HAL
open science

Les matériaux sous irradiation: utiliser des particules charg imuler et comprendre leur évolution microstructurale

Isabelle Monnet

To cite this version:

Isabelle Monnet. Les matériaux sous irradiation: utiliser des particules chargées pour imuler et comprendre leur évolution microstructurale. Économie et finance quantitative [q-fin]. Université de Caen, 2013. tel-01843542

HAL Id: tel-01843542

https://theses.hal.science/tel-01843542v1

Submitted on 18 Jul 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITE DE CAEN BASSE NORMANDIE
U.F.R Sciences
Ecole doctorale SIMEM

Mémoire

Présenté par

Isabelle Monnet
Docteur de l'Ecole Centrale de Paris
Ingénieur CEA

En vue de l'obtention du diplôme

D'HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Les matériaux sous irradiation: utiliser des particules chargées pour simuler et comprendre leur évolution microstructurale

Soutenue le 27 Mai 2013

Membre du jury

Président	Emmanuel Balanzat
Rapporteurs	Frederico Garrido
	Philippe Pareige
Examinateurs	Jean Louis Boutard
	Robin Schaeublin
	Martine Soyer

Curriculum Vitae 3

1. *Expérience en recherche* 4
2. *Encadrement de travaux de recherche* 5

Participation à l'encadrement de thèse 5

Encadrement de stagiaire 6

3. *Participation à l'enseignement* 7
4. *Participation à des jurys de thèse* 8
5. *Liste des publications et communications* 9

Publications dans des revues à comité de lecture 9

Publications dans des actes de congrès à comité de lecture 11

Publications dans des actes de congrès sans comité de lecture 13

Notes techniques CEA 13

Communications orales 17

Communications par poster 17

Communications (participation) 17

6. *Organisation de congrès et formations* 22

Synthèse des travaux de recherche 23

I. *Evolution de la microstructure sous irradiation et lien avec l'évolution des propriétés d'usage* 25

I.1 Mécanismes de déformation des alliages de zirconium irradiés 27

I.2 La corrosion sous contrainte assistée par irradiation IASCC 35

I.3 Phases MAX 39

II. *Evolution de la microstructure sous irradiation et lien avec l'évolution des propriétés d'usage* 40

II.1 Dissolution des oxydes dans les matériaux ODS 49

II.2 Transition de phases sous irradiation dans les céramiques 53

II.3 Semi-conducteurs III-N de structure wurtzite sous irradiation 62

Conclusions et perspectives 71

Isabelle Monnet
49, route de Creully
14610 Cairon
Née le 4 décembre 1972
Mariée, 3 enfants

Centre de recherche sur les Ions, les MAtériaux et la Photonique- CEA-CNRS-ENSICAEN-UCBN
Boulevard H. Becquerel
14070 Caen cedex 5
Tel : 02 31 45 46 70
e-mail : monnet@ganil.fr

Formation

1999 Doctorat en Sciences des matériaux « Stabilité sous irradiation de particules d'oxydes finement dispersées dans une matrice ferritique», Ecole Centrale de Paris.
1995 DEA Sciences des Matériaux, Université de Caen Basse Normandie, mention B.
1995 Ingénieur ENSICAEN option Sciences des Matériaux, mention B.

Parcours

2004 Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique, unité mixte de recherche CEA-CNRS-ENSICAEN-UCBN
2000 Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, CEA/DEN/DMN/SRMA
2000 Ingénieur GS'technologie
1999 Interim au Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, CEA/DTA/DECM

Domaines de compétences

Caractérisations structurales et microstructurales, Relations microstructure / propriétés, Interaction ion-matière, matériaux du nucléaire

Productions scientifiques

Revues à comité de lecture	31	Actes de congrès a comité de lecture	22
Conférences (orateur)	3	Séminaires	1
Communications par affiche	2	Communications (participations)	46

Facteur h 11 – nombre de citations 358 (299 hors autocitations)

Encadrement

Doctorat (participation) 5 Stagiaires 14 + encadrement projets 8

Responsabilité scientifique

2006-2009 Coordinateur du projet ALIX-MAI (ANR-06-BLAN-0292)
2006- Membre du conseil de laboratoire
2012- Expert du CEA dans le domaine Matériaux, Physique du solide & des semi-conducteurs, avec la spécialité microstructures.

1. Expérience en recherche

02/1996-06/1999 : **Thèse** intitulée « stabilité sous irradiation de particules d'oxydes finement dispersées dans une matrice ferritique ».
Laboratoires : Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (CEA/DTA/DECM), Saclay – Laboratoire Mécanique des Sols, Structures et Matériaux, Ecole Centrale de Paris
Directeur de thèse : B. Jouffrey, *Responsable CEA* : Ph. dubuisson.

07/1999-12/1999 : **Mission d'interim** « Expertise des soudures des surchauffeurs des générateurs de vapeur de la centrale Phénix »
Laboratoire : Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (CEA/DTA/DECM), Saclay

12/1999-05/2000 **:** **Ingénieur CDD** GS'technologie **«** Influence de l'irradiation neutronique sur le comportement des matériaux des sources. Synthèse bibliographique »
Laboratoire : Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (CEA/DTA/DECM), Saclay

06/2000-04/2004 : **Ingénieur-Chercheur** au Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (CEA/DEN/DMN/SRMA), Saclay
Principaux thèmes de recherche :

- Caractérisation microstructurale de matériaux irradiés en réacteurs (aciers austénitiques, alliage de zirconium, acier de cuve)
- Simulations expérimentales du comportement en réacteurs par des irradiations aux particules chargées
- Compréhension et modélisation des relations microstruture/propriétés.

Depuis 04/2004 : **Ingénieur-Chercheur** au Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique (CIMAP), unité mixte de recherche CEA-CNRS-ENSICAEN-UCBN
Principaux thèmes de recherche :

- Transition de phase sous irradiation dans les céramiques
- Effet des excitations électroniques intenses dans divers matériaux
- Nanostructuration par faisceau d'ions

2. Encadrement de travaux de recherche

2.1 Participation à l'encadrement de thèse

1- Fabien Onimus, Ecole Centrale de Paris, soutenue le 8 décembre 2003
Directeur de thèse: Philippe Pilvin, Claude Prioul – Correspondant CEA: Jean-Luc Béchade
Encadrement: 20%
Sujet: Approche expérimentale et modélisation micromécanique du comportement des alliages de zirconium irradiés.

