

# Interaction de l'hélium, du deutérium et du tritium avec les défauts induits par irradiation dans le tungstène

*A. Debelle<sup>1</sup>, M.-F. Barthe<sup>1</sup>, T. Sauvage<sup>1</sup>, P. Desgardin<sup>1</sup>, J. Chêne<sup>2-3</sup>*

1 Centre d'Études et de Recherche par Irradiation, (UPR 0033) CNRS, Orléans

2 Laboratoire de Physico-Chimie de l'État Solide, (UMR 8648) CNRS Université Paris-Sud,  
Orsay

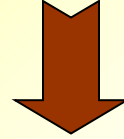
3 Laboratoire d'Étude de la Corrosion Aqueuse, (DEN/DANS/DPC/SCCME) CEA, Saclay

Programme de recherche V3466. 001  
Euratom

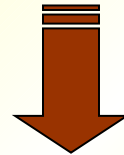
# Contexte de l'étude

W est un matériau candidat pour recouvrir le divertor (ITER, DEMO)

 matériau faisant face au plasma



**Irradiations aux neutrons 14 MeV**



H et He créés par réactions de type  $(n,p)$  et  $(n,\alpha)$

+

Défauts d'irradiation lacunaires (V) induits par les reculs de W

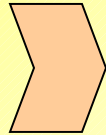
⇒ Étude expérimentale pour mieux connaître  
l'interaction entre H, He et les défauts

⇒ **Acquérir des données fondamentales : températures/énergies  
de migration, de dissociation ; coefficients de 'diffusion'**

# Démarche expérimentale

Décomposition de l'étude en trois parties pour une meilleure compréhension des mécanismes élémentaires

Étude des défauts d'irradiation



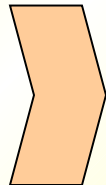
1. Création des défauts → Irradiation aux ions
2. Caractérisation des défauts lacunaires → PAS

Comportement de l'hydrogène



1. Introduction de D  
    *Sans défaut* → Chargement cathodique  
    *Avec défauts* → Implantation ionique
2. Concentrations, profils en profondeur → SIMS  
    NRA

Comportement de l'hélium



1. Introduction d'hélium → Implantation ionique
2. Concentrations, profils en profondeur → SIMS  
    NRA

# Sommaire

1. Défauts d'irradiation et évolution en température
2. Comportement de l'hélium implanté
3. Hydrogénation et comportement de D et T
4. Conclusion

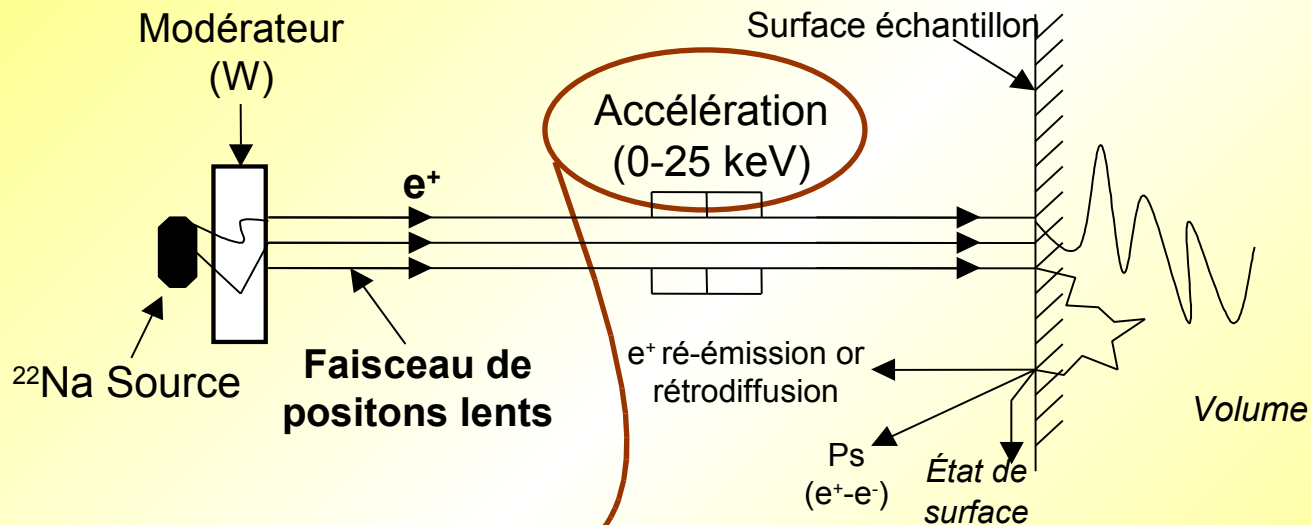
# 1. Défauts d'irradiation

# 1.1. Étude des défauts lacunaires d'irradiation

## Spectroscopie d'Annihilation de Positons (PAS)

↳ Sondent les volumes libres

### Accélérateur de positons lents



⇒ Étude des défauts lacunaires en fonction de la profondeur  
(W : profondeur maximale moyenne ~ 300 nm)



