



Evolution du tungstène monocristallin sous irradiation hélium:

suivi GISAXS in-situ de la formation et évolution des bulles d'hélium

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE

Elodie Bernard, Loïc Corso, Stefano Curiotto et Frédéric Leroy

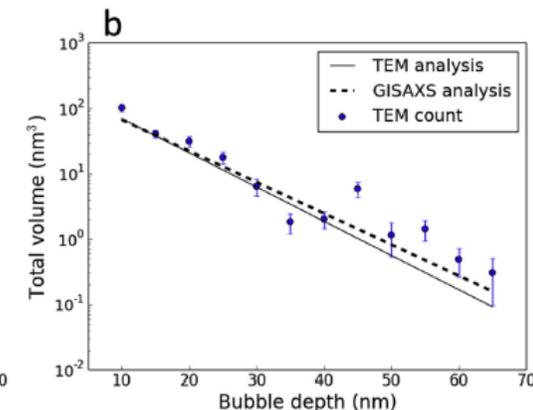
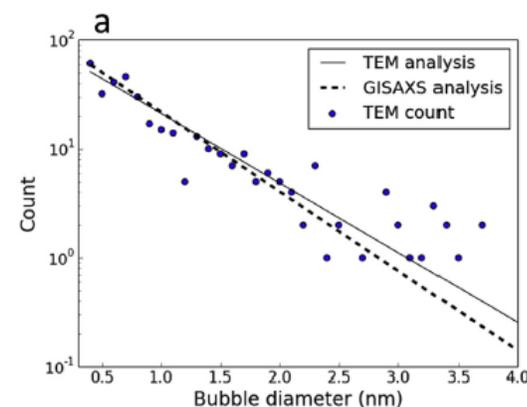
- Caractérisation des bulles d'He dans des échantillons exposés dans le LHD: collaboration Cormac Corr, Matt Thompson (ANU) et Ryuichi Sakamoto (NIFS)
- Evolution de la morphologie des bulles d'He avec température post exposition (thèse Mykola Ialovega)

- **Objectif:** observer l'interaction He-W *in situ* pour accéder à la dynamique des mécanismes dès les prémices de la formation des bulles

➔ Evolution de la surface W: **LEEM** (Low-Energy Electron Microscope) couplé *in situ* avec irradiation He et contrôle en température

➔ Formation et évolution des bulles: **GISAXS** (Grazing Incidence Small Angle X-Ray Scattering) couple *in-situ* avec irradiation He et contrôle en température + microscopie post-mortem (MEB, TEM, AFM)

- ❖ Compréhension des mécanismes fondamentaux
  - Pour l'élaboration de codes de modélisation
  - Pour l'interprétation des expositions complexes *in situ*

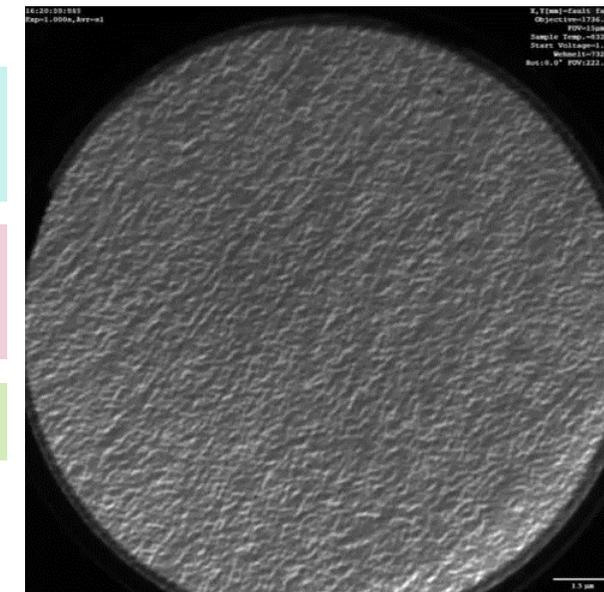


M. Thompson et al., JNM 473 (2016)

CINaM

ESRF

CINaM + PIIM



# 1 – GISAXS

Principe

Ligne BM32 ESRF

# 2 – Irradiation He des monocristaux de W

Préparation des surfaces

Suivit in-situ de l'implantation et du recuit

# 3 – Analyses post recuit

Caractérisation de la surface

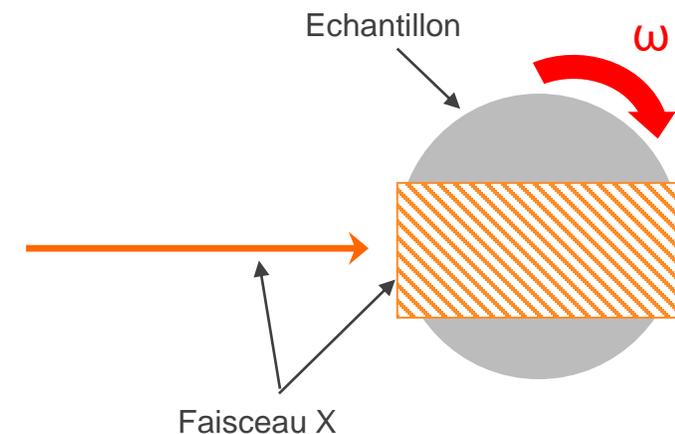
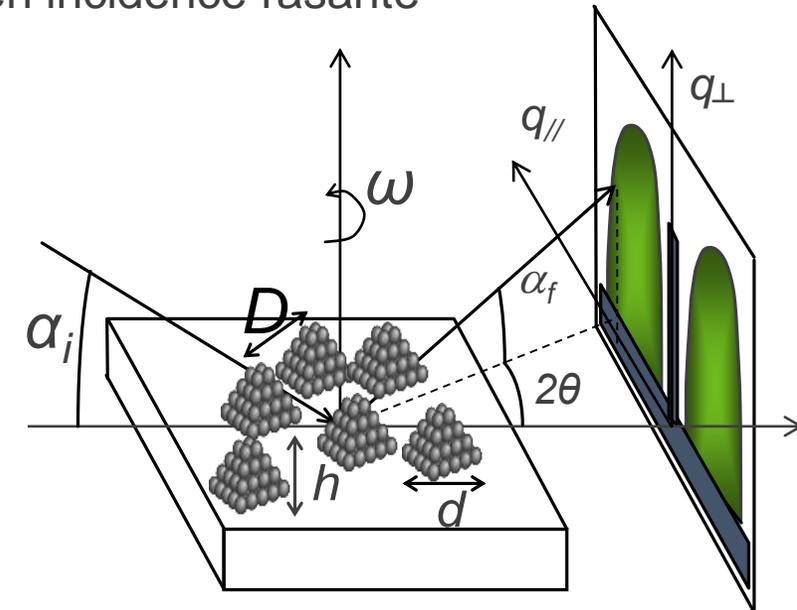
Caractérisation des bulles

# Conclusion

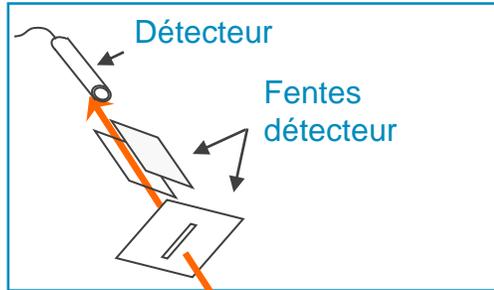
## Grazing Incident Small Angle X-ray Scattering – Diffusion centrale des rayons X en incidence rasante

Principaux avantages :

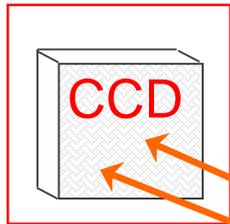
1. Analyse non destructive
2. Petits angles d'incidence → Sensibilité de la **surface et proche surface** (dizaine Å à quelques  $\mu\text{m}$ )
3. Donne accès à la **morphologie des objets** en présence (formes et tailles de bulle, état de surface)
4. Sensible à l'**organisation des objets** présents (Distance moyenne entre bulles)
5. L'étalement du faisceau permet une vue statistique des phénomènes en jeu