2- Alexis Quentin, Université de Caen Basse Normandie, soutenue le 9 décembre 2010
Directeur de thèse: Serge Bouffard – Correspondant CEA : Isabelle Monnet
Encadrement: 50%
Sujet: Modifications structurales de spinelles sous irradiations.

3- Jean-Christophe Nappé, Université de St Etienne, soutenue le 8 décembre 2009
Directeurs de thèse: Philippe Grosseau et Bernard Guilhot– Correspondant CEA: Fabienne Aububert
Encadrement: 15%
Sujet: Évaluation du comportement sous irradiation de Ti_3SiC_2. Etude de l'endommagement structural et microstructural.

4- Christophe Pierret, Université de Caen Basse Normandie, soutenue le 19 juillet 2011
Directeur de thèse: Serge Bouffard
Encadrement: 25%
Sujet: Comportements mécaniques et tribologiques du titane traité par implantation d'ions carbone et oxygène multichargés. Développement des moyens associés.

5- Mamour Sall, Université de Caen Basse Normandie, débutée en novembre 2010
Directeur de thèse: Emmanuel Balanzat - Correspondant CEA : Isabelle Monnet
Encadrement: 50%
Sujet: Propriétés physiques et structurales des matériaux semi-conducteurs de structure wurtzite soumis aux irradiations par ions lourds.

6- Denis Menut, Université de Caen Basse Normandie, thèse démarrant fin 2012
Directeur de thèse: Magali Morales – Correspondant CEA : Jean-Luc Bechade
Encadrement prévu: 20%
Sujet: Apport du rayonnement synchrotron pour la caractérisation structurale des aciers à dispersion d'oxydes sous irradiation.

2.2 Encadrement de stagiaires

2001 (2 mois) Jeson Cavaignac, 2ieme année UTC Compiègne, Durcissement sous irradiation des aciers austénitiques : mise au point d'une technique de préparation de lames minces de 1 mm et étude paramétrique d'un modèle de dynamique d'amas.

2002 (avril-septembre) Alice Meunier, DESS A2M, Université de Poitiers, Ségrégation intergranulaire induite par irradiation dans les aciers austénitiques.

2003 (avril-septembre) Thomas Aberlenc, DESS A2M, Université de Poitiers, Ségrégation intergranulaire induite par irradiation aux ions et aux électrons.

2005 (mai-juin) Clément David, stage M1 physique, Université de Caen, Utilisation de la ligne IRRSUD pour l'étude des transitions de phases sous irradiation: Cas du spinelle $MgAl_2O_4$.

2006 (juin-aout) Bastien Lefrançois, 4ieme année INSA Rennes, Etude de matériaux sous irradiation pour la gestion des déchets radioactifs.

2006 (avril-juin) Olivier Bruno, licence pro, Faisabilité et mise au point de l'observation de chromosomes humains par la technique de Microscopie à Force Atomique.

2007 (avril-juin) Elodie Lamare, IUT Caen, Caractérisation par Microscopie à Force Atomique de surfaces irradiées par les ions du GANIL.

2007 (juin-aout) Alexis Quentin, 3ème année ENSICAEN+M2, Validation des conditions d'irradiations sur la ligne IRRSUD.

2008 (avril-juin) Simon Lenoël, IUT Caen, Etude par Microscopie à Force Atomique de nanostructures créées par les ions du GANIL.

2009 (avril-juin) Nicolas Guillouet, Master1 Physique Université de Caen Basse Normandie, Evolution microstructurale sous irradiation de trois semi-conducteurs de type wurzite.

2009 (juin-aout) Mamour Sall, 4ieme année INSA Rennes, Evolution microstructurale sous irradiation de trois semi-conducteurs de type wurzite.

2011 (juillet) Benjamin Moyon (1ére année ENSICAEN) et Florent Moisy (1ère année Ecole de céramique de Limoges), Etude des stades de recuit de semi-conducteurs Wurtzites irradiés aux ions GANIL.

3. Participation à l'enseignement

2007 à 2011 IUT Caen Mesures Physiques
Réacteur nucléaire et cycle du combustible (14h)

Encadrement de projets
2008-2009: C. Girard, C. Sonnerfeld, Projet 3A matériaux ENSICAEN
2008-2009: C. Couratin, M. Roblin, Projet M2 physique
2009-2010: M. Gerhab, R. Delorme, Projet 3A matériaux ENSICAEN
2010-2011: A. Dubreuil, M. Lepesant, Projet 3A Matériau ENSICAEN

4. Participation à des jurys de thèse

1- Yaasiin Ramjauny
Directeur de thèse: A. Dunlop
Soutenue le 7 juillet 2010
Jury: Lionel Thomé, Marie-France Beaufort, Thierry Gacoin, Isabelle Monnet, Caroline Bonafos, Giancarlo Rizza, Annie Dunlop.
Sujet: A model system to give an insight into the behaviour of gold nanoparticules under ion irradiation

2- Alexis Quentin
Directeur de thèse Serge Bouffard
Soutenue le 9 décembre 2010
Jury: Rolly Gaboriaud, Thierry Allard, Wilfrid Prellier, David Simeone, Isabelle Monnet, Serge Bouffard
Sujet: Modifications structurales de spinelles sous irradiations.

3- Christophe Pierret
Directeur de thèse: Serge Bouffard
Soutenue le 19 Juillet 2011
Jury: Abdenacer Benyagoub, Serge Bouffard, Denis Buzardo, Rolly Gaboriaud, Bruno Canut, Laurent Maunoury, Isabelle Monnet, Brigitte Descamps.
Sujet: Comportements mécaniques et tribologiques du titane traité par implantation d'ions carbone et oxygène multichargés. Développement des moyens associés.

4- Ngoc-Long Do
Directeur de thèse: Dominique Gorse-Pomonti
Soutenance prévue le 21 novembre 2012
Jury: Lionel Thomé, Jacques Cousty, Thierry Gacoin, Yves Serruys, Nathalie Moncoffre, Enric Garcia-Caurel, Dominique Gorse, Isabelle Monnet
Sujet: oxydation sous irradiation du titane et du zirconium dans le domaine du MeV.