# 1.2. Création des défauts

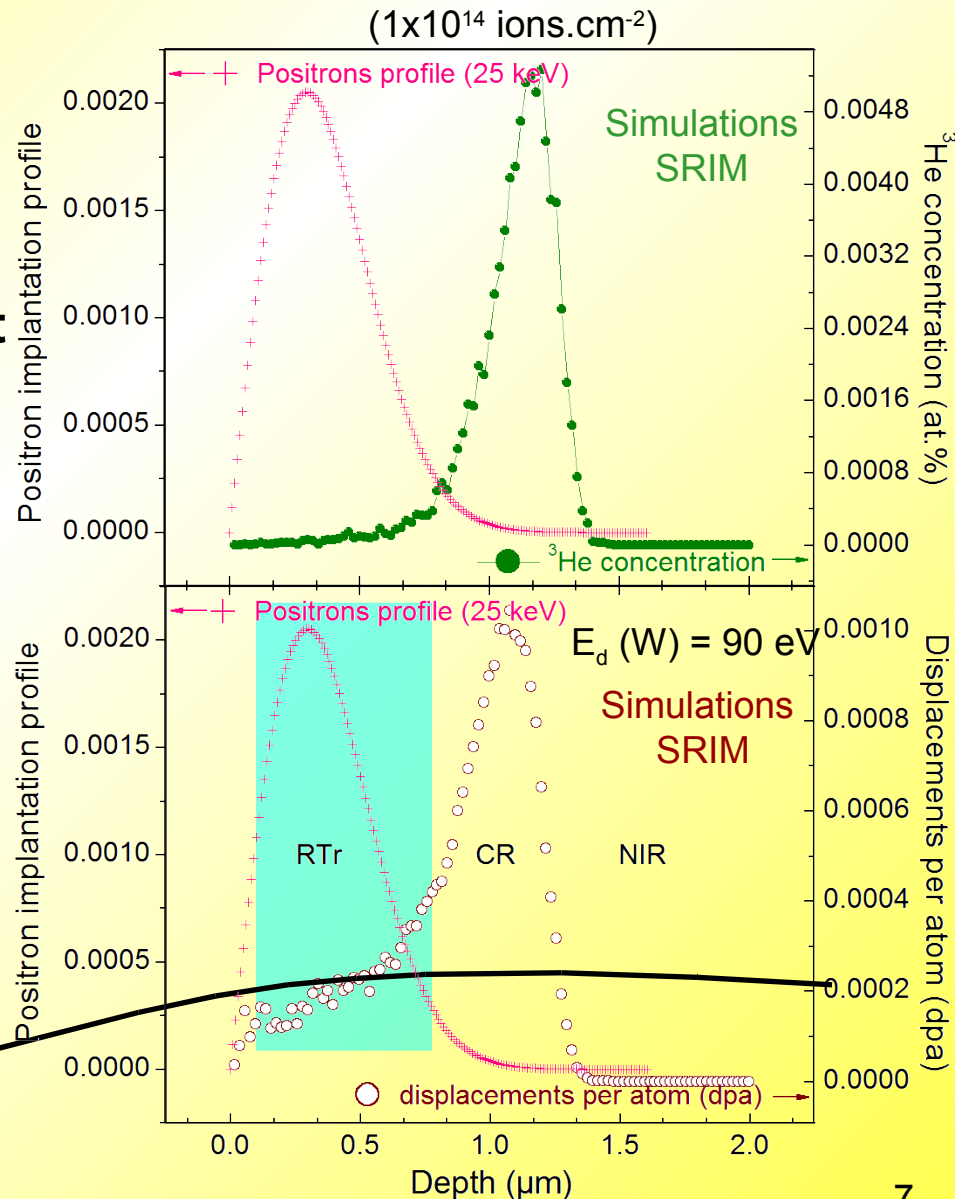
Irradiation aux ions : déplacements atomiques par chocs atomiques

Conditions d'implantation :  
 $^3\text{He}$ , 800 keV,  $10^{14}$  to  $10^{17}\text{cm}^{-2}$ ,  $T_{\text{amb}}$

