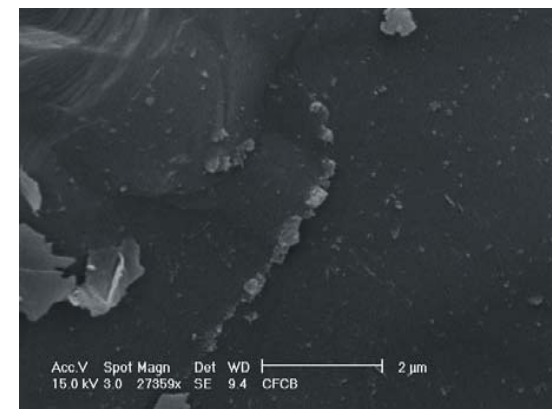
ntr

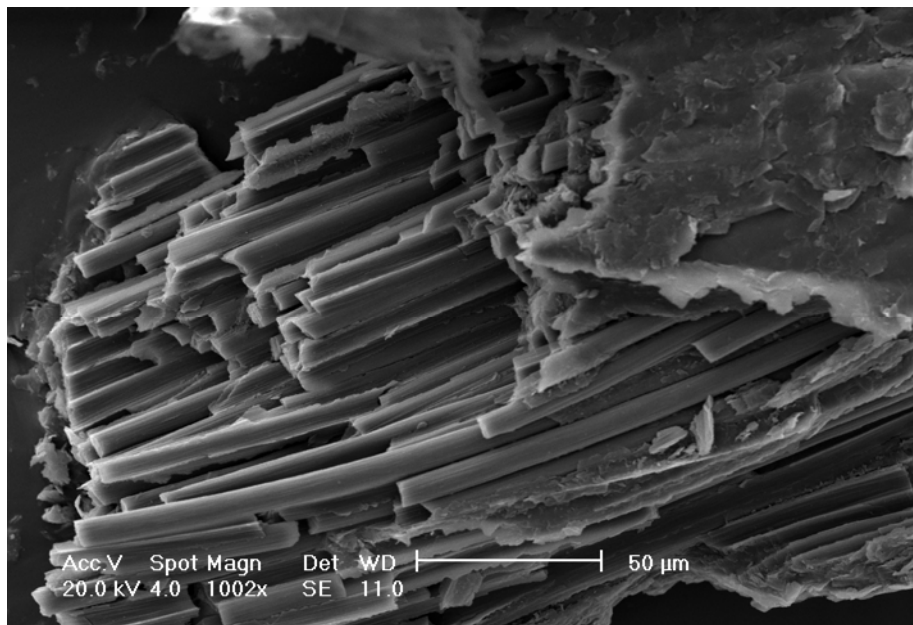


lpt

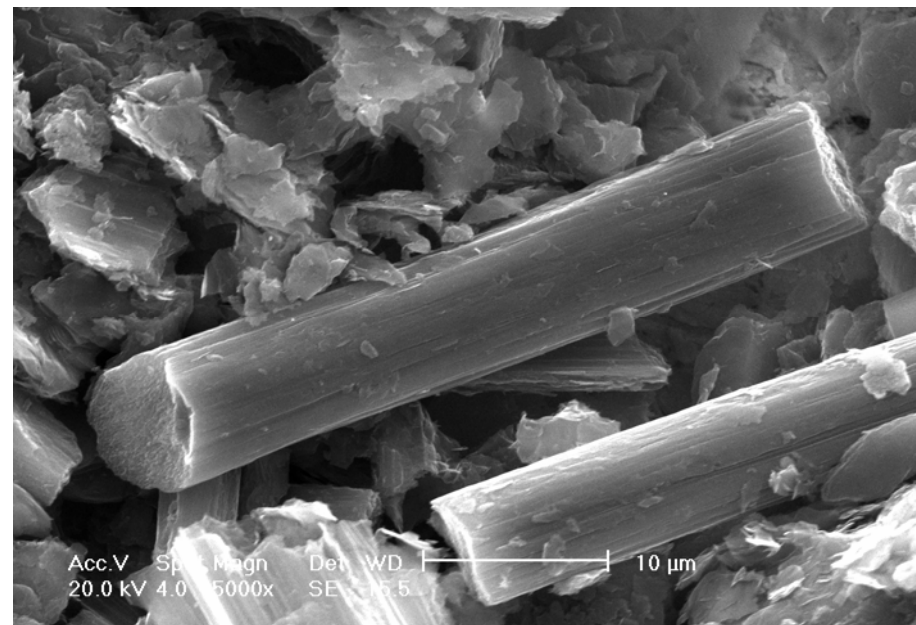


CFC



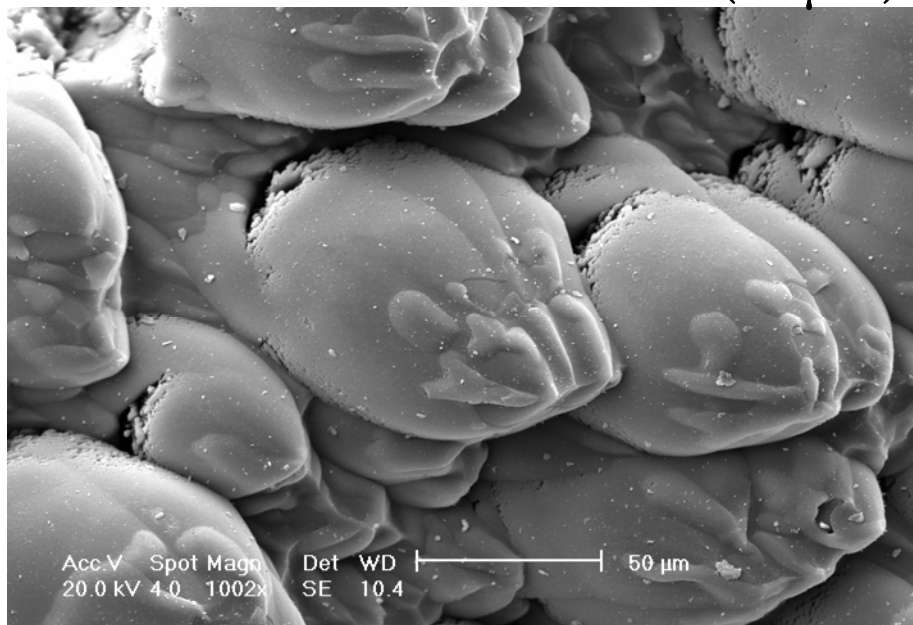


CFC (50 μm)

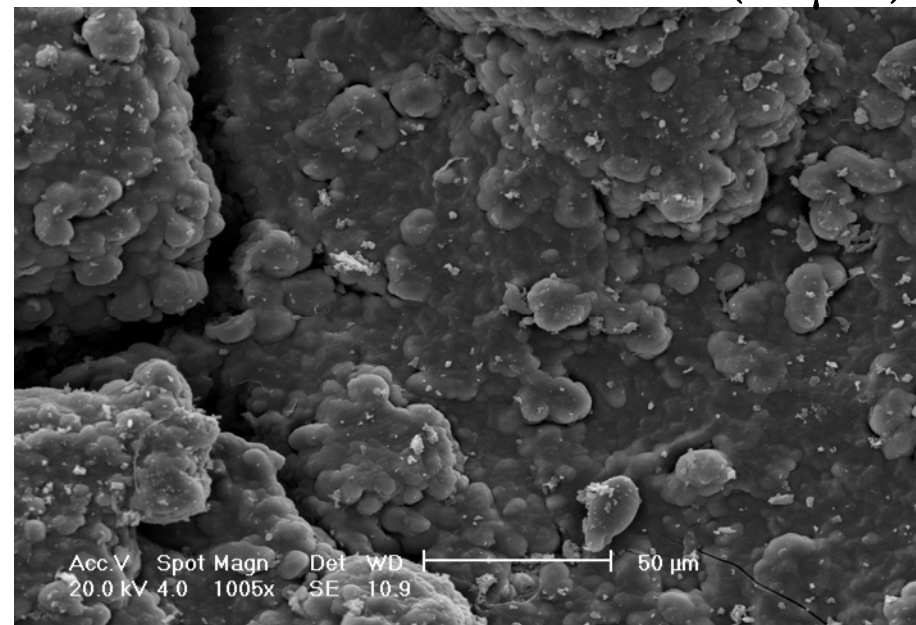