5. Liste des publications et communications

5.1 Publications dans des revues à comité de lecture

1- An improved gallium liquid metal ion source geometry for nanotechnology
J.J. Van-Es, J. Gierak, R.G. Forbes, V.G. Suvorov, T. Van-den-Berghe-T, P. Dubuisson, I. Monnet, A. Septier
Microelectronic Engineering **73** (2004) 132

2- Microstructural investigation of the stability under irradiation of oxide dispersion strengthened ferritic steels
I. Monnet, P. Dubuisson, Y. Serruys, M.O. Ruault, O. Kaitasov, B. Jouffrey
J. Nucl. Mater **335** (2004) 311

3- Creep-fatigue behaviour of an AISI stainless steel at 550 degrees C
M. Sauzay, M. Mottot, L. Allais, M. Noblecourt, I. Monnet, J. Périnet
Nucl. Eng Des. **232** (2004) 219

4- A statistical TEM investigation of dislocation channeling mechanism in neutron irradiated zirconium alloys
F. Onimus, I. Monnet, J.L. Bechade, C. Prioul, P. Pilvin
J. Nucl. Mater. **328** (2004) 165

5- Evidence of extended defects in pure zirconia irradiated by swift heavy ions
G. Baldinozzi, D. Simeone, D. Gosset, I. Monnet, S. Le Caër, L. Mazerolles
Phys. Rev. B **74** (2006) 132107

6- Creation of multiple nanodots by single ions
E. Akcöltekin, T. Peters, R. Meyer, A. Duvenbeck, M. Klusmann, I. Monnet, H. Lebius, M. Schleberger
Nature Nanotechnology **2** (2007) 290

7- Swift Heavy Ion Effects in Gallium Nitride
S. Mansouri, P. Marie, C. Dufour, G. Nouet, I. Monnet, H. Lebius, Z.Y.A.D. Benamara
Int. J. Nanoelectronics and Materials **1** (2008) 101

8- Field-Periodic Magnetoresistance Oscillations in Thin Graphite Single Crystals with Columnar Defects
Y.I. Latyshev, A.Y. Latyshev, A.P. Orlov, A.A. Shchekin, V.A. Bykov, P. Monceau, K. van der Beck, M. Kontsikovskii, I. Monnet
JETP Lett. **90** (2009) 480

9- Ion engineering of embedded nanostructures: From spherical to facetted nanoparticles
G. Rizza, E.A. Dawi, A.M. Vredenberg, I. Monnet
Appl. Phys. Lett. **95** (2009) 43105

10- Effect of pre-strain on creep of three AISI 316 austenitic stainless steels in relation to reheat cracking of weld affected zones
Q. Auzoux, L. Allais, C. Caës, I. Monnet, A.F. Gourgues, A. Pineau
J. Nucl. Mater. **400** (2010) 127

11- Irradiation damage in $Ti_3(Si,Al)C_2$ - a TEM investigation
M. Le Flem, X. Liu, S. Doriot, T. Cozzika, I. Monnet
Applied Ceramics Technology **7** (2010) 766

12- XRD investigation of ion irradiated $Ti_3Si_{0.9}Al_{0.1}C_2$
X. Liu, M. Le Flem, J.L. Bechade, F. Onimus, T. Cozzika, I. Monnet
Nucl. Instr. And Meth. in Phys. Res. B **268** (2010) 506

13- Nanoindentation investigation of heavy ion irradiated $Ti_3(Si,Al)C_2$

X.M. Liu, M. Le Flem, J.L. Béchade, I. Monnet
J. Nucl. Mat. **401** (2010) 149

14- Flux pinning in $PrFeAsO_{0.9}$ and $NdFeAsO_{0.9}F_{0.1}$ superconducting crystals.
C.J. van der Beek, G. Rizza, M. Konczykowski, P. Fertey, I. Monnet, T. Klein, R. Okazaki, M. Ishikado, H. Kito, A. Iyo, H. Eisaki, S. Shamoto, M.E. Tillman, S.L. Bud'ko, P.C. Canfield, T. Shibauchi, Y. Matsuda
Phys. Rev. B **81** (2010) 145517

15- Effect of radiation-induced amorphisation on Smectite dissolution
C. Fourdrin, T. Allard, I. Monnet, N. Menguy, M. Benedetti, G. Calas
Envion. Sci. Technol. **44** (2010) 2509

16-Phase transformations induced by high electronic excitation in ion irradiated $Gd_2(Zr_xTi_{1-x})_2O_7$ pyrochlores
G. Sattonnay, S. Moll, L. Thomé, C. Decorse, C. Legros, P. Simon, J. Jagielski,
I. Jozwik, I. Monnet
J. Appl. Phys. **108** (2010) 103512

17- Energy threshold for nanodot creation on $SrTiO_3$ by swift heavy ions
M. Karlusic, S. Akcöltekin, O. Osmani, I. Monnet, H. Lebius, M. Jaksic, M. Schleberger
New Journal of Physics **12** (2010) 043009

18- Structural changes induced by heavy ion irradiation in titanium silicon carbide
J.C. Nappé, I. Monnet, Ph. Grosseau, F. Audubert, B. Guilhot, M. Beauvy, M. Benabdesselam, L. Thomé
J. Nucl. Mater. **409** (2011) 53–61

19- Irradiation damage in $Gd_2Ti_2O_7$ single crystals: Ballistic versus ionization processes
S. Moll, G. Sattonnay, L. Thomé, J. Jagielski, C. Decorse, P. Simon, I. Monnet, W.J. Weber
Phys. Rev. B **84** (2011) 064115

20- Unzipping and folding of graphene by swift heavy ions
S. Akcoltekin, H. Bukowska, T. Peters, O. Osmani, I. Monnet, I. Alzaher, B. Ban d'Etat H. Lebius, M. Schleberger
Appl. Phys. Lett. **98** (2011) 103103

21- Rayleigh-like instability in the ion-shaping of Au–Ag alloy nanoparticles embedded within a silica matrix
G. Rizza, F. Attouchi, P-E. Coulon, S. Perruchas, T. Gacoin, I. Monnet, L. Largeau
Nanotechnology **22** (2011) 175305

22- Structure and Mechanical Properties of Swift Heavy Ion Irradiated Tungstenbearing Delta-phase Oxides $Y_6W_1O_{12}$ and $Yb_6W_1O_{12}$
M. Tang, T.A. Wynn, M.K. Patel, J. Won, I. Monnet, J.C. Pivin, N.A. Mara, K.E. Sickafus
J. Nucl. Mat. **425** (2012) 193