## Diffraction X



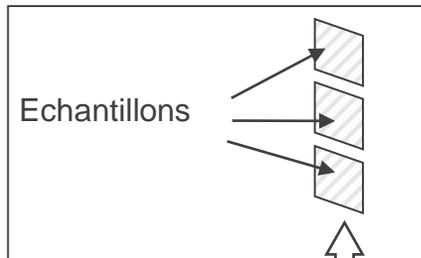
## GISAXS



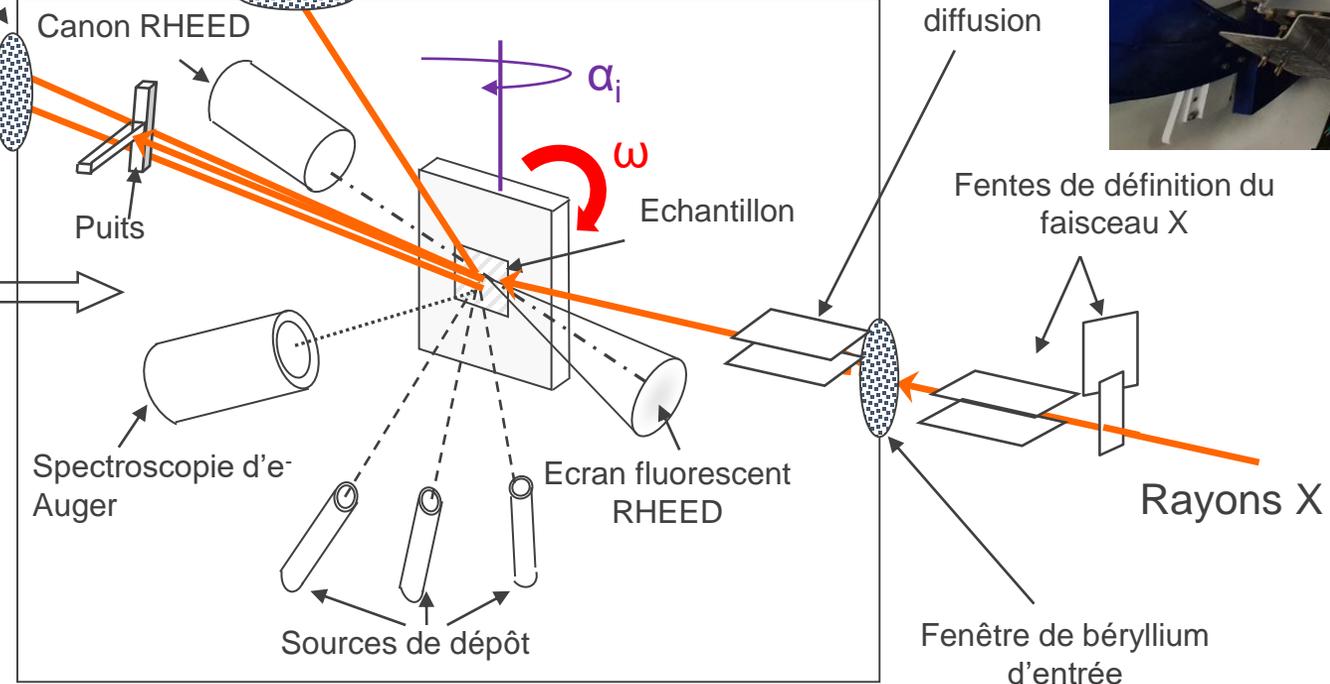
Fenêtres de béryllium de sortie

## Enceinte ultravide

## Sas sous ultravide



## Sas d'introduction



- Implantation He **2 keV** à **1273K** (1000°C) ou RT pendant **11h** puis recuit sous vide jusqu'à **1773K** (1500°C)
- Flux =  $2,40 \times 10^{17} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
- Fluence =  $1,00 \times 10^{22} \text{ m}^{-2}$

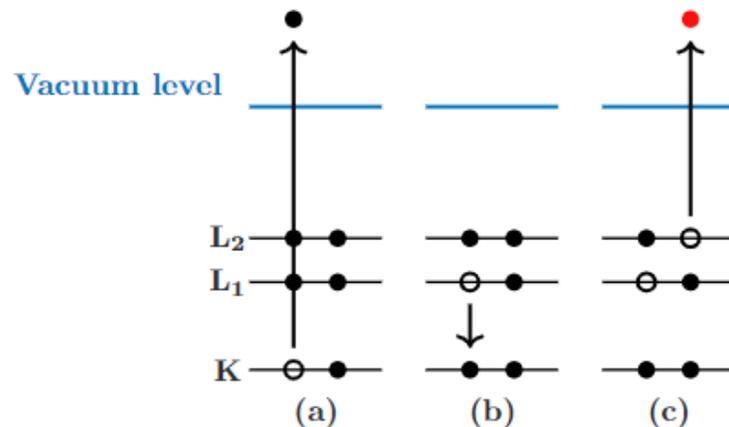
Protocole de préparation (échantillons W (110), W (100) et W (111)) :

- 1) Recuit sous oxygène à haute température (1000°C)
- 2) Recuit flash sous vide à très haute température (1500-2000°C)
- 3) Conditionnement : Dépôt de 5 nm d'or

**Spectroscopie Auger** → Composition chimique de la surface

**Principe :**

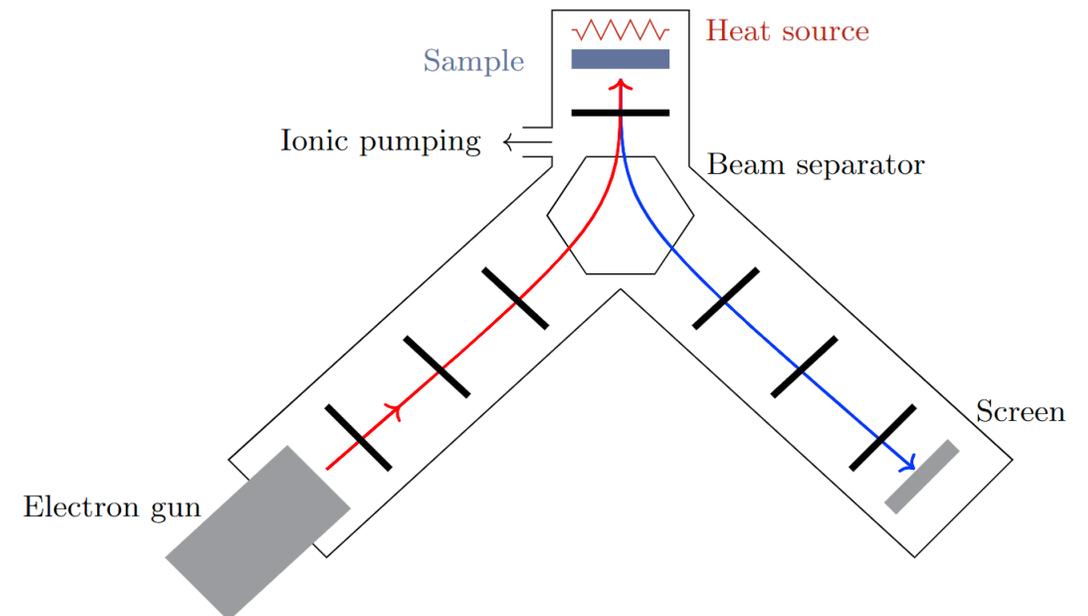
- a. Excitation d'un électron de cœur
- b. Désexcitation non radiative d'un électron d'une couche supérieur vers le niveau de cœur vacant
- c. L'énergie récupéré expulse un électron des couches lointaines qui est capté par le détecteur