CFC (10 μm)

ntr (50 μm)



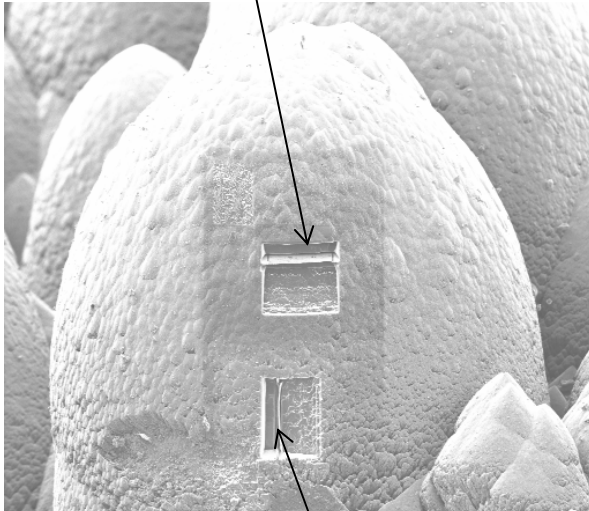
ntr (50 μm)



MET

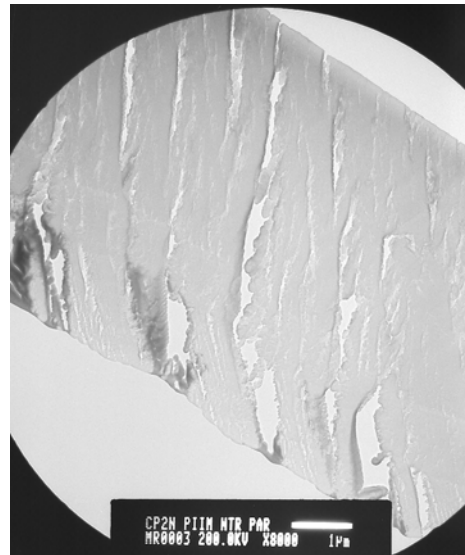
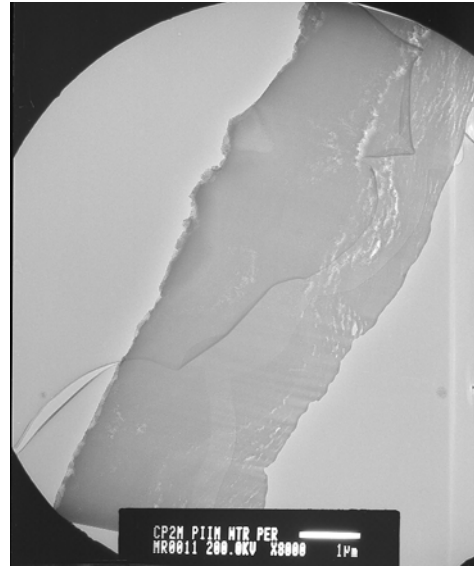
découpe FIB

lamelle perpendiculaire
(100 nm)