23- Formation of nanosized hills on Ti_3SiC_2 oxide layer irradiated with swift heavy ions
J.C. Nappé, I. Monnet, F. Audubert, Ph. Grosseau, M. Beauvy, M. Benabdesselam
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **270** (2012) 36

24- Effect of composition on the behavior of pyrochlores irradiated with swift heavy ions
G. Sattonnay, S. Moll, L. Thomé, C. Legros, A. Calvo, M. Herbst-Ghysel, C. Decorse, I. Monnet
Nucl. Instr. And Meth. in Phys. Res. B **272** (2012) 261

25- Phenomenological model for the formation of heterogeneous tracks in pyrochlores irradiated with swift heavy ions
G. Sattonnay, C. Grygiel, I. Monnet, C. Legros, M. Herbst-Ghysel, L. Thomé
Acta Materialia **60** (2012) 22

26- Correlation between implantation defects and dopants in Fe-implanted SiC
A. Declemy, A. Debelle, C. Dupeyrat, L. Thomé, I. Monnet, D. Eiyidi
Applied Physics A **106** (2012) 679

27- Amorphization of oxides in ODS steels materials by electronic stopping power
I. Monnet, C. Grygiel, M.L. Lescoat, J. Ribis
J. Nucl. Mater. **424** (2012) 12

28- A comparison between different oxide dispersion strengthened ferritic steel ongoing in situ oxide dissolution in High Voltage Electron Microscope
I. Monnet, T. Van den Berghe and Ph. Dubuisson
J. Nucl. Mater. 424 (2012) 204

29- Radiation damage of mesoporous silica thin films monitored by X-ray reflectivity and scanning electron microscopy
S. Dourdain, X. Deschanels, G. Toquer, C. Grygiel, I. Monnet, S. Pellet-Rostaing, A. Grandjean
J. Nucl. Mater. **427** (2012) 411

30- Rational description of the ion-beam shaping mechanism
G. Rizza, P. E. Coulon, V. Khomenkov, C. Dufour, I. Monnet, M. Toulemonde, S. Perruchas, T. Gacoin, D. Mailly, X. Lafosse, C. Ulysse, E. A. Dawi
Phys. Rev. B **86** (2012) 035450

31- Online *in-situ* X-ray diffraction setup for structural modification studies during swift heavy ion irradiation
C. Grygiel, H. Lebius, S. Bouffard, A. Quentin, J. M. Ramillon, T. Madi, S. Guillous, T. Been, P. Guinement, D. Lelièvre, I. Monnet,
Rev. Sci. Instrum. **83** (2012) 013902

32- Synergy between electronic and nuclear energy losses for color center creation in AlN
M. Sall, I. Monnet, C. Grygiel, B. Ban d'Etat, H. Lebius, S. Leclerc and E. Balanzat
Accepted in European Physics letters

5.2 Publications dans des actes de congrès avec comité de lecture

1- Behavior of an oxide dispersion strengthened ferritic steel irradiated in Phenix*
P. Dubuisson, R. Schill, M.P. Hugon, I. Grislin, J.L. Seran
Effects of radiation on materials: 18. international symposium West Conshohocken, PA (United States) American Society for Testing and Materials (1999) 882

2-Amorphization of sapphire induced by swift heavy ions: A two step process
A. Kabir, A. Meftah, J.P. Stoquert, M. Toulemonde, I. Monnet
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **266** (2008) 2976

3- Swift heavy ions effects in III–V nitrides
S. Mansouri, P. Marie, C. Dufour, G. Nouet, I. Monnet, H. Lebius
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **266** (2008) 2814

4- Effect of the energy deposition modes on the structural stability of pure zirconia
D. Simeone, G. Baldinozzi, D. Gosset, S. Lecaer, L. Mazerolles, I. Monnet, S. Bouffard
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **266** (2008) 3023

5- Structural evolution of SiC nanostructured and conventional ceramics under irradiation
A. Audren, I. Monnet, Y. Leconte, X. Portier, L. Thomé, M. Levalois, N. Herlin-Boime, C. Reynaud
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **266** (2008) 2806

6- Effects of electronic and nuclear interactions in SiC
A. Audren, I. Monnet, D. Gosset, Y. Leconte, X. Portier, L. Thomé, F. Garrido, A. Benyagoub, M. Levalois, N. Herlin-Boime, C. Reynaud
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **267** (2009) 976

7- Amorphisation of $ZnAl_2O_4$ spinel under heavy ion irradiation
A. Quentin, I. Monnet, D. Gosset, B. Lefrancois, S. Bouffard
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **267** (2009) 980

8- Damages induced by heavy ions in titanium silicon carbide: Effects of nuclear and electronic interactions at room temperature
J.C. Nappé, P. Grosseau, F. Audubert, B. Guilhot, M. Beauvy, M. Benabdesselam, I. Monnet
J. Nucl. Mater. 385 (2009) 304

9- Atom probe tomography of swift ion irradiated multilayers
J. Juraszek, A. Grenier, J. Teillet, E. Cadel, N. Tiercelin, I. Monnet, M. Toulemonde
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **267** (2009) 912

10- Defects creation in sapphire by swift heavy ions: A fluence depending process
A. Kabir, A. Meftah, J.P. Stoquert, M. Toulemonde, I. Monnet
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **267** (2009) 957

11-Structural disorder in sapphire induced by 90.3 MeV xenon ions
A. Kabir, A. Meftah, J.P. Stoquert, M. Toulemonde, I. Monnet, M. Izzerouken
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **268** (2010) 3195

12- Mechanical properties of fluorite-related oxides subjected to swift ion irradiation: pyrochlore and zirconia
G. Sattonnay, S. Moll, V. Desbrosses, V. Menvie Bekale, C. Legros, L. Thomé, I. Monnet
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **268** (2010) 3040

13- Disorder and flux pinning in superconducting pnictide single crystals
C.J. van der Beek, G. Rizza, M. Konczykowski, P. Fertey, I. Monnet, R. Okazaki, T. Kato, K. Hashimoto, M. Shimozawa, H. Shishido, M. Yamashita, M. Ishikado, H. Kito, A. Iyo, H. Eisaki, S. Shamoto, T. Shibauchi, Y. Matsuda
Physica C: Superconductivity **470** (2010) S385

