

Association EURATOM - CEA  
Fusion contrôlée

Comité de Gestion n° 79

*Compte Rendu d'Activité*  
**COLLABORATIONS NATIONALES**  
(Universités et CNRS)

***Novembre 2004 - Octobre 2005***

**Projet M3 : « Interaction plasma-paroi : transfert matière-énergie entre plasma et paroi, diffusion dans les matériaux »**

**MOTIVATION** – Les particules de poussière produites au bord des décharges tokamak peuvent jouer un rôle important dans l'érosion/re-déposition du carbone et dans la rétention du combustible. Cette proposition se donne pour but de : (1) déterminer l'influence des conditions de la gaine dans le taux de production des poussières, (2) produire les particules de poussière et modéliser leur croissance dans les décharges bien contrôlées d'un réacteur plasma et (3) caractériser leur structure chimique et physique.

**Thème M3.1 : Étude de la formation de poussières dans un réacteur plasma** (B. Pégourié ; X. Bonnin, Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux et des Hautes pressions, LIMHP, Université Paris XIII, Villetaneuse, UPR-1311 CNRS)

Parmi les fragments carbonés retrouvés habituellement en fin de campagne expérimentale dans les tokamaks contenant des éléments face au plasma constitués de graphite, on observe la présence de particules sphériques de taille nanométrique. Les précurseurs de telles particules sont le produit de collisions multiples entre des espèces carbonées actives érodées des parois par le plasma et/ou des radicaux d'hydrocarbures réactifs présents dans le plasma de bord, provenant de l'érosion chimique et physique du graphite par le plasma d'hydrogène. La formation de ces particules de poussière influe sur la physique des tokamaks par ses conséquences sur le bilan de particules et la rétention du combustible, la pollution éventuelle du plasma par ces poussières, en plus de soulever des aspects de sûreté liés aux risques d'explosion lors d'une mise à l'atmosphère de la chambre à vide du réacteur.

Le projet rapporté ici traite d'études expérimentales et théoriques de la formation de particules de poussière lors de l'interaction d'une décharge plasma basse pression hors équilibre avec un substrat de graphite. Elle consiste en quatre tâches principales :

1. La première est liée à l'étude expérimentale de la génération de particules de poussières de carbone dans une décharge DC basse pression d'argon avec une cathode en graphite. On cherche ici à obtenir un outil expérimental qui nous permette de suivre la formation de ces poussières carbonées dans des conditions contrôlées. Le dispositif expérimental se trouve au laboratoire LPIIM, Université de Provence.
2. La deuxième tâche est liée à la caractérisation structurelle, chimique et thermodynamique ex situ des particules de poussière produites. Diverses techniques de caractérisation, telles que SEM, TEM, XRD, XANES et la spectroscopie Raman sont utilisées. Cette activité est conjointe entre tous les laboratoires impliqués dans la collaboration.
3. La troisième partie du projet est centrée sur la caractérisation in situ de la décharge plasma. En particulier, on se focalisera sur des mesures des distributions en énergie des ions dans la gaine cathodique et la caractérisation des poussières et de leurs précurseurs dans la décharge. Cette tâche est la responsabilité du laboratoire LPMIA, Université Nancy I.
4. La quatrième tâche consiste à modéliser les phénomènes couplés de chimie du carbone et de nucléation, croissance et transport des poussières carbonées dans le réacteur considéré. Cette tâche est à la charge du laboratoire LIMHP.

Les quatre différentes tâches évoquées ci-dessus sont fortement reliées entre elles puisque la caractérisation des particules de carbone et de la phase gazeuse aide à interpréter les résultats obtenus lors des expériences de génération des poussières carbonées. Elle aide aussi à mettre en place et à évaluer de façon critique les modèles de formation des poussières.

L'utilisation simultanée du modèle validé et des expériences de formation de poussières permet de mieux comprendre la cinétique de formation de ces poussières et à identifier les phénomènes essentiels gouvernant la quantité, la taille et la structure des particules produites.

Ce travail est fait en collaboration avec les laboratoires LPIIM (C. Arnas, F. Roubin, C. Dominique, C. Martin), Université de Provence et LPMIA (R. Hugon, J. Bougdira), Université Nancy I.

### 3.1.1. Étude expérimentale de la formation des poussières

La pulvérisation d'une cathode graphitique de décharge DC permet de synthétiser des nanoparticules en phase homogène. Les vapeurs de carbone en sursaturation qui sont produits ainsi dans un plasma d'argon condensent pour donner naissance à des clusters dont la taille croît au cours du temps, par accréation d'espèces carbonées. Dans des conditions typiques de décharge, les grains collectés après 10 minutes de décharge ont une taille de 190 nm.