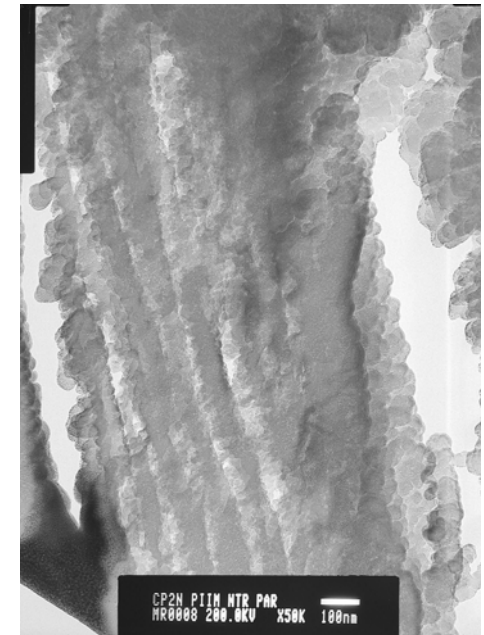


Beam	Mag	Tilt	pA	Det	05/02/05	FWD	20 µm
30.0 kV	2.00 kX	-14.8°	110	CDM-E	16:05:48	18.0	

lamelle parallèle

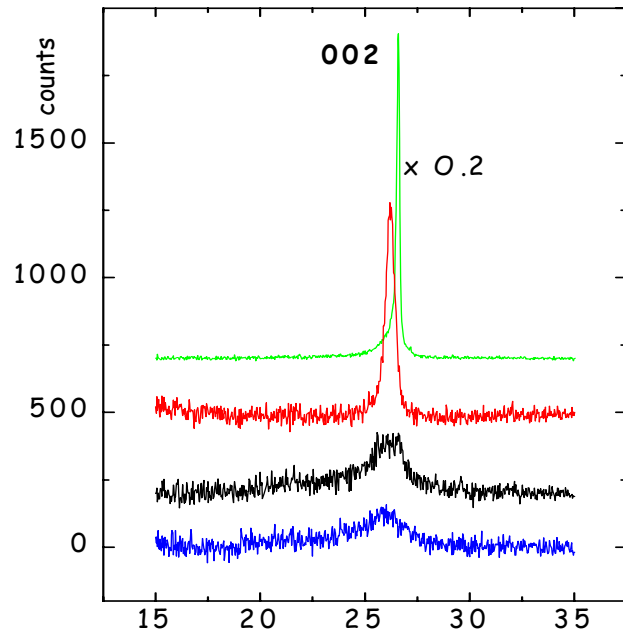


1 µm

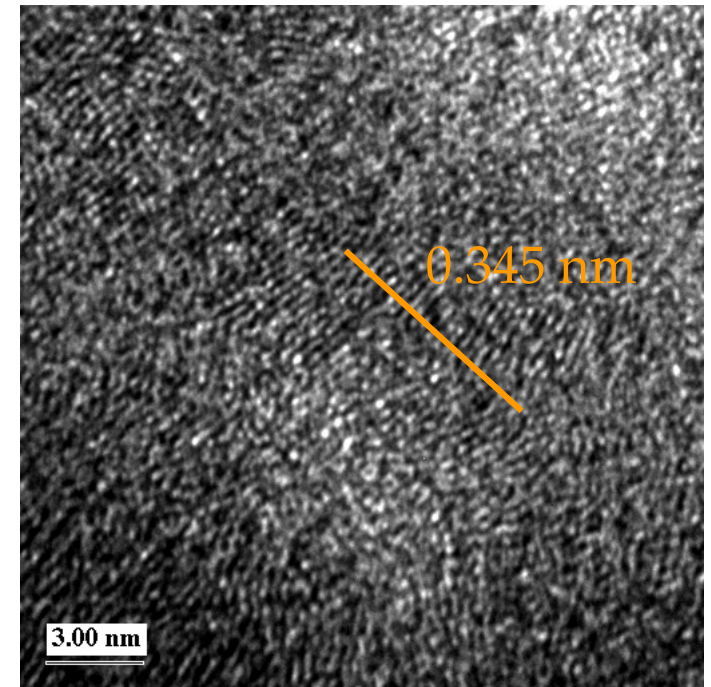


100 nm

Diffraction X



CFC
pyrolytique
lpt
ntr