14- Aharonov-Bohm effect on columnar defects in thin graphite and graphene
Yu.I. Latyshev, A.P. Orlov, E.G. Shustin, N.V. Isaev, W. Escoffier, P. Monceau, C.J. van der Beek, M. Konczykowski, I. Monnet
Journal of Physics: Conference Series **248** (2010) 012001

15- Swift heavy ion irradiation of pyrochlore oxides: Electronic energy loss threshold for latent track formation
S. Moll, G. Sattonnay, L. Thomé, J. Jagielski, C. Legros, I. Monnet
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **218** (2010) 2933

16- Amorphization of oxides in ODS materials under low and high energy ion irradiations
M.-L. Lescoat, I. Monnet, J. Ribis, P. Dubuisson, Y. de Carlan, J.-M. Costantini, J. Malaplate
J. Nucl. Mater. **417** (2011) 266

17- Stability of Nano-Oxides upon Heavy Ion Irradiation in an ODS Material
J. Ribis, M.-L. Lescoat, Y. de Carlan, J.-M. Costantini, I. Monnet, T. Cozzika, F. Delabrouille, J. Malaplate
J. Nucl. Mater. **417** (2011) 262

18- A new mini gas ionization chamber for IBA applications
A.M. Müller, A. Cassimi, M. Döbeli, M. Mallepell, I.Monnet, M.J. Simon, M. Suter, H.-A. Synal

Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **269** (2011) 3037

19- Effects of electronic energy loss on the behavior of $Nd_2Zr_2O_7$ pyrochlore irradiated with swift heavy ions
G. Sattonnay, L. Thomé, I.Monnet, C. Grygiel, C. Legros
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **286** (2012) 254

20- Damage in crystalline silicon by swift heavy ion irradiation
O. Osmani, I. Alzaher, T. Peters, B. Ban d'Etat, A. Cassimi, H. Lebius, I. Monnet, N. Medvedev, B. Rethfeld, M. Schleberger
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **282** (2012) 43

21- Structural irradiation damage and recovery in nanometric silicon carbide
D. Gosset, A. Audren, Y. Leconte, L. Thomé, I. Monnet, N. Herlin-Boime
Progress in Nuclear Energy **57** (2012) 52

22- HRTEM study of track evolution in 120-MeV U irradiated $Gd_2Ti_2O_7$
I. Jozwik-Biala, J. Jagielski, L. Thomé, B. Arey, L. Kovarik, G. Sattonnay, A. Debelle, I. Monnet
Nucl. Instr. And Meth. in Phys. Res. B **286** (2012)

5.3 Publications dans des actes de congrès sans comité de lecture

1- Stability under irradiation of a fine dispersion of oxides in a ferritic matrix
I. Monnet, P. Dubuisson
6th Russian conference on reactor material science Dimitrovgrad (Russian Federation) 11-15 Sep 2000;
GNTs RF NIIAR (2001) 29

2- Investigation of the Chooz-A nuclear power plant bolts
I. Monnet, G.M. Decroix, P. Dubuisson, J. Reuchet. O. Morlent
Fontevraud5 International symposium Fontevraud - Royal Abbey (France) 23-27 Sep 2002
Societe Francaise d'Energie Nucleaire - SFEN 2002 (v.1-2) 371

3- Modeling of the fatigue intragranular strain hardening of metals at high temperature with keeping up time
M. Sauzay, M. Mottot, M. Noblecourt, L. Allais, I. Monnet, J. Perinet
GFAC colloquium Metz (France) 9-10 Apr 2003

4- Comparative study of structural damage under irradiation in SiC nanostructured and conventional ceramics
Y. Leconte, I. Monnet, M. Levalois, M. Morales, X. Portier, L. Thomé, N. Herlin-Boime, C. Reynaud
European Congress on Advanced Materials and Processes (EUROMAT 2007), Allemagne

5- Irradiation effects on the microstructure and mechanical properties of silicon carbides
M. Ménard, M. Le Flem, L. Gelebart, I. Monnet, V. Basini, M. Boussuge
31st International Conference on Advanced ceramics and Composites, 2009, Daytona Beach, USA

6- Stabilité des oxydes sous irradiation aux ions de forte énergie dans les aciers ODS
M.-L. Lescoat, J. Ribis, I. Monnet, J.-M. Costantini, F. Delabrouille, Y. de Carlan
Matériaux 2010, Nantes, 18-22 octobre.

5.4 Notes techniques CEA

1- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure 19
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2337

2- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure 6
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2338

3- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure 11
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2339

4- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure 24
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2346

5- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure 34
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2347

6- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure 38
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2348

7- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure F6
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2349

8- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure 21
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2350

9- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure 20
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2355

10- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure 23
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2356

11- Examens au MET de soudures de réparation et d'une éprouvette fluée
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2357

12- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure D4
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2368

13- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure VS3
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue

NT-SRMA-1999-2369

14- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09), Examens MET de la soudure C1
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-1999-2370

15- Expertise du module n° 9 du surchauffeur du GV1 de la centrale Phénix (SC.1.09) Bilan des Examens MET
I . Monnet, P. Dubuisson, F. Le Naour
NT-SRMA-2000-2373

16- Expertise de la soudure 8 du module no 1 du surchauffeur du GV2 de la centrale Phénix (SC.2.01. N.RE)
I. Monnet, P. Dubuisson, M.P. Hugon, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-2000-2377

17- Stabilité sous irradiation de particules d'oxydes finement dispersées dans une matrice ferritique (article présenté au congrès international: "Russian conference on reactor material sciences 11-15 septembre 2000)
I. Monnet, P. Dubuisson
NT-SRMA-2001-2413

18- Durcissement sous irradiation des aciers austénitiques : mise au point d'une technique de préparation de lames minces de 1mm et étude paramétrique d'un modèle de dynamique d'amas.
J. Cavaignac, I. Monnet, C. Pokor, T. Van Den Bergue
NT-SRMA-2001-2414

19- Influence de l'irradiation neutronique sur le comportement des matériaux des sources. Synthèse bibliographique
I. Monnet, P. Dubuisson
NT-SRMA-2001-2444

20- Irradiation aux électrons de 1 MeV de zircone monoclinique
I. Monnet, P. Dubuisson, T. Van Den Bergue
CR-SRMA-2001-1652

21- Effet d'une onde de choc sur la microstructure du cuivre
I. Monnet, J.L. Bechade, J. Pelé
CR-SRMA-2002-1677