**LEEM** → Morphologie de surface

**Principe :**

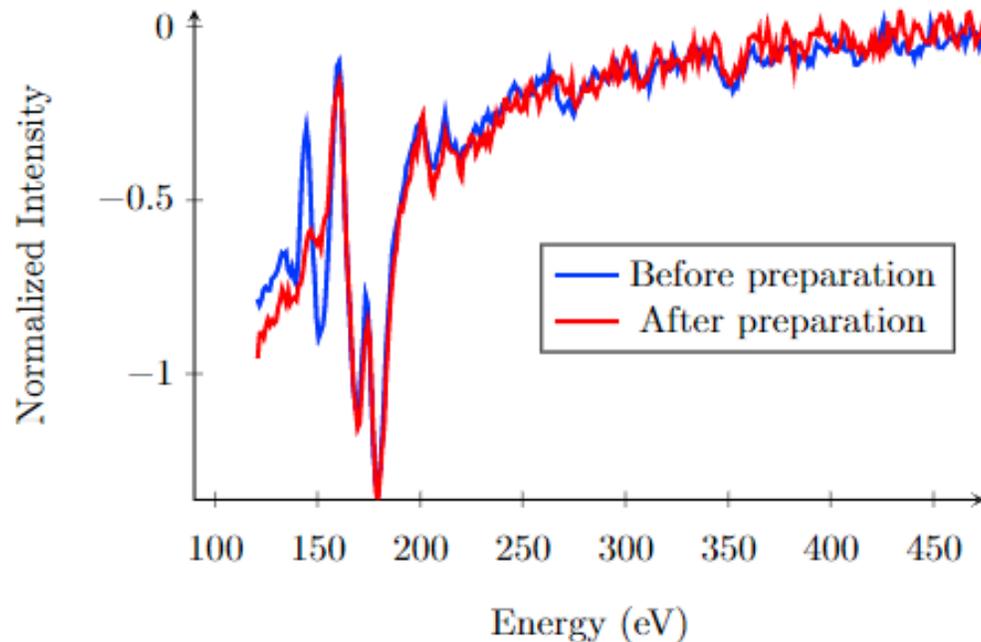
Envoi d'électrons lents (1-100eV) → Rétrodiffusion des électrons (imagerie et diffraction)



Protocole de préparation :

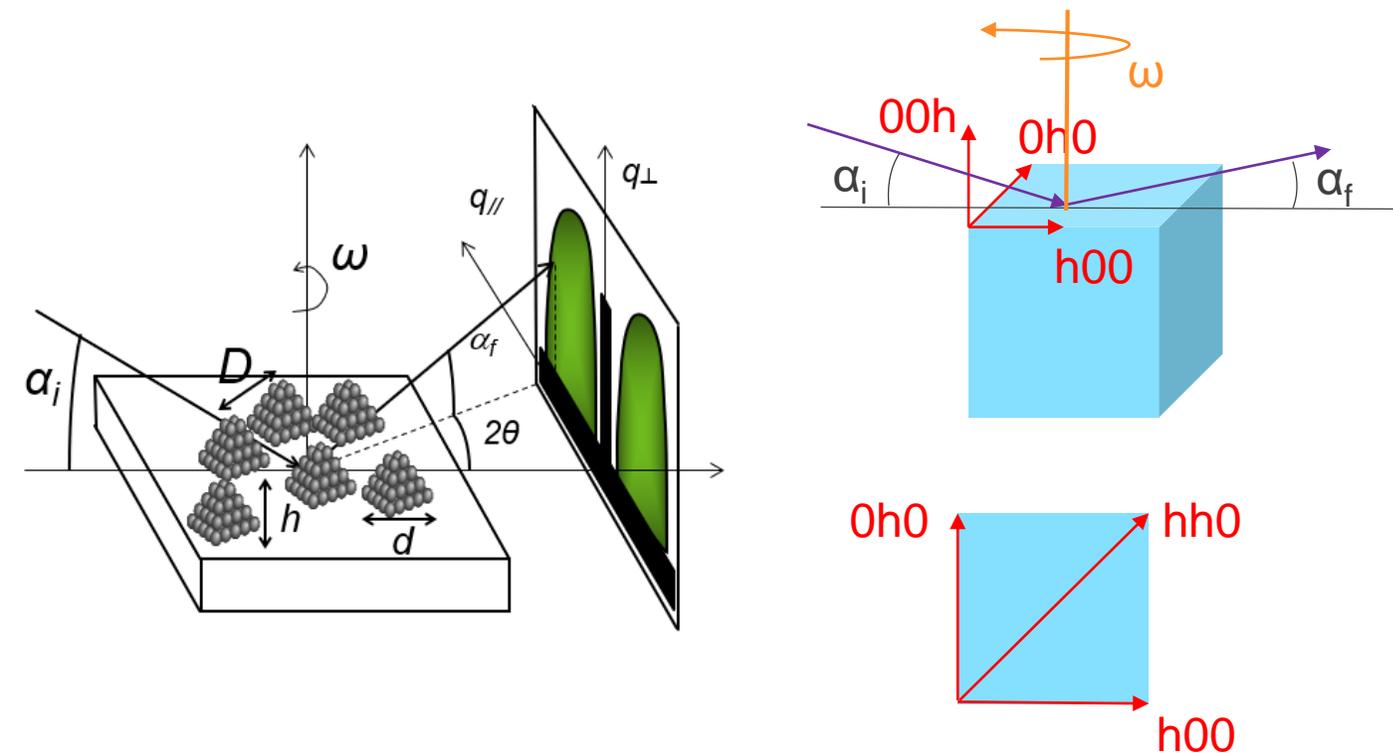
- 1) Recuit sous oxygène à haute température (1000°C)
- 2) Recuit flash sous vide à très haute température (1500-2000°C)
- 3) Conditionnement : Dépôt de 5 nm d'or

**Spectroscopie Auger** → Composition chimique de la surface



**LEEM** → Morphologie de surface

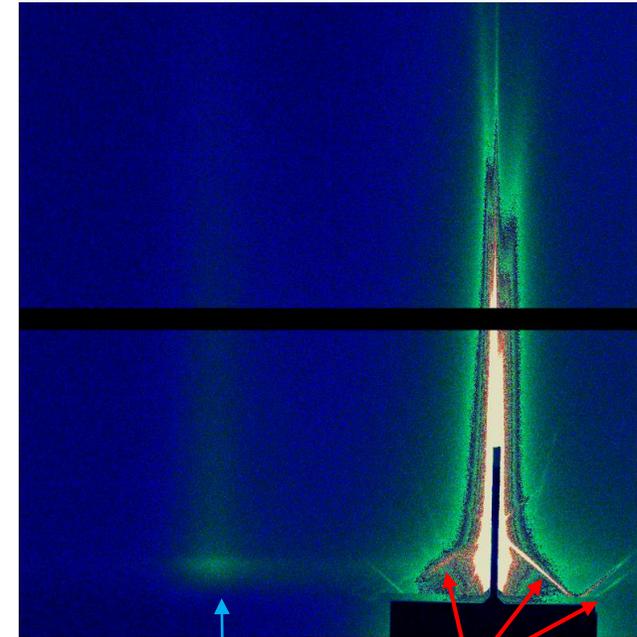


W (100) ESRF 2 :Etape préliminaire : Orientation de l'échantillon

$\omega = 16,07^\circ \rightarrow h00$  direction  
 $\omega = 61,07^\circ \rightarrow hh0$  direction

$\alpha_i = 0,4^\circ$  and  $\omega = 16,07^\circ$  (h00 direction)

Avant bombardement He

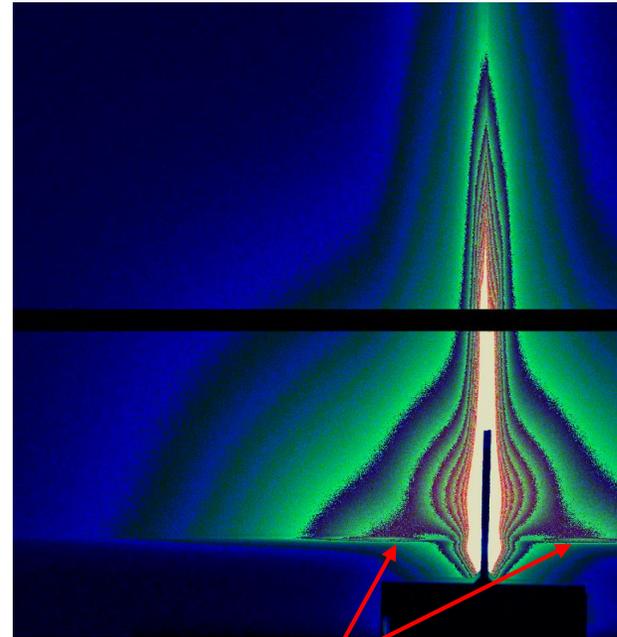


Super-structure due  
à une contamination  
de surface

Diffusion multiple  
→ morphologie  
de surface

Tige spéculaire étroite → Structure  
cristalline étendue (Surface)