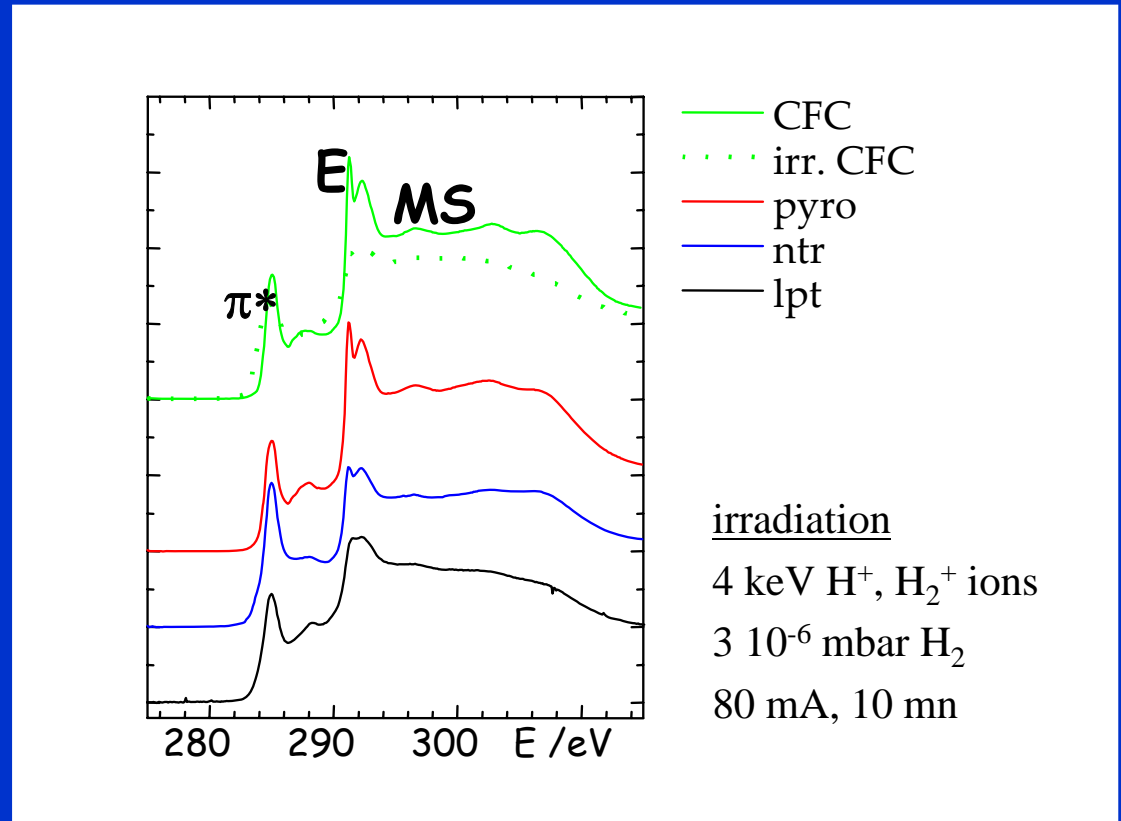
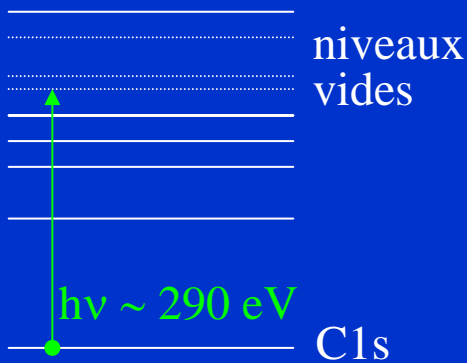


- position et largeur du pic 002 \leftrightarrow qualité de la graphitisation

	$2\theta / ^\circ$	$d / \text{Å}$	$\delta(2\theta)$	L_c / nm
CFC	26.54	3.36	0.23	74
pyrolytique	26.21	3.40	0.47	36
ltp	26.10	3.41	1.58	11
ntr	25.86	3.45	2.01	8