$\Rightarrow e^+$  ne sondent pas la région d'arrêt des ions

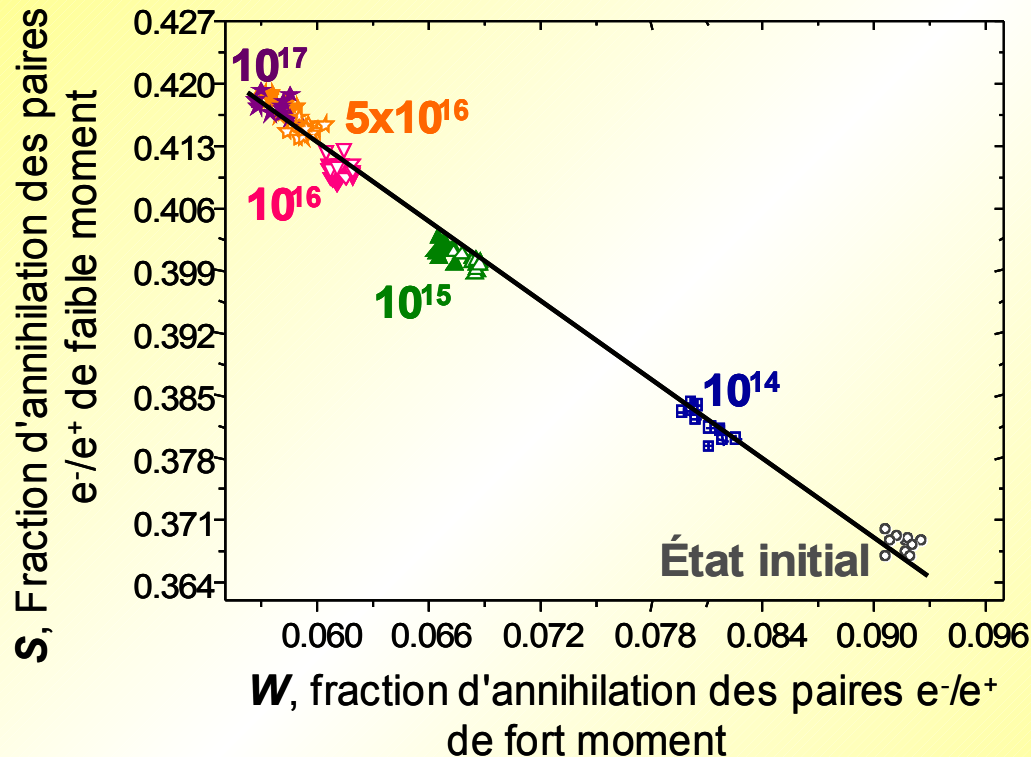
$\Rightarrow e^+$  sondent la région des traces (RTr)

RTr  $\Rightarrow$  faibles dégâts d'irradiation



# 1.3. Évolution des défauts avec la fluence d'implantation

- Identification défauts d'implantations  $^3\text{He}^+$  800 keV, fluences  $10^{14}$  à  $10^{17}$  cm $^{-2}$   
⇒ Spectroscopie d'annihilation des positons (PAS)