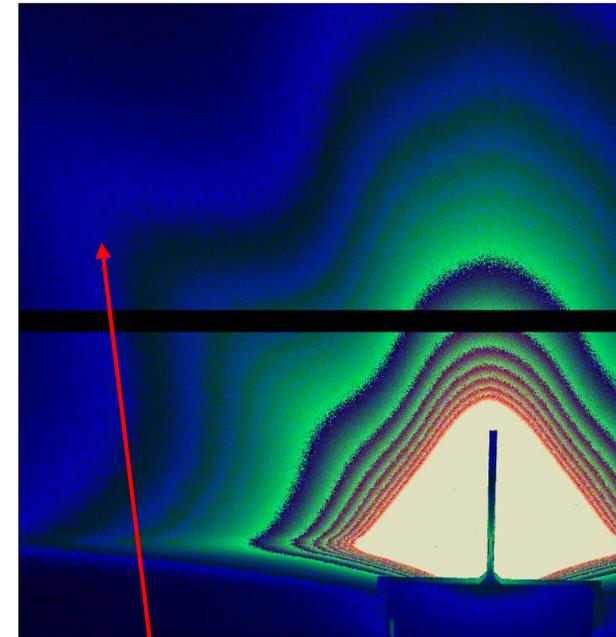
Bombardement He : 1<sup>er</sup> instant



Maximum locaux d'intensité →  
Création structure organisée (bulles)

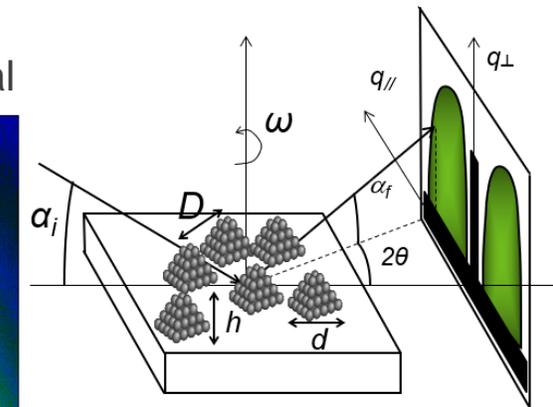
Intensité diffuse due à des  
bulles sphériques

Bombardement He : Instant final

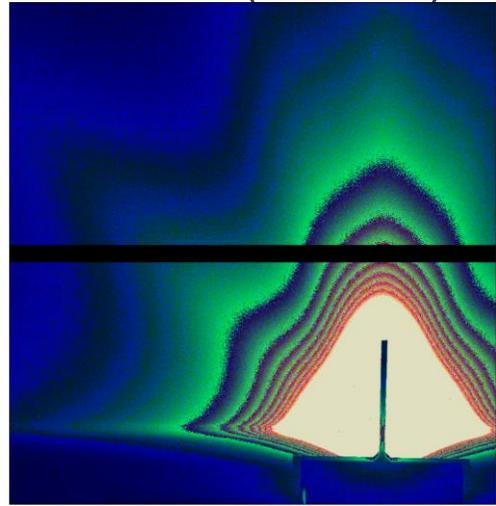


Facette (10-1)

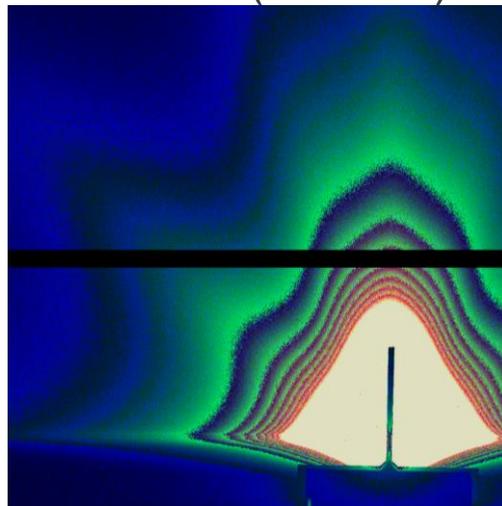
Tige spéculaire large → Modification  
morphologique importante de la  
surface



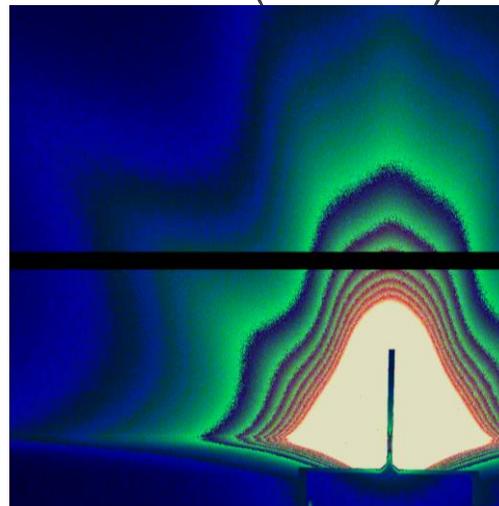
1273 K (1000°C)



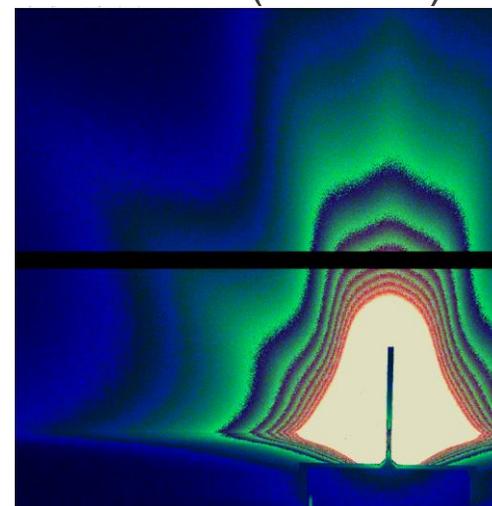
1357 K (1084°C)



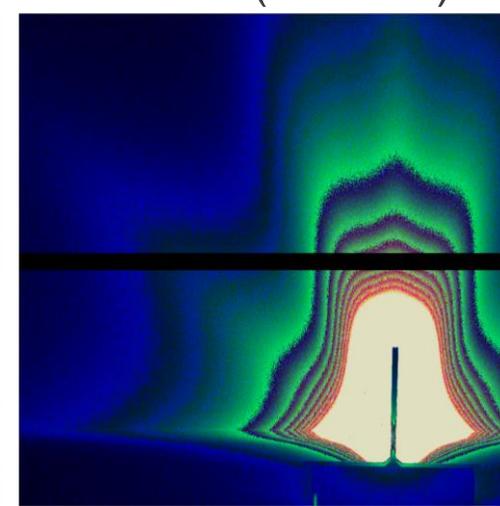
1395 K (1122°C)



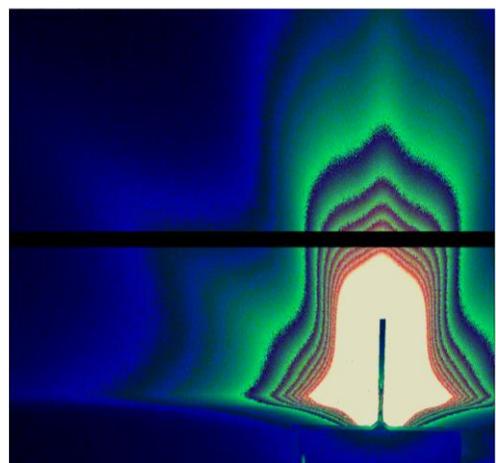
1444 K (1171°C)



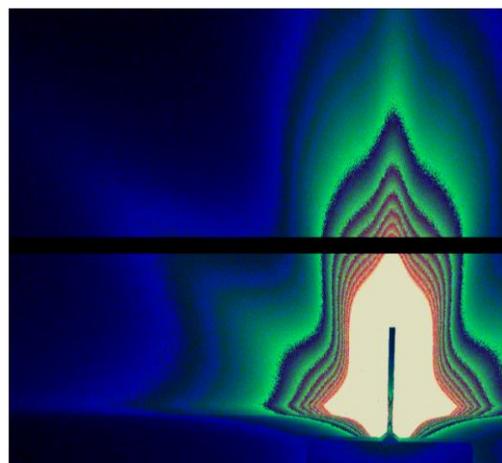
1486 K (1213°C)