dépôts : signature d'un graphite turbostratique

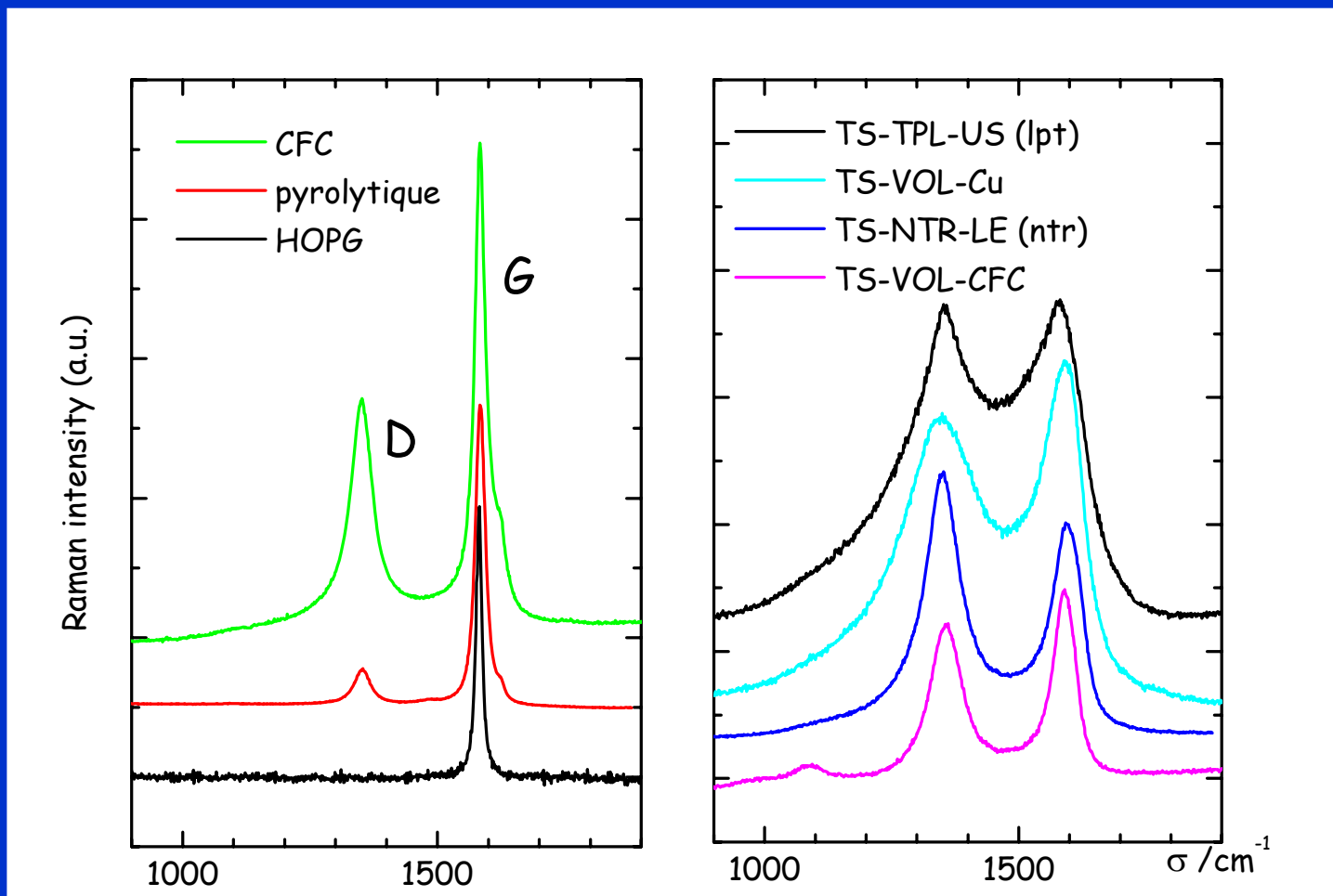
Absorption X



- π^* (285 eV) \leftrightarrow sp^2
- diffusion multiple (MS : 291-307 eV)
 \leftrightarrow ordre à moyenne échelle ($L_a > 0.7$ nm)
- exciton E \leftrightarrow sensibilité aux défauts

*dépôts : signature sp^2 \leftrightarrow aromaticité
présence de défauts
lpt / ntr : plus de désordre*

Spectroscopie Raman



- G Graphite-like band \leftrightarrow atomes C trivalent (sp^2)
- D Disordered-like band (sp^2) ou liaison intermédiaire $\text{sp}^2 / \text{sp}^3$

- présence de G et D \leftrightarrow graphite ou nc-C de type graphitique
 - largeurs et hauteur relative \leftrightarrow désordre
- (a-C ou a-C:H : une seule bande très large à 1550 cm^{-1})

Décomposition des spectres

	G			D			P	w	I	P	w	I	I _D /I _G
	P	w	I	P	w	I							
HOPG	1582	14	100	-	-	0	-	-	0	-	-	0	-
pyrolytique	1584	22	82	1353	41	17	-	-	0	1625	8	1	0.2
CFC	1584	25	46	1351	52	45	-	-	0	1619	35	9	1.0
	1584	18	64	1353	52	30	-	-	0	1622	28	6	0.5
ntr NIR-LE	1598	65	24	1350	87	55	1524	124	16	1226	186	5	2.3
VOL-Cu	1597	70	13	1347	196	58	1545	157	25	1145	253	5	4.5
VOL-CFC	1592	52	32	1357	74	57	1534	78	12	-	-	0	1.8
lpt TPL-US	1595	88	16	1350	110	32	1505	179	23	1244	414	29	2.1
	1586	105	17	1354	130	25	1487	105	14	1248	472	44	1.5
	1576	123	24	1354	143	29	1478	150	26	1238	312	21	1.2

dépôts : majoritairement sp^2

très désordonné : domaines cristallins < 4 nm

lpt / ntr : plus de défauts de type sp^3

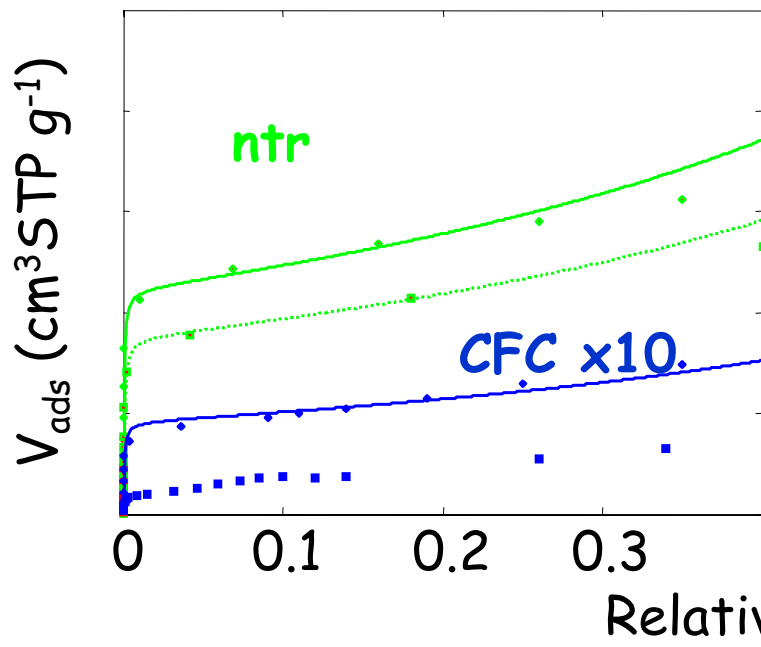
Premiers bilans

- les dépôts ne sont pas amorphes
 - hybridation sp^2 dominante
 - nano-cristallins, graphites très désordonnés