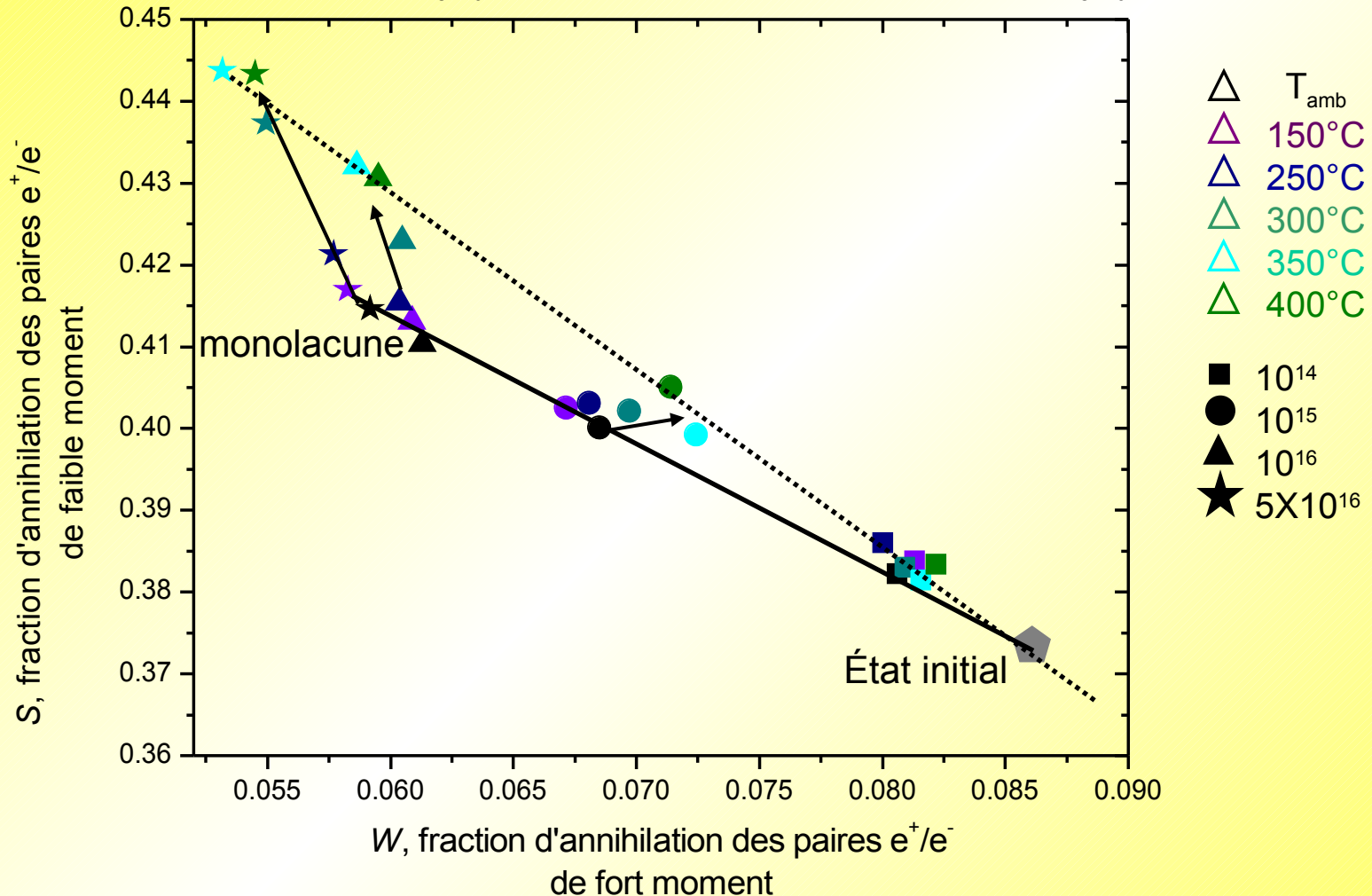


1. Détection des défauts lacunaires d'irradiation dès les faibles fluences
2. Défauts de même nature  $\forall$  fluence d'implantation (*monolacunes*)
3. Concentration défauts lacunaires induits par l'implantation  $\nearrow$  avec la fluence



# 1.4. Évolution des défauts d'implantation en température

Implantations  $^3\text{He}$  800 keV,  $T_{\text{amb}}$ ,  $10^{14}$  à  $5 \times 10^{16}$   $\text{cm}^{-2}$  ; Recuits :  $T_{\text{amb}}$   $-400^\circ\text{C}$  / 1h / vide



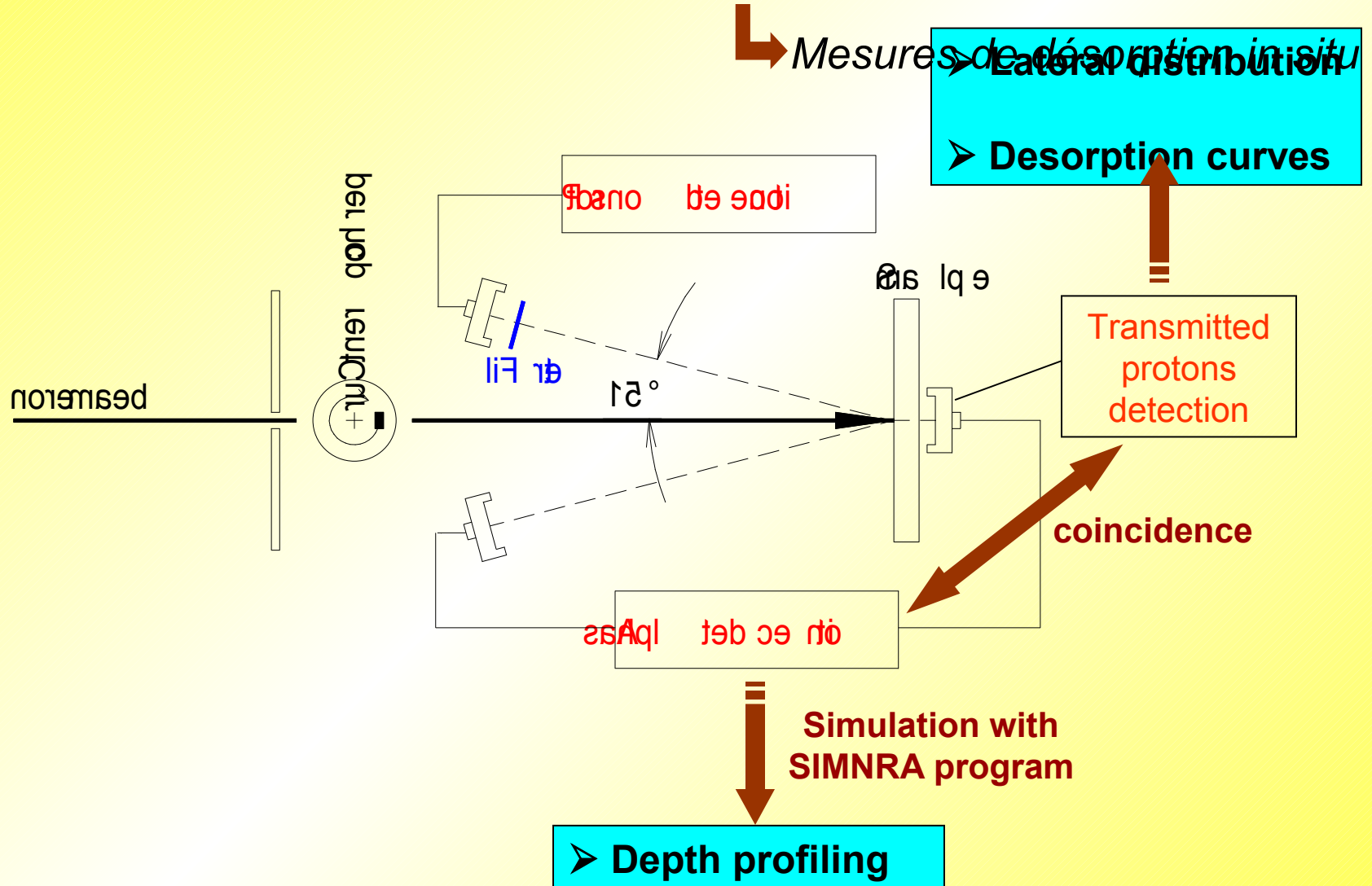
250 < T < 300°C : les défauts commencent à évoluer