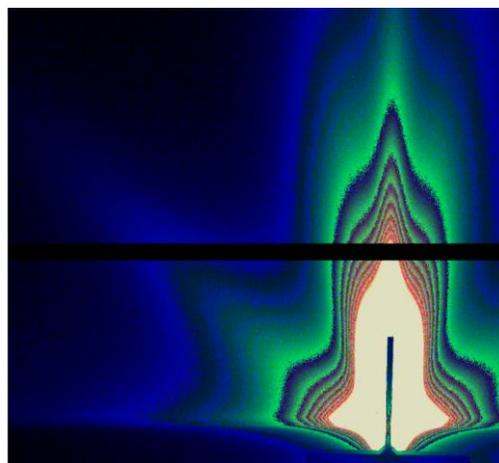
1536 K (1263°C)



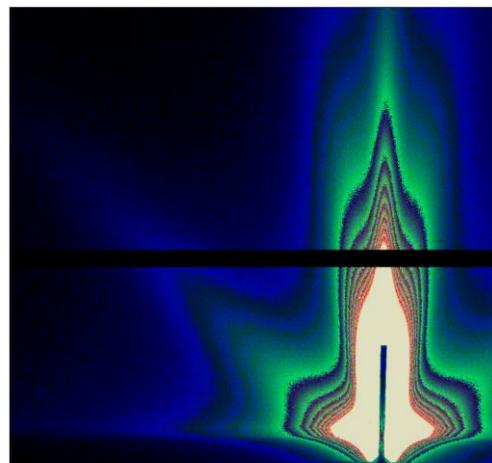
1583 K (1310°C)



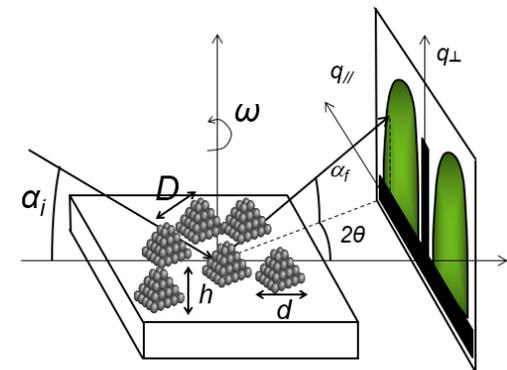
1646 K (1373°C)

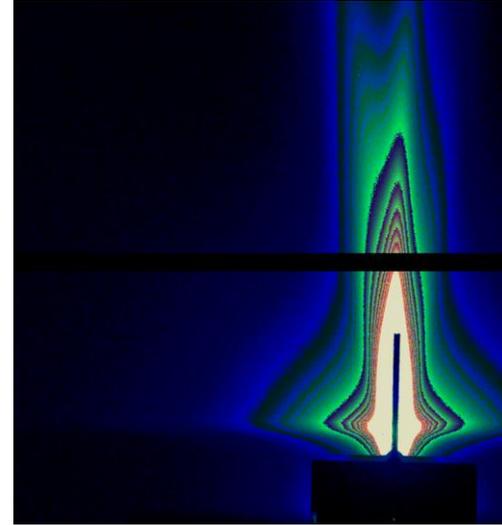
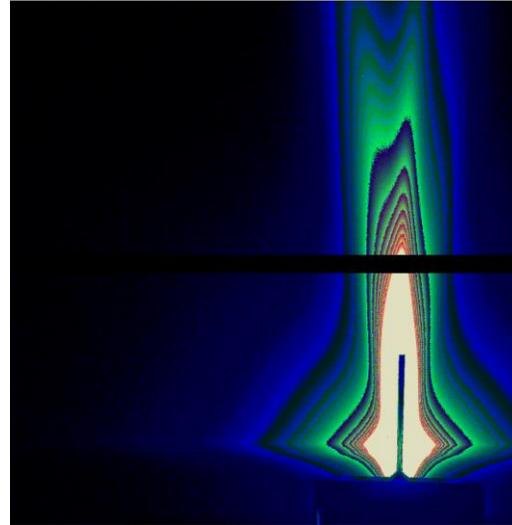
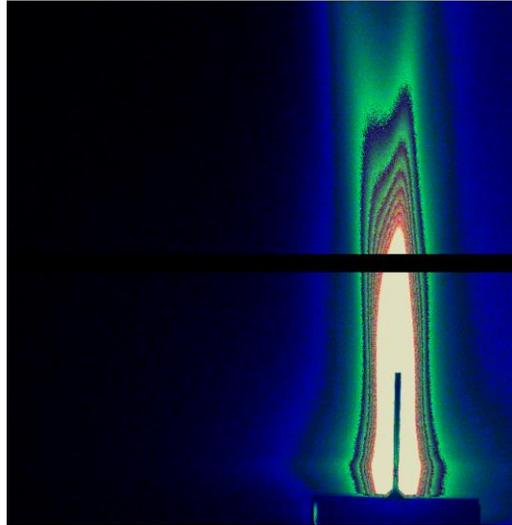


1690 K (1417°C)



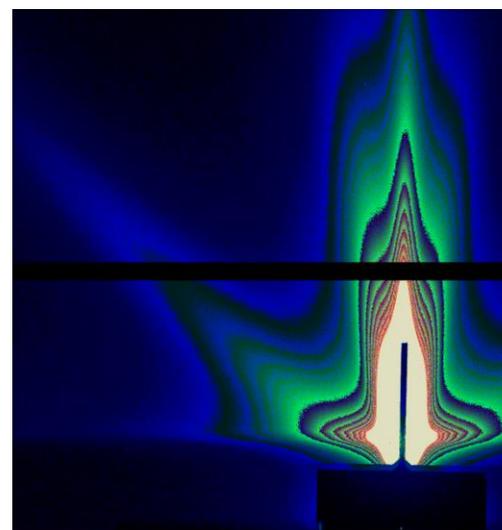
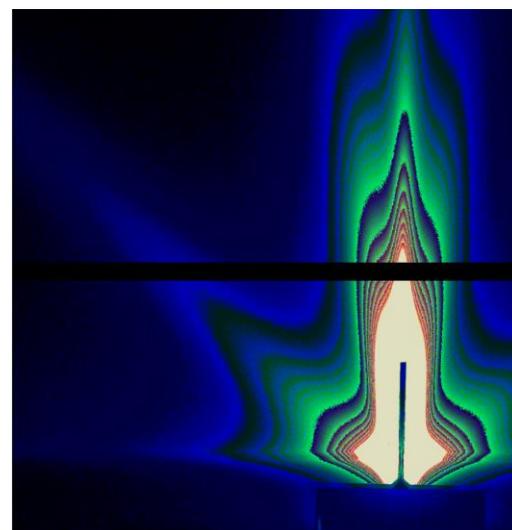
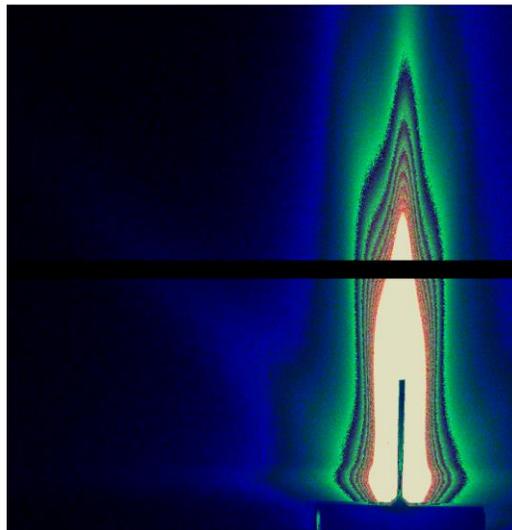
$\alpha_i = 0,4^\circ$   
 $\omega = 16,07^\circ$  (h00  
 direction)



$\alpha_i = 0,2^\circ$  $\alpha_i = 0,4^\circ$  $\alpha_i = 0,6^\circ$  $\omega = -10^\circ$ 

La facette s'atténue avec  $\alpha_i$  qui augmente →  
**En surface**

Angle entre la facette et tige spéculaire petit →  
**Plan proche de (100)**

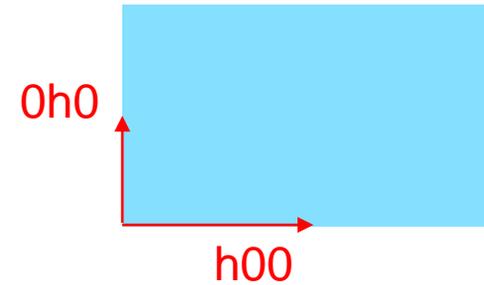
 $\omega = 13^\circ$ 

La facette s'accentue avec  $\alpha_i$  qui augmente →  
**Facette dans le volume (bulle)**