Des poudres, ou suies, ont également été produites par décharge micro-onde dans le mélange gazeux Ar/CH<sub>4</sub>/H<sub>2</sub>, habituellement utilisé au laboratoire LIMHP pour produire des dépôts diamant, monocristallin. Les conditions de production des suies correspondent à un régime où ces dépôts diamant ne sont pas optimisés.

### 3.1.2. Caractérisation des poussières

Une identification de la microstructure des poudres synthétisées dans les deux types de décharge a été initiée. Pour ce faire, différentes méthodes d'analyse ont été utilisées : MEB et METHR (CP2M, Marseille), Spectroscopie d'absorption IR (Service commun - Spectropole, Marseille), spectroscopie Raman (LIMHP) et chromatographie en phase gazeuse (par N. Aggadi, LIMHP).

Les résultats obtenus ont permis d'identifier l'organisation des atomes dans les hybridations sp<sup>2</sup> et sp<sup>3</sup> du carbone afin de les relier aux paramètres plasmas dans chacun des cas. En particulier, la spectroscopie d'absorption IR couplée à la chromatographie en phase gazeuse a confirmé la présence de PAH, précurseurs de suies (figure 3.1.1).

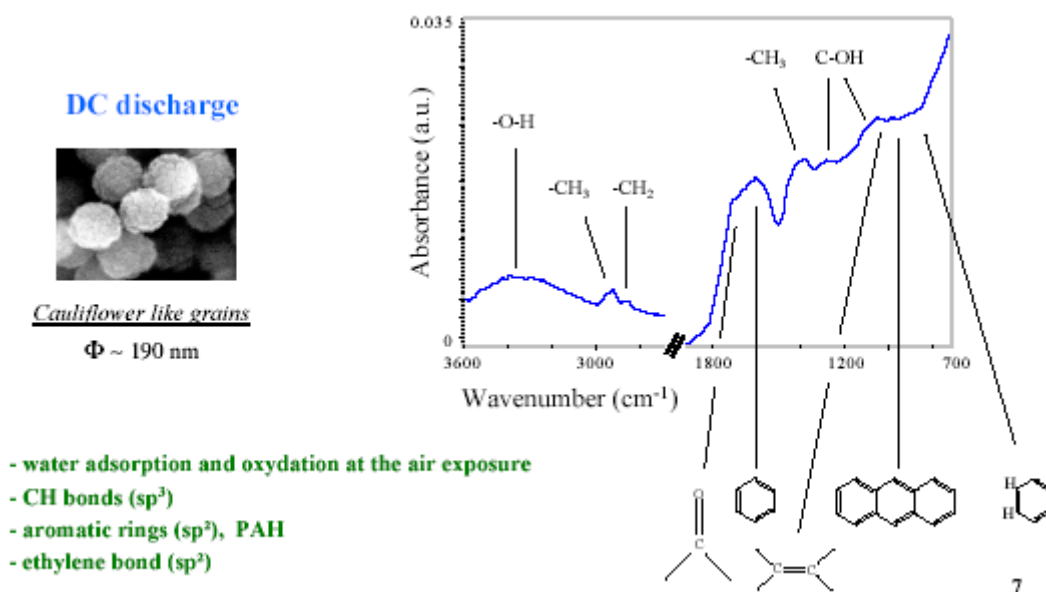


Figure 3.1.1 – Spectroscopie IR

### 3.1.3. Caractérisation de la décharge plasma

Au laboratoire LPMIA, un réacteur plasma aux caractéristiques proches de celles de celui utilisé au laboratoire LPIIM de Marseille a été mis en service. A l'intérieur de ce réacteur, des mesures de diffusion laser et de FTIR sont mises en œuvre pour détecter et mesurer les radicaux CH et CH<sub>3</sub>, ainsi que les particules de poussière produites par

fluorescence induite. On remarque en particulier la présence à la fois de poussières chargées positivement et négativement, les premières étant en moyenne de taille plus importante une fois déposées.