Formation de défauts lacunaires de plus grande taille  $V_p$

## **2. Comportement de l'hélium implanté**

## 2.1. La technique NRA pour l'étude de He (et de D...)

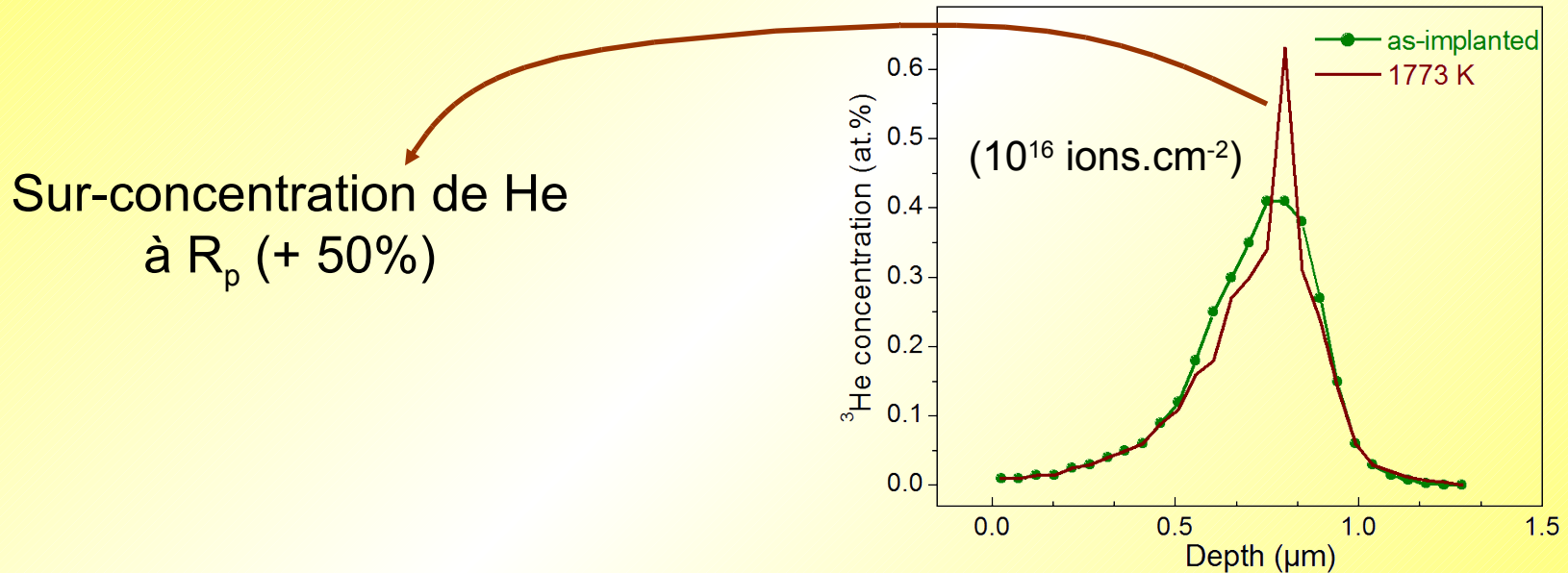
- ★ Utilisation de la réaction nucléaire  ${}^3\text{He}({}^2\text{H}, p)\alpha$
- ★ Dispositif spécial (DIADDHEM) équipé d'un four



## 2.1. He implanté à forte fluence et forte énergie

Implantations  $^3\text{He}$  500 keV,  $T_{\text{amb}}$ ,  $10^{15}$  et  $10^{16}$   $\text{cm}^{-2}$

- Pas de désorption observée pour températures  $\leq 1500^\circ\text{C}$  pour les deux fluences
- Formation de bulles présumée après recuit  $1500^\circ\text{C}/1\text{h}/\text{ArH}_2$



⇒ Piégeage de l'hélium dans des défauts lacunaires très probable

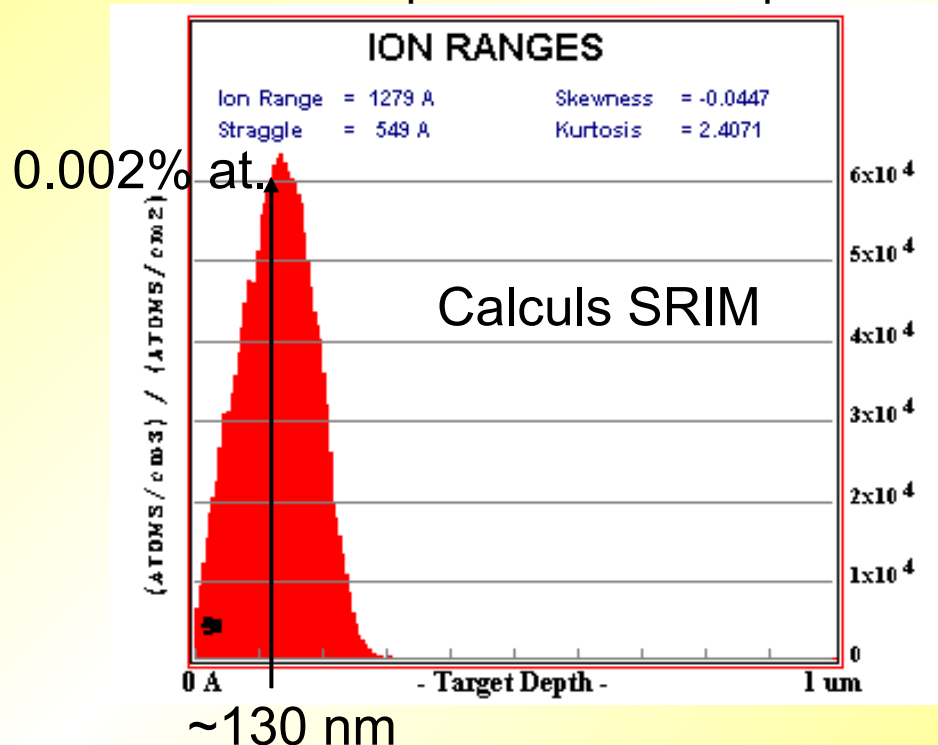
❖ Possibilité d'étudier le deutérium [réaction nucléaire  $\text{D}(^3\text{He}, \text{p})\alpha$ ]