Angle entre la facette et tige spéculaire → **plan (10-1)**

W (110) ESRF 1 après recuit sous ultra-vide :

$\alpha_i = 0,6^\circ$

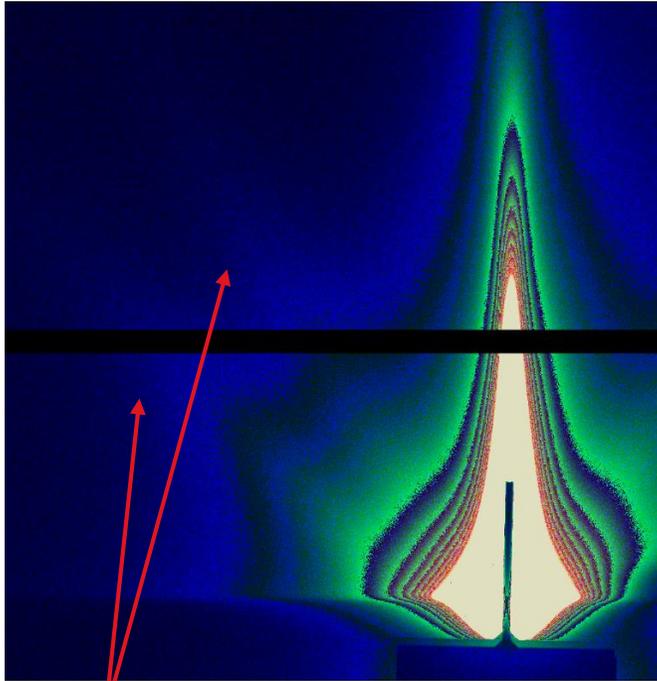


$\omega = -52,61^\circ \rightarrow h00$  direction

$\omega = 37,39^\circ \rightarrow 0h0$  direction

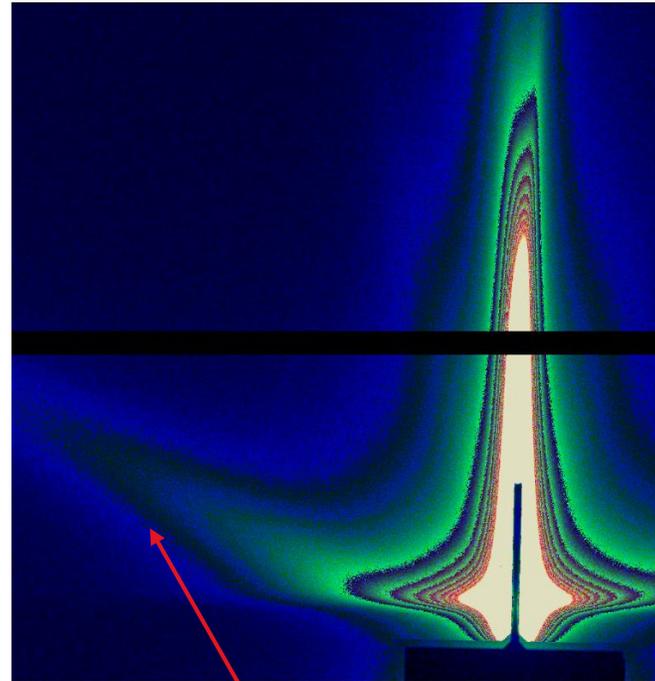
$\omega = 72,65^\circ \rightarrow h-h0$  direction