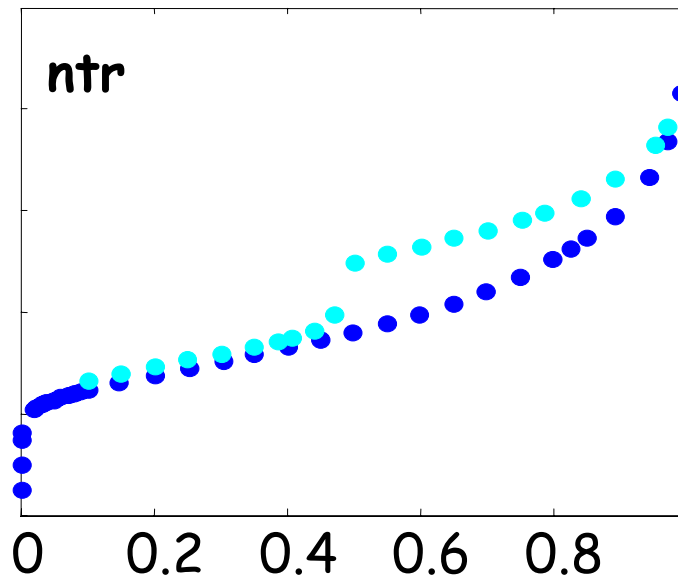
→ validation des simulations à base de graphite
- les dépôts contiennent peu de deutérium (< qq %)
(mesures IRTF, RMN)
 - ne sont pas du type soft ou hard layer
- en accord avec les conditions de formation
 - températures élevées (aromatisation, désorption de D)
 - fluence élevée (présence de défauts)

Etudes volumétriques : isothermes d'adsorption

CH₄ at 78 K ; p⁰ = 15.4 mbar



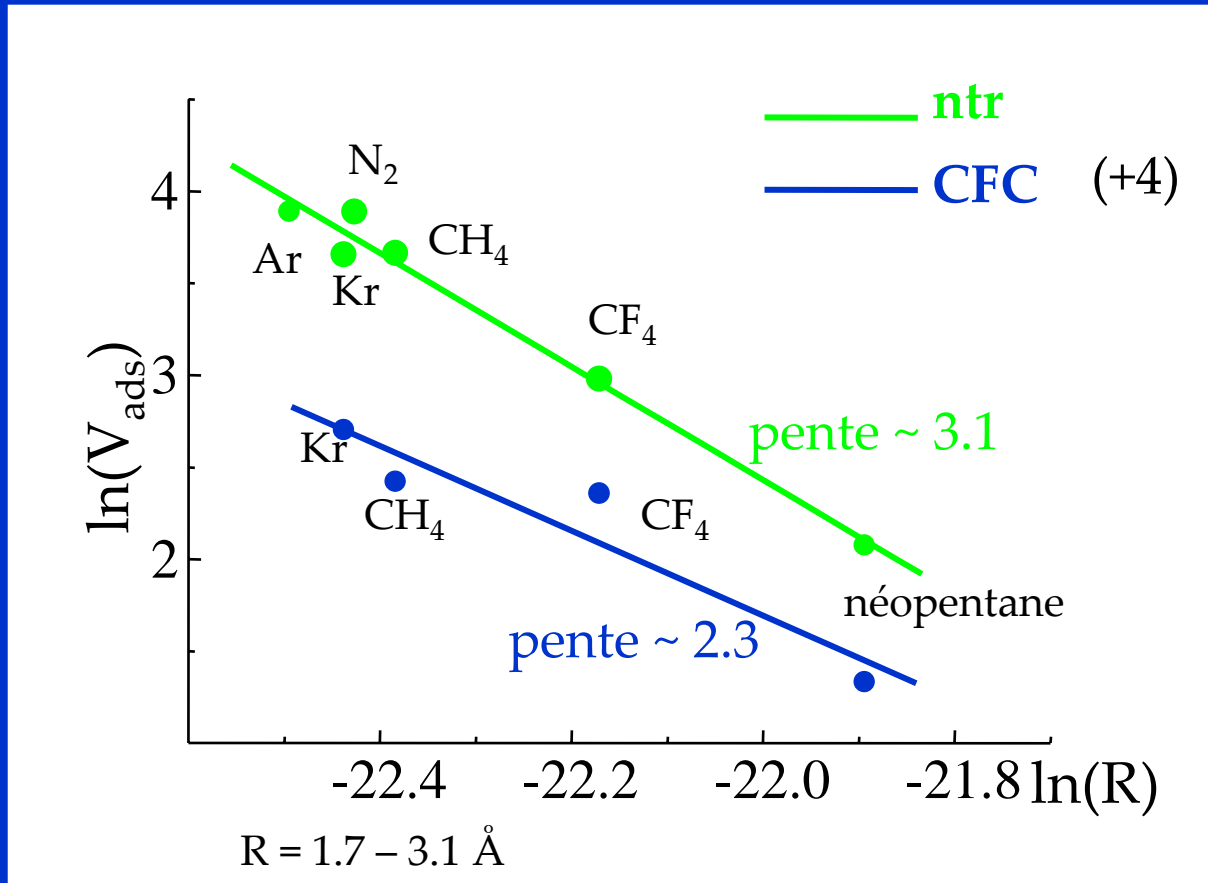
N₂ at 77 K ; p⁰ = 780 mbar



- aire spécifique : ~160 m² g⁻¹
>> celle du CFC (× 100)
- hystéresis : indication d'un empilement graphitique (slit-shape holes)

dépôts : "surface" accessible très importante / microporosité (< 2nm)