## 2.2. He implanté à faible fluence et faible énergie

### 2.2.1. Après implantation

Implantations  $^3\text{He}$  60 keV  $2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ ,  $T_{amb}$  (C. Peaucelle, IPN Lyon)

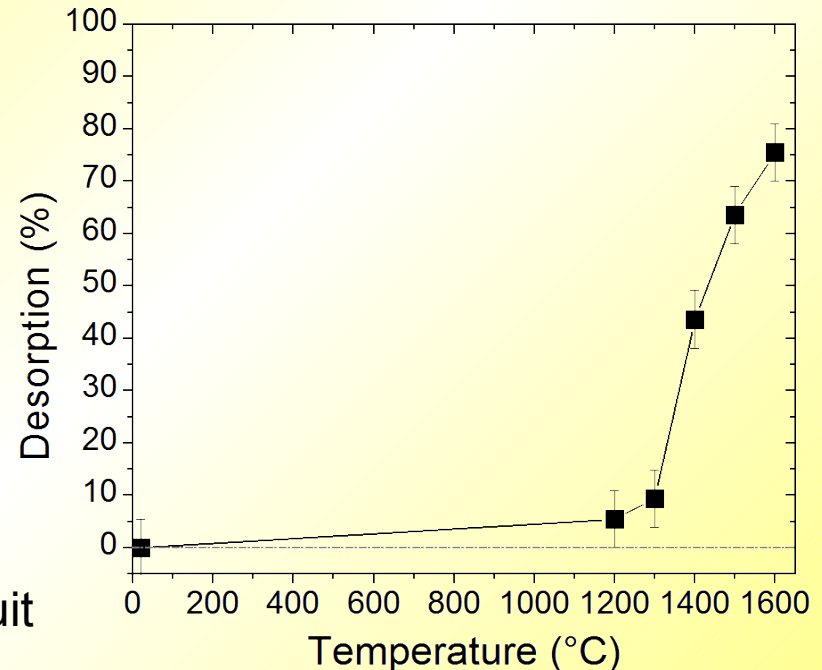
Profil d'implantation théorique



## 2.1. He implanté à faible fluence

### 2.2.2. Evolution après recuit (1h)

Température (°C)	Atmosphère	Désorption (%)
RT	/	0
1200	vide	$5.5 \pm 5.5$
1300	ArH <sub>2</sub>	$9.5 \pm 5.5$
1400	ArH <sub>2</sub>	$43.5 \pm 5.5$
1500	ArH <sub>2</sub>	$63.5 \pm 5.5$
1600	vide	$75.5 \pm 5.5$



↳ Pas d'influence de l'atmosphère de recuit

Désorption entre 1200 et 1300°C (température de dissociation de HeV\*)

Formation de HeV durant l'implantation ?

Désorption ~75% après recuit 1600°C et vitesse  $\searrow$  à partir de 1500°C

Autre type de piège : effet de microstructure (joins de grains) ?

\*Exp.: [Kolk1986] G.J. van der Kolk et A. van Veen, Phys. Scripta T13, pp 53-59 (1986).

[Kor1972] E.V. Kornelsen, Rad. Eff. 13, pp 227-236 (1972).

Calculs.: W.D. Wilson, C.L. Bisson et M.I. Baskes, Phys. Rev. B 24, pp 5616-5624 (1981).

M.S. Abd el Keriem, D.P. van der Werf et F. Pleiter, Phys. Rev. B 47, pp 14771-14777 (1993).