22- Fragilisation intergranulaire en relaxation des aciers inoxydables austénitiques: rapport d'avancement de 1ere année de these
Q. Auzoux, L. Allais, C. Caes, I. Tournié, I. Monnet, T. Van Den Bergue, B. Girard
NT-SRMA-2002-2493

23-Ségrégation intergranulaire induite par irradiation dans les aciers austenitiques.
I. Monnet, A. Meunier, P. Dubuisson
NT-SRMA-2003-2523

24- Etude de l'influence du temps de maintien sur la microstructure d'un acier 316 sollicité en fatigue à 550°C
I. Monnet, J. Périnet
DMN-SRMA-LA2M-NT-2003-2575-A

25- Mécanisme de déformation des alliages de Zr irradiés. Bilan et synthèse préliminaires des observations MET réalisées
S. Doriot, B. Verhaeghe, I. Monnet, F. Onimus, D. Gilbon, J.L. Bechade

DMN-SRMA-LA2M-NT-2004-2607-A

26- Etude de la fatigue d'un acier inoxydable aux faibles niveaux de chargement. Rapport d'avancement n°1
L. Vincent, I. Monnet, G. Perez, P. Wident
DMN-SRMA-LC2M-NT-2004-2608-A

27- Transmission Electron Microscopy examinations on a PE16 fuel pin irradiated in PFR
I. Monnet, T. Van Den Bergue
DMN-SRMA-LA2M-NT-2004-2615

28- Creep fatigue behaviour of an AISI stainless steel at 550° C
M. Sauzay, M. Mottot, M. Noblecourt, I. Monnet, J. Périnet, L. Allais
DMN-SRMA-LC2M-NT-2004-2686-A

29- XRD investigation of ion irradiated $Ti_3(Si,Al)C_2$
J.L. Bechade, T. Cozzika, I. Monnet, F. Onimus, X. Liu
DMN-SRMA-LA2M-PU-2010-3098-A

5.6 Communications orales

1- Stabilité sous irradiation de particules d'oxydes finement dispersées dans des alliages ferritiques
I. Monnet, P. Dubuisson, B. Jouffrey
Atelier PAMIR avril 2008.

2- Surface modification of Ti_3SiC_2 under heavy ion irradiation
I. Monnet, X.M. Liu, J.C. Nappe, M. Le Flem, Ph. Grosseau, F. Audubert, Y.C. Zhou,
17th international conference on Swift Heavy Ions on Materials, Lyon, 2-5 june 2008.

3- Amorphisation et modifications structurales de $ZnAl_2O_4$ sous irradiation dans le régime des excitations électroniques intenses
A. Quentin, I. Monnet, S. Bouffard, D. Gosset
Colloque Matériaux 2010, Nantes, 18-22 octobre 2010

4- In-situ optical absorption of GaN and AlN during swift heavy ion irradiation at low temperature
M. Sall, I. Monnet, C. Grygiel, B. Ban d'Etat, H. Lebius, S. Leclerc, E. Balanzat
16th International congress on Radiation Effects on Insulators, REI16, Beijing 14-19th August 2011

5.7 Communications par poster

1. Surface modifications of Ti_3SiC_2 under heavy ion irradiation
I. Monnet, X.M. Liu, J.C. Nappe,
17th International Workshop on Inelastic Ion-Surface Collisions (IISC-17), Porquerolles 2008

2. Swift heavy ions effects in III V nitrides
S. Mansouri, I. Monnet, H. Lebius, G. Nouet,
14th international conference on Radiation Effects in Insulators, Caen 2007

5.8 Communications (participation, les communications orales sont repérées par *, l'orateur est souligné)

1- Approche micromecanique de la plasticité des alliages de zirconium irradiés*
F. Onimus, I. Monnet, J.L. Bechade, C. Prioul, P. Pilvin,
Colloque PLASTICITE 2003, Lille Villeneuve d'Ascq 24-26 Mars 2003.

2- An improved gallium liquid metal ion source geometry for nanotechnology*
J.J. Van Es, J. Gierak, R.G. Forbes, V.G. Suvorov, T. Van den Berghe, P. Dubiusson, I. Monnet, A. Septier
Micro&Nano engineering 2003

3- Cyclically induced softening due to low-angle boundary annihilation in a martensitic steel*
M. Sauzay, H. Brillet, I. Monnet, M. Mottot, F. Barcelo, B. Fournier, A. Pineau
Dislocations 2004

4- SiC, TiC and ZrC Nanostructured ceramics: elaboration and potentialities for nuclear applications*
Y. Leconte, M. Leparoux, A. Audren, I. Monnet, L. Thomé, A. Swiderska-sroda, S. Gierlotka, S. Le Gallet, X. portier, M. Levallois, N. Herlin-Boime, C. Reynault
MRS annual fall meeting 2007.

5- Effect of the energy deposition modes on the structural stability of pure zirconia*
D. Simeone, G. Baldinozzi, D. Gosset, S. LeCaër, L. Mazerolles, I. Monnet, S. Bouffard
14th international conference on Radiation Effects in Insulators, Caen 2007.

6- Amorphisation of sapphire induced by swift heavy ions: a two step process
A. Kabir, A. Meftah, J.P. Stoquert, M. Toulemonde, I. Monnet

14th international conference on Radiation Effects in Insulators, Caen 2007.

7- Structural evolution of SiC nanostructured and conventional ceramics under irradiation
Y. Leconte, A. Audren, N. Herlin-Boime, X. Portier, M. Levalois, I. Monnet, L. Thomé
14th international conference on Radiation Effects in Insulators, Caen 2007.

8- Irradiation de Ti_3SiC_2 aux particules chargées : effet sur la dureté et la microstructure*
X. Liu, M. Le Flem, J.L. Bechade, T. Cozzika, S. Doriot, I. Monnet, Y. Zhou
colloque 3M, INSTN, 2-3 juin 2008

9- Amorphisation of $ZnAl_2O_4$ spinel under heavy ion irradiation
A. Quentin, I. Monnet, D. Gosset, B. Lefrançois, S. Bouffard,
17th international conference on Swift Heavy Ions on Materials, Lyon, 2-5 june 2008.