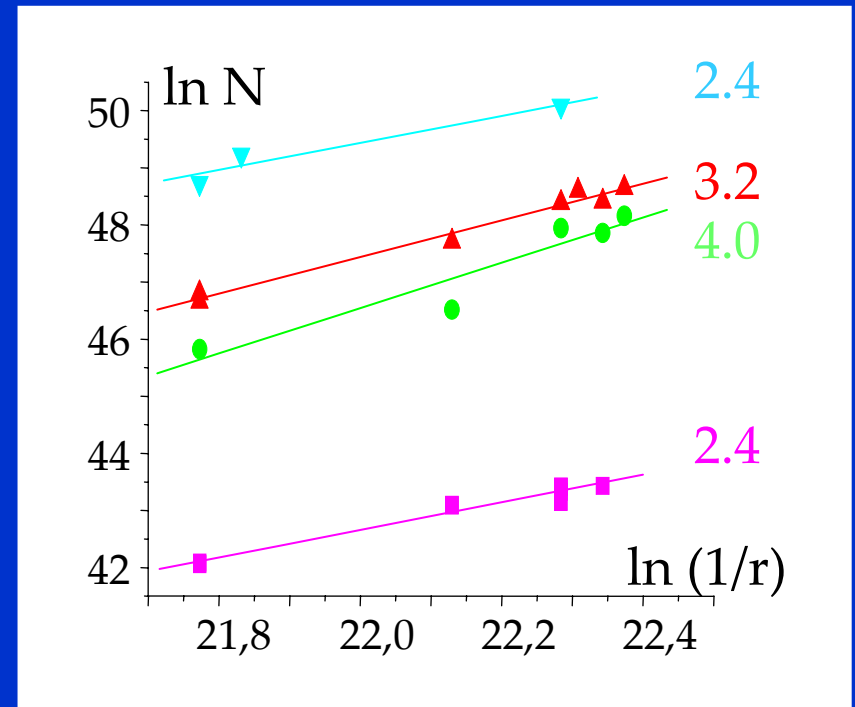
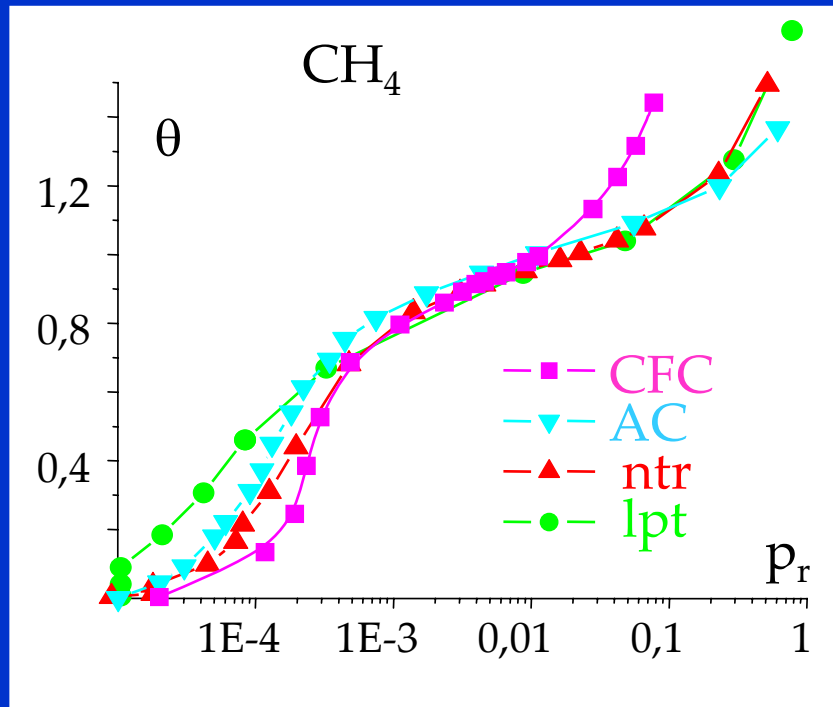
Analyse "fractale"



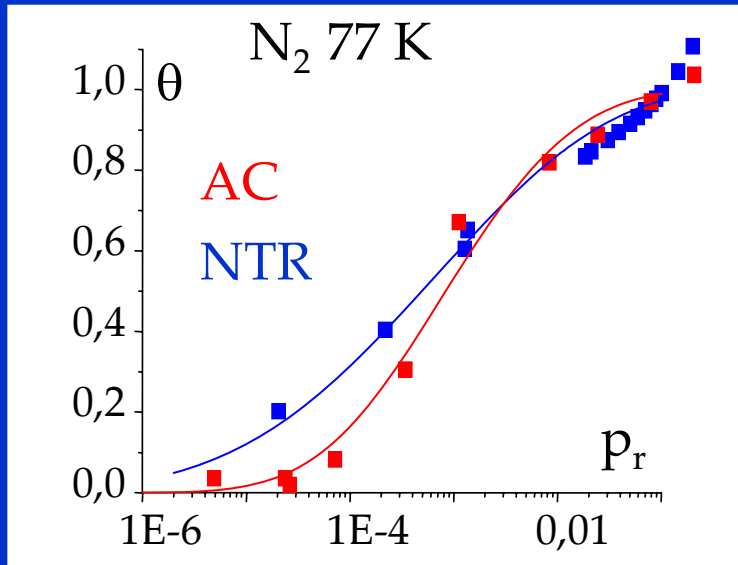
- dimension fractale ~ 3
 \leftrightarrow à très petite échelle : porosité en volume de toutes tailles
- à comparer à la mesure $d_f \sim 2.15$ (0.1 - 100 μm)