# 3. Comportement de l'hydrogène (D, T)

Jacques Chêne

2 Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, CNRS Université Paris-Sud, Orsay

3 Laboratoire d'Etude de la Corrosion Aqueuse, (DEN/DANS/DPC/SCCME) CEA, Saclay

## 3.1. Techniques expérimentales

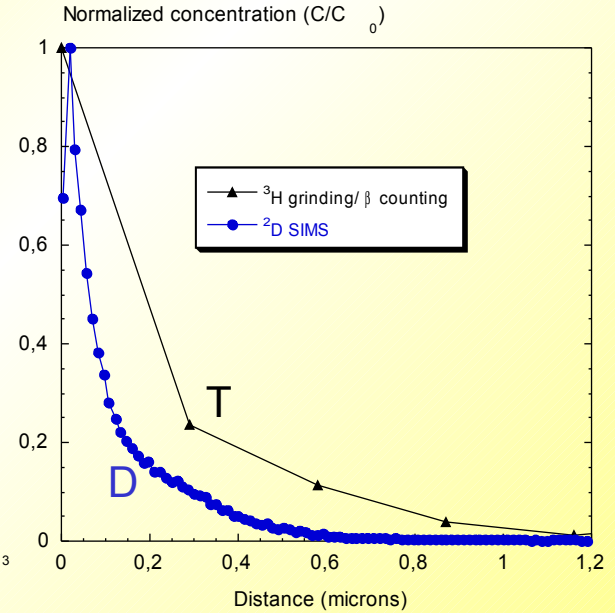
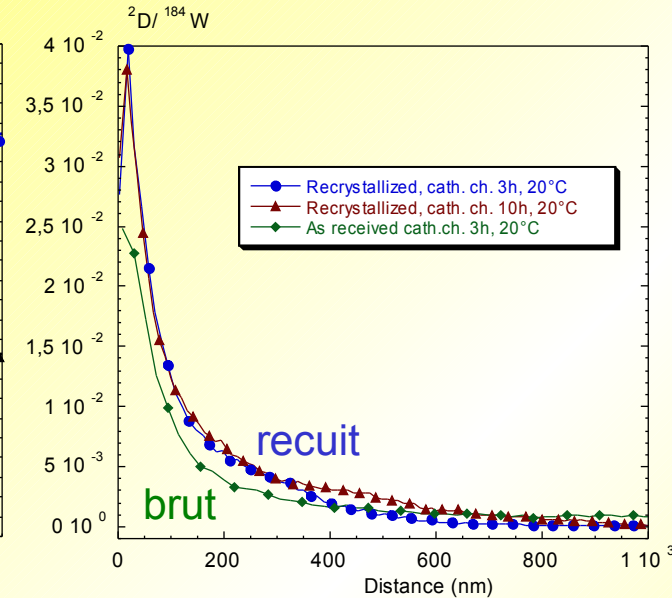
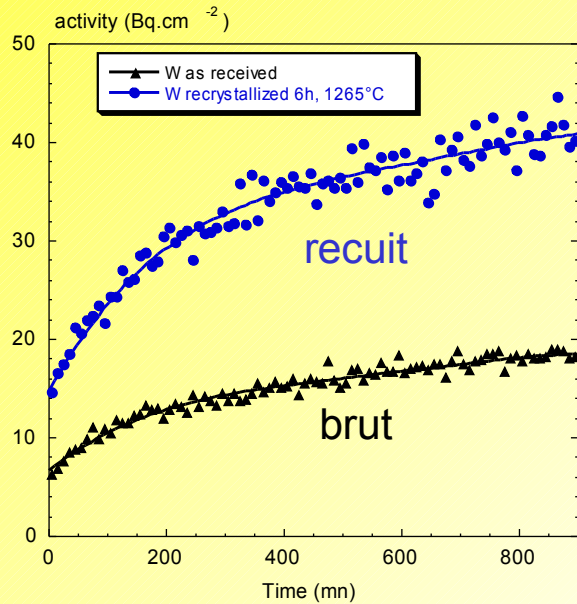
### ➤ Introduction de D et T par chargement cathodique

- Électrolyse à  $T_{amb}$  (3 à 30 mA.cm<sup>-2</sup>, 1 à 24 h) d'une solution aqueuse (NaOH 0.1N) deutérée (D<sub>2</sub>O 99,9%) ou tritiée
- Électrolyse à 145°C ( $V = -900\text{mV}/_{Ag/Ag^+}$ , 3h) d'un sel fondu deutéré ou tritié

### ➤ Profils de diffusion

- Profil deutérium : SIMS (Cs<sup>+</sup>,  $v_p \approx 1.5$  nm/s)
- Profil tritium : abrasion-comptage  $\beta$  par scintillation liquide

## 3.2. Chargement cathodique en H



➤ Introduction de T et D par chargement cathodique possible et > valeur attendue<sup>[4, 5, 6, 7]</sup>

➤ Effet de la microstructure



➤ Profils SIMS (D) et comptage bêta (T) comparables

[4] R. Frauenfelder, J. Vac. Sci. Technol. 6, p 388 (1969).