10- Effect of electronic and nuclear interactions in SiC
A. Audren, I. Monnet, D. Gosset, Y. Leconte, X. Portier, L. Thomé, F. Garrido, A. Benyagoub, M. Levalois, N. Herlin-Boime, C. Reynaud
17th international conference on Swift Heavy Ions on Materials, Lyon, 2-5 june 2008

11- Defect creation in sapphire by swift heavy ions : a fluence depending process
A. Kabir, A. Meftah, J.P. Stoquert, M. Toulemonde, I. Monnet
17th international conference on Swift Heavy Ions on Materials, Lyon, 2-5 june 2008.

12- Atom probe tomography of swift ion irradiated multilayers*
J. Juraszek, A. Grenier, J. Teillet, E. Cadel, N. Tiercelin, I. Monnet, M. Toulemonde
17th international conference on Swift Heavy Ions on Materials, Lyon, 2-5 june 2008

13- Investigation of swift ions damage in wide band gap wurtzite semiconductors *
S. Mansouri, I. Monnet, H. Lebius, G. Nouet, P. Ruterana
EMC 2008.

14- Comparison of microstructural changes in $ZnAl_2O_4$ spinel under ion irradiation in the electronic and in the nuclear energy loss regime*
A. Quentin, I. Monnet, D. Gosset, D. Simeone, L. Hervé, C. Trautmann, S. Bouffard
Radiation Effects on Insulators, Padova, 30 august - 4 september 2009.

15- Comparison of the stability of different oxides under electron irradiation in martensitic ODS steels
I. Monnet, P. Dubuisson, J. Ribis, Y. De Carlan
TMS 2009, San Francisco.

16- Stability under ion and electron irradiation of oxide particules in ferritic alloys*
J. Ribis, I. Monnet, Y. De Carlan, L. Boulanger, P. Trocellier, Y. Serruys
TMS 2009, San Francisco.

17- Ion beam deformation of Au nanoparticules irradiated with swift heavy ions*
G. Rizza, I. Monnet, E.A. Dawi, A.M. Vredenberg
International Conference on Ion Beam Modifications on Materials, 2009.

18- Comparison of microstructural changes in $ZnAl_2O_4$ spinel under ion irradiation in the electronic and in the nuclear energy loss regime*
A. Quentin, I. Monnet, S. Bouffard, D. Gosset
MRS, fall Meeting, Boston, 2009

19- MeV Heavy ion transmission through glass capillaries: "Macro-channeling in micro-capillaries"
C.L. Zhou, A.Cassimi, A. Benyagoub, C. Grygiel, S. Guillous, H. Lebius, D. Lelievre, T. Madi, A. Mery, I. Monnet, J.M.R. Ramillon, F. Ropars, T. Ikeda, Y. Yamazaki, H. Shiromaru, M. Simon, A. Mueller, M. Doebeli
HCI2010, Shanghai.30 Aout, 4 septembre 2010

20- Comparative Study of Structural Damage Under Irradiation in SiC Nanostructured and Conventional Ceramics*
Y. Leconte, I. Monnet, M. Levalois, M. Morales, X. Portier, L. Thomé, N. Herlin-Boime, C. Reynaud

21- Effets d'irradiation dans les oxydes de structure pyrochlore : influence de la composition*
G. Sattonay, S. Moll, L. Thomé, C. Legros, C. Decorse, P. Simon, I. Monnet
Colloque Matériaux 2010, Nantes, 18-22 octobre 2010

22- Effets des ionteractions électroniques et nucléaires dans les céramiques SiC conventionnelles et nanostructurées irradiées aux ions lourds*
Y. Leconte, A. Audren, G. Baldinozzi, I. Monnet, A. Benyagoub, L. Thomé, F. Garrido, X. Portier, D. Simeone
Colloque Matériaux 2010, Nantes, 18-22 octobre 2010

23- Propriétés thermomécaniques de fibres SiC*
C. Colin, V. Falanga, M. Maxel, K. Shimoda, D. Gosset, L. Gelebart, S. Bosonnet, C. Cabet, I. Monnet
Colloque Matériaux 2010, Nantes, 18-22 octobre 2010

24- Stabilité des oxydes sous irradiations aux ions de fortes énergie dans les aciers ODS*
M.L. Lescoat, J. Ribis, I. Monnet, J.-M. Costantini, F. Delabrouille, Y. de Carlan
Colloque Matériaux 2010, Nantes, 18-22 octobre 2010

25- Surface modification of InN during rare earth implantation at 300 keV*
B. Lacroix, K. Lorenz, E. Alves, M. Sall, I. Monnet, P. Ruterana, A.Syrkin
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

26- Structural Evolution of SiC Nanostructured and Conventional Ceramics under Irradiation*
Y. Leconte, A. Audren, I. Monnet, D. Gosset, D. Simeone
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

27- Plasmon mapping of individual ion-shaped nanoparticles
P.-E. Coulon, G.Rizza, A.Slablab, S.Perruchas, T.Gacoin, I.Monnet, C.Dufour, J.Cardin, F. Gourbilleau, M. Kociak, A. Mouti, P. Stadelmann
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

28- Damage in crystalline silicon by swift heavy ion irradiation*
O. Osmani, I. Alzaher, T. Peters, B. Ban d'Etat, A. Cassimi, H. Lebius, I. Monnet, N. Medvedev, B. Rethfeld, M. Schleberger
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

29- Is the complete melting of nanocrystals always necessary for the ion-shaping process?*
G. Rizza, P.E. Coulon, S. Perruchas, T. Gacoin, E.A. Dawi, A.M. Vredenberg, I. Monnet, V. Khomenkov, C. Dufour, J. Cardin, F. Gourbilleau
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

30- In-situ X-Ray diffraction for ionic-covalent material study under swift heavy ion irradiation
C. Grygiel, I. Monnet, A. Quentin, H. Lebius, T. Madi, J.M. Ramillon, S. Guillous, D. Leliévre, D. Levavasseur, S. Bouffard
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

31- III-V nitride semiconductors under swift heavy ion irradiation: in-situ optical absorption and structural changes
M. Sall, I. Monnet, S. Leclerc, C. Grygiel, H. Lebius, B. Ban d'Etat, E. Balanzat
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

32- Implantation temperature and swift heavy ion irradiation effects in Fe-implanted SiC*
A. Debelle, C. Dupeyrat, A. Declémy, L. Thomé, D. Dompoint, A. Boulle F. Garrido, I. Monnet, D. Eyidi. D. Chaussende
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