Analyse de l'allure de la marche

I. Lien avec la fractalité



Analyse de l'allure de la marche : II. Distribution de pores



- Dubinin : $\theta = \exp[-(RT \ln(p_0/p)/E)^n]$

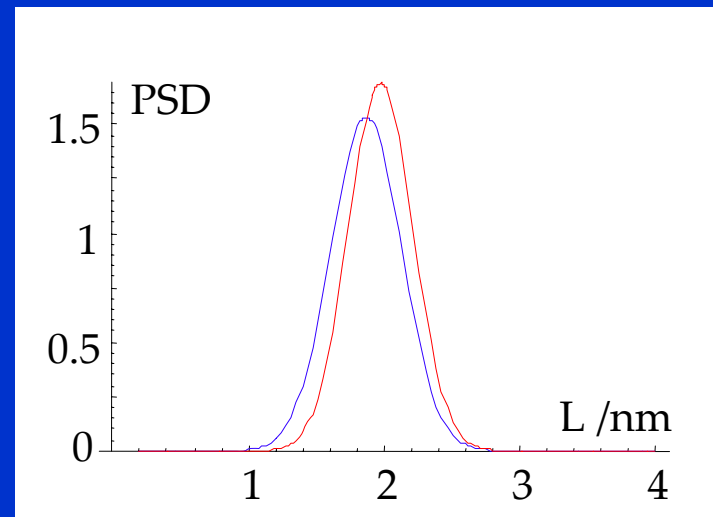
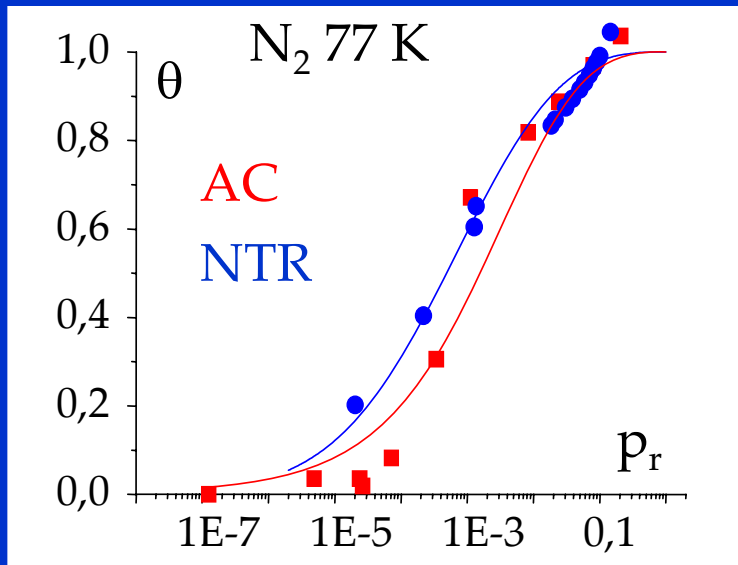
$$E = \beta E_0 \quad \beta = 0.3$$

$$L_D = 10.8 / (E_0 - 11.4)$$

AC : 1.4 nm
ntr : 1.0 nm

- Stoeckli : $\theta = [a / (a + (-RT \ln(p_0/p) / EL_S)^3)]^m$

AC : $L_S = 1.9 \text{ nm}$; $L_{PSD} = 2.0 \text{ nm}$
ntr : $L_S = 1.8 \text{ nm}$; $L_{PSD} = 1.8 \text{ nm}$



Analyse de la porosité

- Aire spécifique mesurée avec CH₄ à 77 K

- surface 160 m² g⁻¹

due à une microporosité

- petits pores = volume 0.05 cm³ g⁻¹

- porosité en volume 4 %

- en nombre : CH₄ / C 0.02

- en nombre, extrapolé à H₂ (D₂) 0.2

- à comparer à D / C (implantation) 0.4

→ *Conditions de fonctionnement des tokamaks ?*

Objectifs

- Caractérisation complète de la structure (porosité à toute échelle)
- Extrapolation à l'hydrogène dans les conditions de la machine
 - aspect statique (rétention)
 - aspect dynamique (diffusion)

micropores :	piégeage transitoire
macropores :	diffusion rapide
	accès aux micropores lointains
	accès aux sites réactifs
- Entrées pour des simulations de diffusion

Parmi les problèmes posés

- $D^+ / D / D_2$
- Réactivité, défauts, énergies

Participants

laboratoire PIIM, UMR 6633, université de Provence, Marseille

- Céline Martin, Pascale Roubin
- Marianne Richou, doctorante
- Christian Claudel, Maïssa Zammouri, Benoit Gilbert, stagiaires

Collaborations

- | | |
|---|---------|
| • Ph Parent, C. Laffon (LURE - Orsay) | XANES |
| • Ph Colombar, G. Sagon (LADIR - Thiais) | Raman |
| • F. Ziarelli, S. Caldarelli (TRACES - Marseille) | RMN |
| • W. Saikaly, CP2M | MET |
| • service commun St Charles - Marseille | MEB |
| • J.-P. Astier CRMCN - Marseille | diff. X |