$\omega = -48^\circ$



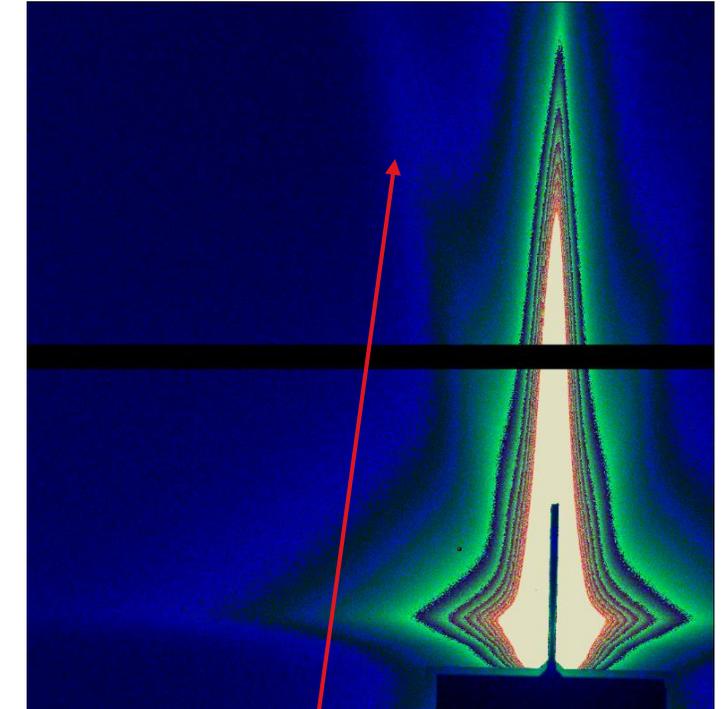
Facette (010) en surface

$\omega = 0^\circ$

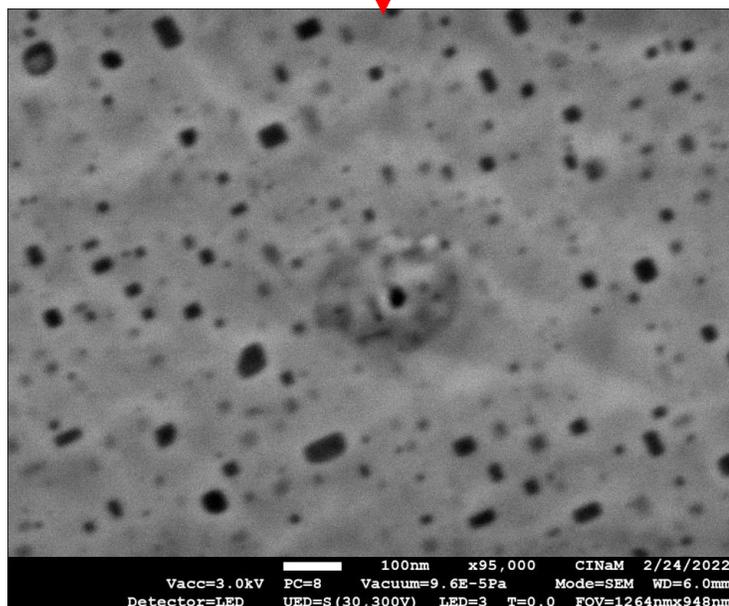
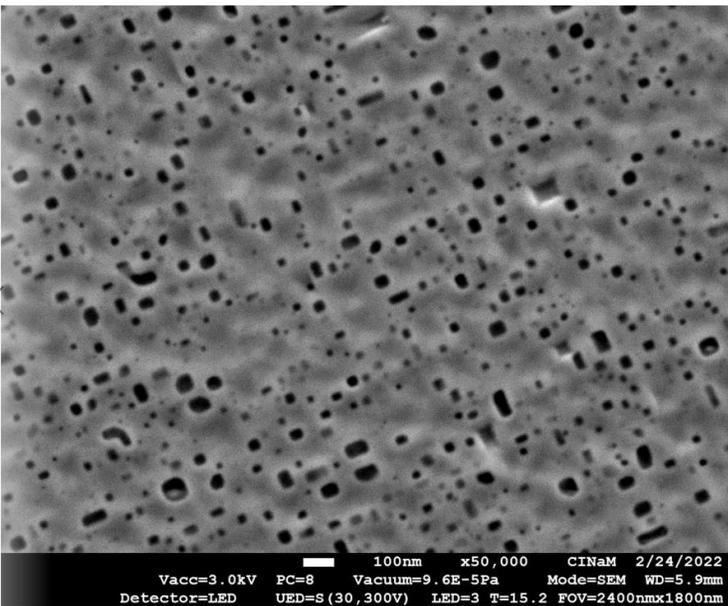
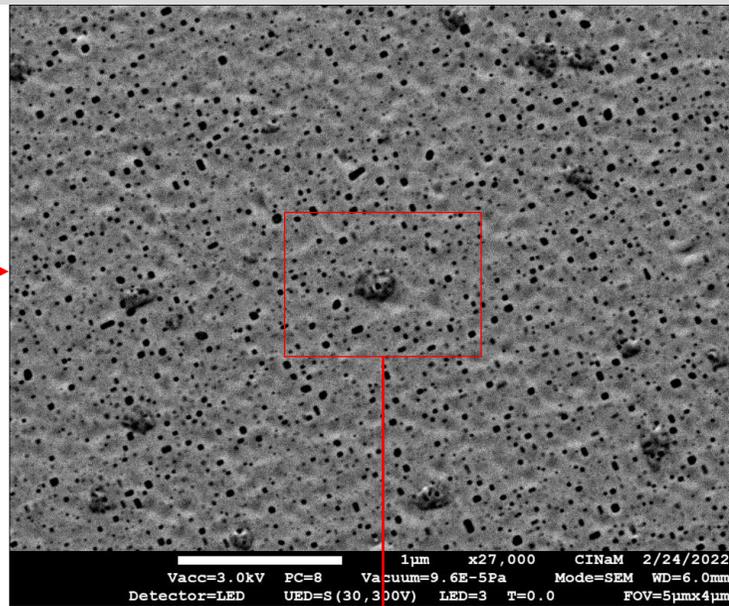
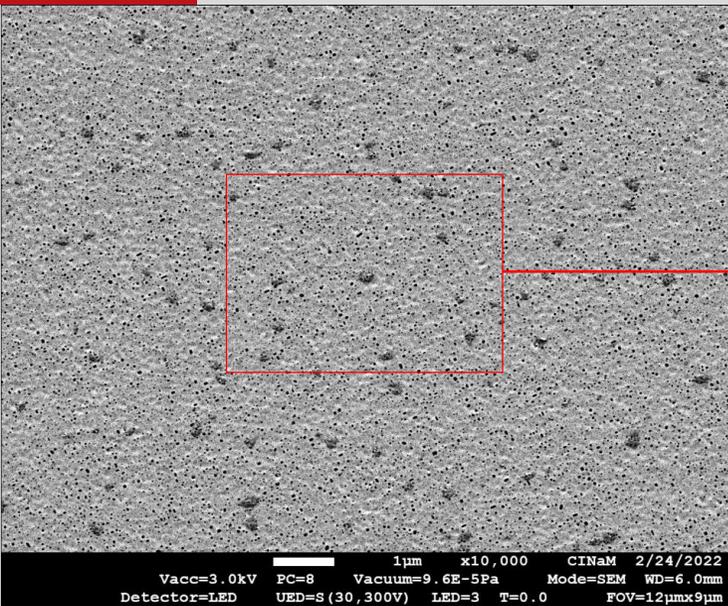


Facette (011)

$\omega = 29^\circ$



Facette (331) proche de (110)



## Microscopie électronique à balayage (MEB)

- Trous carrés ou rectangulaires résultants de l'éclosion de bulle en surface → **bulles non sphérique**
- Densité de bulles remontées à la surface :  $1,03 \times 10^2 \mu\text{m}^{-2}$