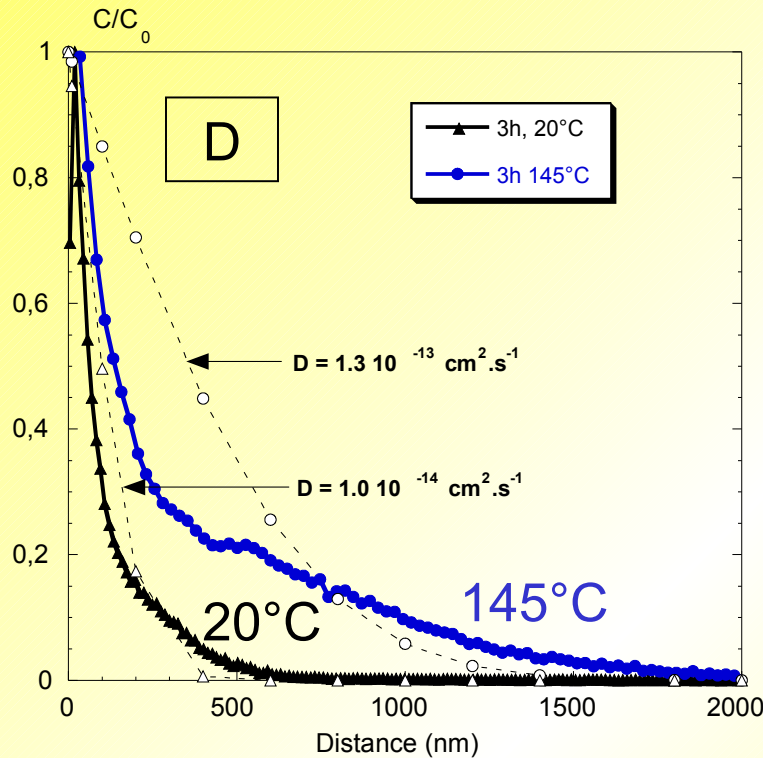
[5] E. Fromm, H. Jehn, Bull. of Alloy Phase Diagrams 5, p 323 (1984).

[6] G.A Esteban, A. Perujo, L.A. Sedano, K. Douglas, J. Nucl. Mater. 295, pp 49-56 (2001).

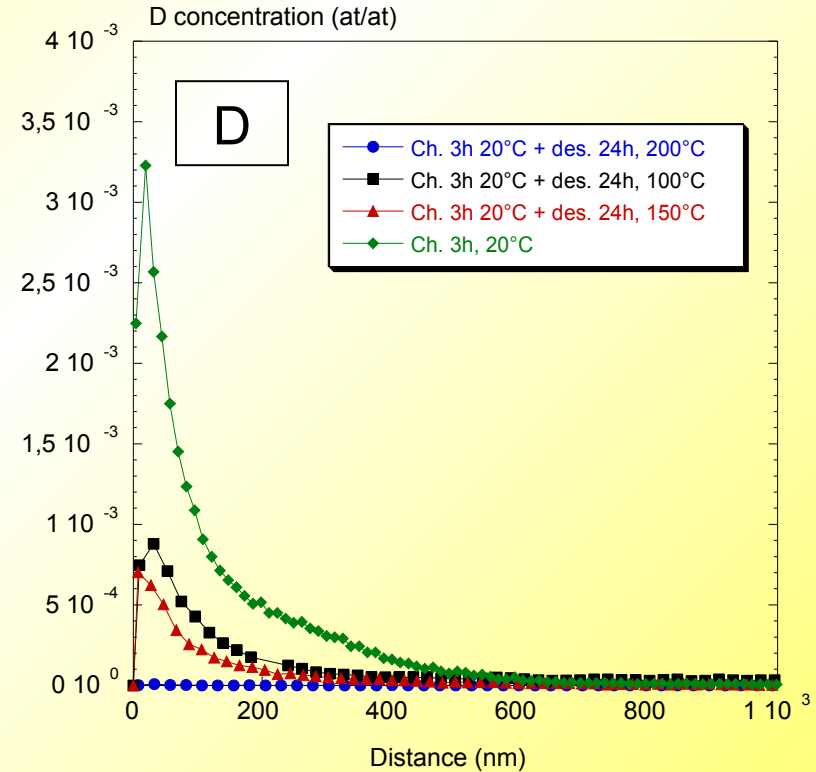
[7] R.A. Causey J. Nucl. Mater. 300, pp 91-117 (2002).

# 3.3. Influence de la température sur les profils de diffusion du deutérium

Influence de la température de deutération



Influence de la température de recuit



- Même distance de pénétration
- Phase très riche D en surface ⇒ **barrière d'absorption ?**

- ↘ importante de [D] dès 100°C ⇒ **pièges de faible énergie**

# Conclusion

# 1. Défauts d'implantation

- ✓ Défauts de même nature  $\forall$  fluence, dont la concentration  $\propto$  avec la fluence
- ✓ Défauts d'implantation sont très probablement des mono-lacunes
- ✓ Migration des défauts à partir de 250-300°C  $\Rightarrow$  formation de défauts + gros

# 2. Comportement de l'hélium

Hélium implanté à forte fluence et forte énergie ( $10^{15}$  et  $10^{16}$  cm<sup>-2</sup>, 500 keV)

- ✓ He fortement piégé, très probablement dans des défauts lacunaires

Hélium implanté à faible fluence et faible énergie ( $2 \times 10^{13}$  cm<sup>-2</sup>, 60 keV)

- ✓ Piégeage de l'hélium dans des défauts moins profonds

# 3. Comportement de l'hydrogène

- ✓ Possibilité d'introduire D et T dans W par chargement cathodique Effet de la microstructure sur la quantité de H introduite

- ✓ Deutération

- présence présumée d'une barrière de surface (phase riche en D)
- piégeage de D dans des sites de faible énergie