### 3.1.4. Modélisation de la formation des poussières

Un modèle numérique de formation des poussières dans les conditions de la décharge DC de plasma d'argon décrite plus haut a été mis en place. Il s'appuie sur une description analytique des paramètres de la décharge plasma, obtenue à partir des modèles de Liebermann et Lichtenberg. La cathode de carbone est érodée par les ions et les neutres d'argon d'après les taux d'érosion calculés par le code TRIM. Les produits d'érosion sont soit des atomes de carbone seuls, soit des agrégats  $C_2$  ou  $C_3$ , en proportions variables. Par la suite, en phase plasma, il y a agglutination des agrégats ensemble, selon des taux de réaction variant en loi d'échelle selon Creasy. Très peu de données expérimentales existent pour ces taux de réaction. Au-delà d'une taille limite maximale, on considère qu'il y a eu formation d'une particule de poussière et l'on suit donc les taille et masse moyennes des poussières. Au final, on obtient un équilibre entre la création des agrégats de différentes tailles en phase gazeuse et leur diffusion aux parois, où l'on suppose les agrégats absorbés. Le modèle est en cours de généralisation aux agrégats chargés (en particulier, ceux chargés négativement dont la durée de vie dans le plasma est beaucoup plus longue du fait de leur confinement par le champ électrique de gaine du plasma). Pour ce faire, des réactions d'ionisation et d'attachement par impact électronique sont mises en place, là encore en utilisant des lois d'échelle quand les données manquent. Les premiers résultats sont présentés figure 3.1.2. On y voit la dépendance de la distribution des agrégats de carbone en fonction du taux de pulvérisation à la cathode (lequel dépend de l'énergie incidente des ions d'argon).

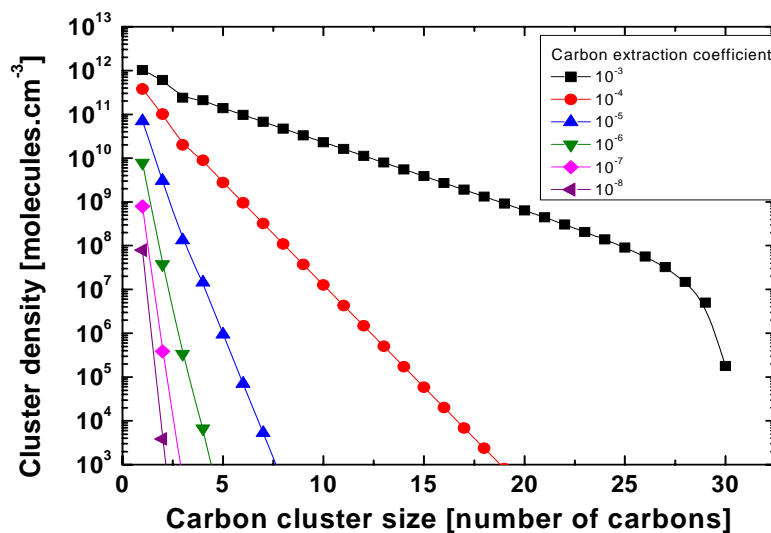


Figure 3.1.2 – Distribution des agrégats de carbone en fonction du taux de pulvérisation

### 3.1.5. Sommaire et conclusions

On a fait ici une présentation sommaire des activités engagées dans les laboratoires LPIIM, LPMIA et LIMHP du CNRS dans le contexte du contrat de collaboration les liant à l'Association Euratom-CEA, et portant sur l'étude de la formation des poussières dans les

réacteurs plasmas. Dans deux des laboratoires, des dispositifs expérimentaux sont en place pour la production de telles poussières carbonées, et leur étude et caractérisation expérimentales (in situ et ex situ) sont en cours dans les trois laboratoires en commun. De plus, un modèle théorique de formation de ces poussières est aussi en cours de développement, et a montré ses capacités dans le cas simplifié où toutes les particules de poussières sont supposées neutres électriquement. Le modèle sera étendu aux poussières chargées, dont l'existence a été confirmée dans les dispositifs expérimentaux. Celui-ci est restreint par le peu de données réactionnelles disponibles dans la littérature, mais il sera sans doute possible d'utiliser le développement en parallèle du modèle et des méthodes de mesure expérimentales pour valider certaines lois d'échelle sur la formation des poussières carbonées dans les décharges des réacteurs plasmas.

*Participants CNRS/Université : X. Bonnin, G. Lombardi, K. Hassouni, F. Benedic, F. Silva, A. Michau, N. Aggadi (doctorante)*

C. ARNAS, C. DOMINIQUE, P. ROUBIN, C. MARTIN, Ch. BROSSET, B. PÉGOURIÉ  
*Characterization of carbon dust produced in sputtering discharges and in the Tore Supra tokamak*  
soumis à J. Appl. Phys.