10 à 70 nm

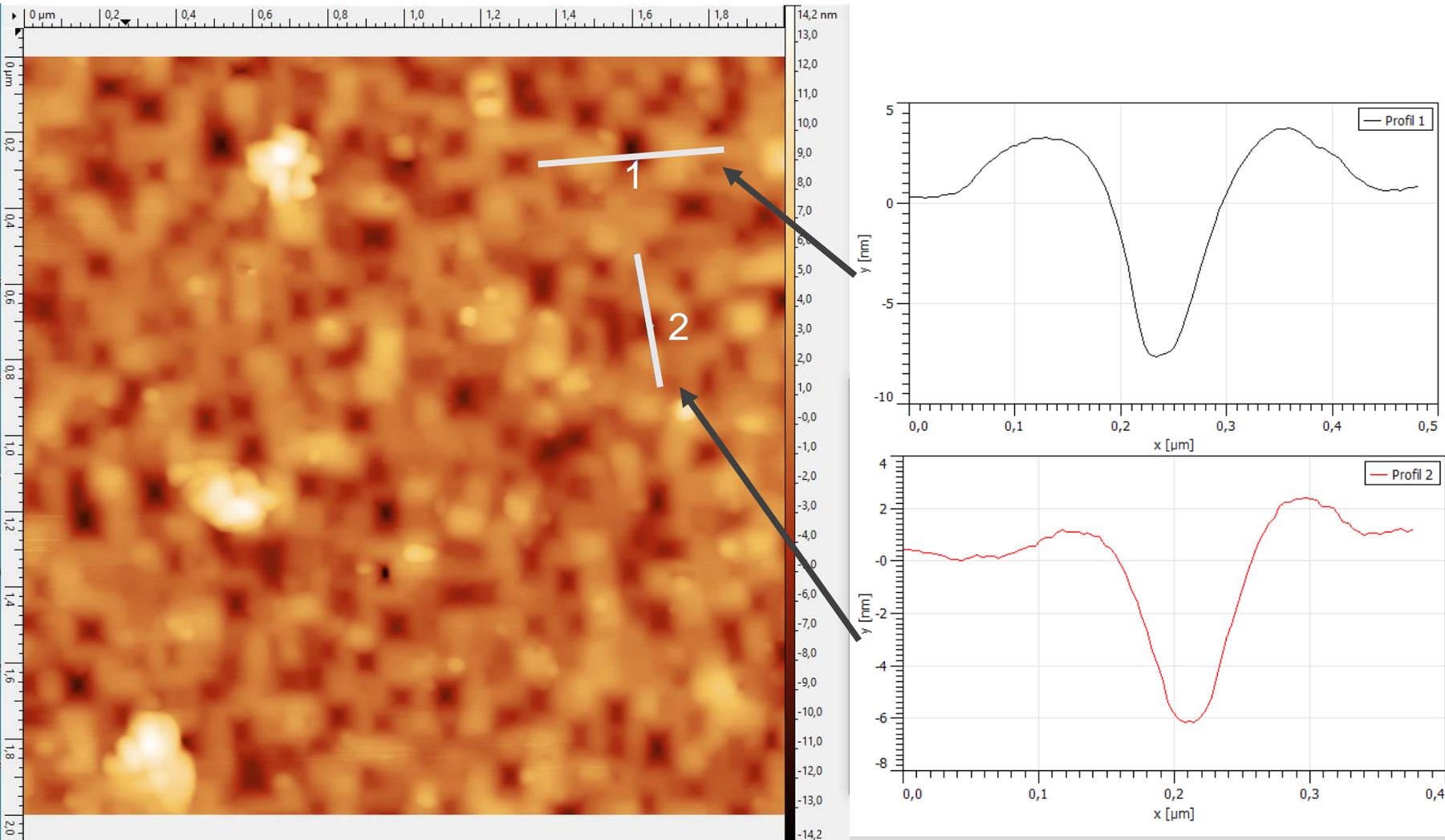


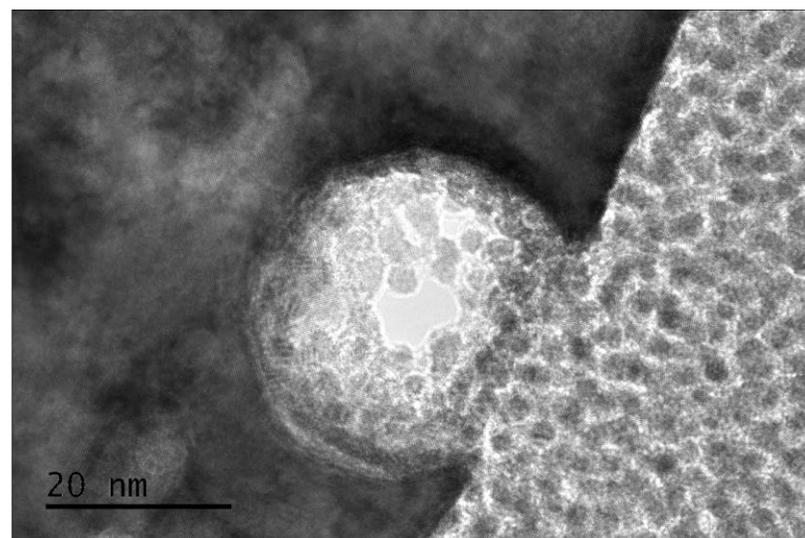
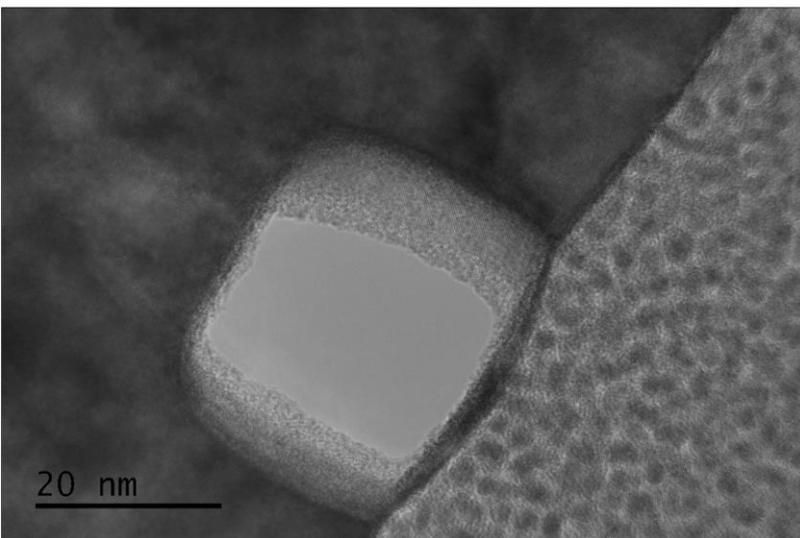
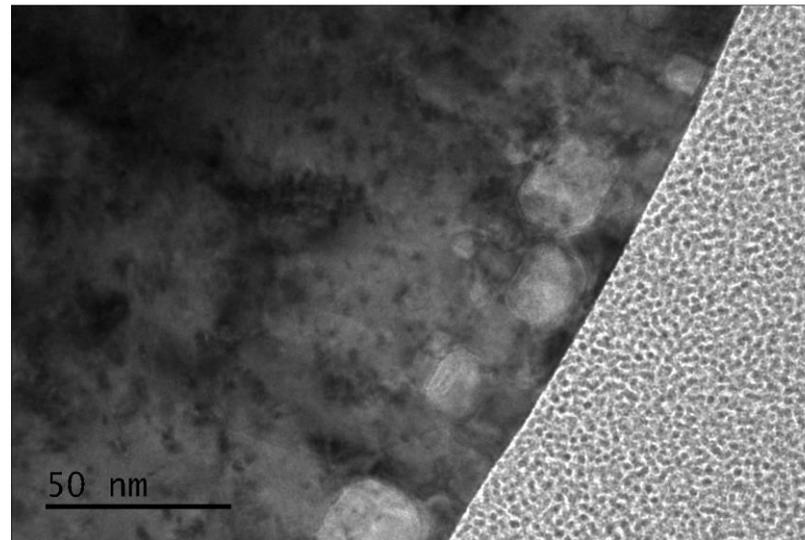
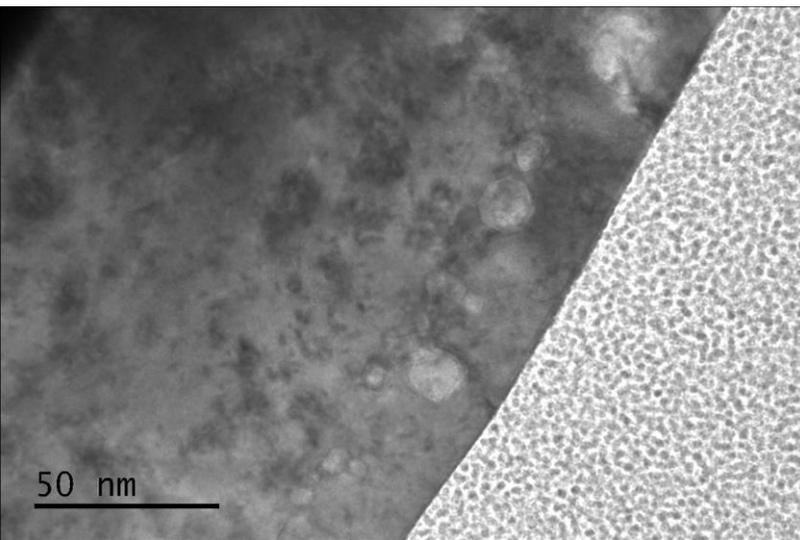
10 à 30 nm

- Amas de matière présents à l'éclosion des bulles

## Microscopie à Force Atomique (AFM)

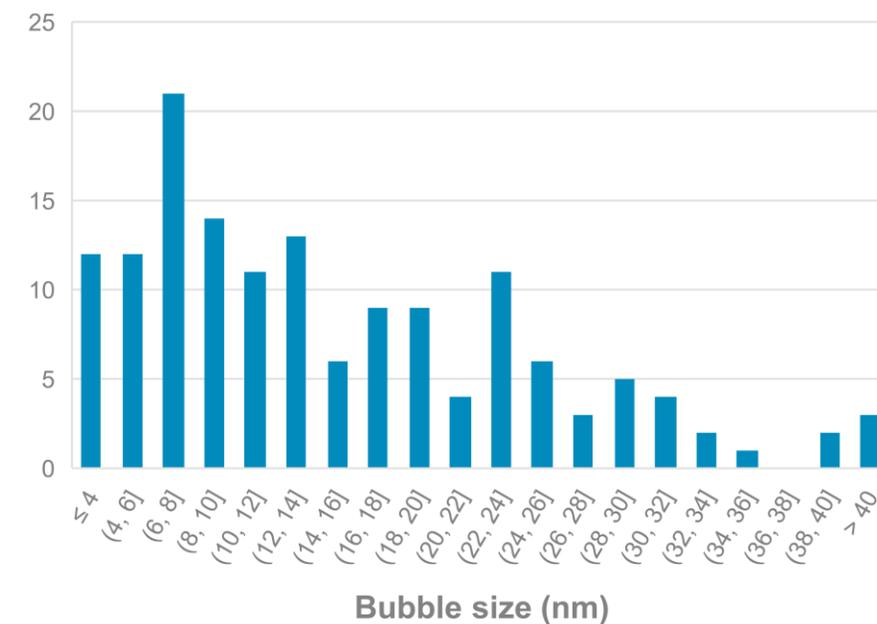
- Trous de 5 à 10 nm
- Forme laissée par l'écllosion d'une bulle remontant à la surface





## Microscopie électronique à transmission (MET)

- Bulles fermées sous la surface encore pressurisées en hélium
- Bulles éclos en surfaces
- Densité de bulle dans le volume  **$1,26 \times 10^4$  bulles. $\mu\text{m}^{-3}$**



## 1. Préparation des échantillon

- a. Cycle de recuit (1000°C) sous oxygène – Recuit flash (1500°C - 2000°C) sous ultra-vide avec contrôle de la composition chimique de la surface (Spectroscopie Auger) et de la morphologie (LEEM)
- b. Dépôt d'une couche de protection en Au

## 2. Suivi GISAXS In-situ pendant l'implantation d'He

- a. Désorption de l'Au → Chauffage à 1000°C sous ultra-vide
- b. Orientation de l'échantillon
- c. Implantation à 1000°C (lot 1) ou température ambiante (lot 2) et recuit jusqu'à 1500°C (lot 1 et 2)
  - Bulles sphérique en début d'implantation
  - **Facettage des bulles par des plan (110)**
  - Reconstruction de la surface dans son état initial

## 3. Analyses post recuit

- a. Caractérisation de la surface
  - MEB → Surface pas totalement lisse avec des trous
  - AFM → Trous de plusieurs nm laissés par des bulles
- b. Caractérisation des bulles
  - MET → Densité de bulles de  $1,26 \times 10^4$  bulles. $\mu\text{m}^{-3}$ , distribution en **taille de quelque nm à 50nm**

➔ Alimentation d'un model de simulation « *IsGISAXS* »