33- Impact of microstructure on the irradiation resistance of a rare earth rich borosilicate glass-ceramic*
N. Chouard, D. Caurant, O. Majérus, J-L. Dussossoy, S. Peuget, R. Baddour-Hadjean, J-P. Pereira-Ramos, C. Grygiel, I. Monnet
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

34- Effect of composition on the track structure in pyrochlores irradiated with swift heavy ions
G. Sattonnay, L. Thomé, S.Moll, C. Legros, C. Decorse, I. Monnet, C. Grygiel
EMRS spring meeting 2011, Nice, 9-14 Mai 2011

35- Etude de cinétiques de transitions de phases induites par excitation Electronique*
C. Grygiel, I. Monnet, H. Lebius, S. Bouffard, A. Quentin, T. Madi, J.M. Ramillon, S. Guillous, D. Lelièvre, P. Guinement, T. Been
Journée thématique interne "Irradiation : neutrons, ions, électrons et photons" à l'IRAMIS, Orme de Merisiers, 18 novembre 2011

36- In-situ optical absorption of GaN and AlN during swift heavy ion irradiation at low temperature*
M. Sall, I. Monnet, C. Grygiel, B. Ban d'Etat, H. Lebius, S. Leclerc, E. Balanzat
Journées GSI-CIMAP- 27 octobre2011- Maison d'Hôtes, GANIL Caen

37- Comportement des semi-conducteurs III-N sous implantation ionique de terres rares*
B. Lacroix, P. Ruterana, S. Leclerc, C. Grygiel
Journée CPAMIR – 19 octobre 2011 – LSI Ecole Polytechnique

38- In-situ optical absorption of GaN and AlN during swift heavy ion irradiation at low temperature*
M. Sall, I. Monnet, C. Grygiel, B. Ban d'Etat, H. Lebius, S. Leclerc, E. Balanzat
Journée CPAMIR – 19octobre 2011 – LSI Ecole Polytechnique

39- In-situ X-Ray diffraction during swift heavy ion irradiation*
C. Grygiel, I. Monnet, A. Quentin, H. Lebius, T. Madi, J. M. Ramillon, S. Guillous, D. Leliévre, P. Guinement, T. Been, S. Bouffard
Colloque Ganil – Belgodère Corse - 26-30 Septembre 2011

40- In-situ X-Ray diffraction for ionic-covalent material study under swift heavy ion irradiation
C. Grygiel, I. Monnet, A. Quentin, H. Lebius, T. Madi, J.M. Ramillon, S. Guillous, D. Lelièvre, D. Levavasseur, S. Bouffard, G. Baldinozzi, D. Simeone, D. Gosset
McANES-2011 Summer school, Beijing 21-26th August 2011

41- In-situ X-Ray diffraction during swift heavy ion irradiation*
C. Grygiel, I. Monnet, A. Quentin, H. Lebius, T. Madi, J. M. Ramillon, S. Guillous, D. Leliévre, P. Guinement, T. Been, S. Bouffard
REI 16 Beijing 14-19th August 2011

42-Phenomenological model for the formation of heterogeneous track structures by swift heavy ion irradiation: application to the amorphization of pyrochlores*
G. Sattonnay, L. Thomé, I. Monnet, C. Grygiel, M. Herbst-Ghysel, P.
Simon, C. Legros, C. Decorse, S. Moll
REI 16 Beijing 14-19th August 2011

43- A rational description of the ion-beam shaping mechanisms*

G. Rizza, P-E. Coulon, S. Perruchas, T. Gacoin, I. Monnet, C. Dufour, V. Khomenkov, M. Toulemonde, D. Mailly
The 18th international conference on ion beam modifications of materials, 2/7 sept, 2012 Qingdao, China

44- Application of the inelastic thermal spike model to GaN and AlN irradiated with tens of MeV fullerenes clusters*
M. Sall, S. Leclerc, I. Monnet, S. Della Negra, M. Toulemonde, E. Balanzat
The 18th international conference on ion beam modifications of materials, 2/7 sept, 2012 Qingdao, China

45- Plasmonic properties of ion-beam shaped nanoparticules*
P-E. Coulon, A. Slabab, S. Perruchas, T. Gacoin, I. Monnet, J. Cardin, A. Fafin, C. Dufour, A. Losquin, M. Kociak, D. Mailly, X. Lafosse, C. Ulysse, G. Rizza
The 18th international conference on ion beam modifications of materials, 2/7 sept, 2012 Qingdao, China

46- Color center creation in swift heavy ion irradiated AlN
M. Sall, I. Monnet, C. Grygiel, B. Ban d'Etat, H. Lebius, S. Leclerc, E. Balanzat
The 18th international conference on ion beam modifications of materials, 2/7 sept, 2012 Qingdao, China

6. Organisation de congrès et formation

17th International Workshop on Inelastic Ion-Surface Collisions (IISC-17)
22-26 septembre 2008, Porquerolles, France, Membre du Comité local d'organisation

14th International conference on Radiation Effects in Insulators (REI-14)
Août 2007, Caen, France, Membre du Comité local d'organisation

Ecole d'été PAMIR irradiation
Juin 2009, La Londe les Maures, France, Membre du Comité local d'organisation

Synthèse des travaux de recherche

Introduction

La rédaction d'une Habilitation à Diriger les Recherches permet de faire le point et d'analyser l'évolution de ses thématiques de recherches. Même si certains changements sont importants, une véritable cohérence apparaît toujours. Toutes les expériences apportent, quelques années plus tard parfois, des inflexions dans nos stratégies de recherche et nourrissent nos capacités d'encadrement de jeunes chercheurs.
Ainsi, malgré le tournant majeur que j'ai effectué en rejoignant le Centre de recherches sur les Ions, les Matériaux et la Photonique (CIMAP) et qui m'a demandé un temps de mise à niveau dans certains sujets (excitation électronique intense alors que je n'avais travaillé que sur les collisions balistiques, matériaux céramiques au lieu de matériaux métalliques) tout ce que j'ai appris lors de mes années au Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA) m'a servi pour construire un projet de recherche et pour développer les équipements (ou l'accès aux équipements) dont j'avais besoin. Après plus de 8 ans, les évolutions de l'environnement de la recherche au CIMAP, en particulier le succès de l'equipex GENESIS, me rapprochera plus encore de mes premières thématiques. En effet, j'ai participée récemment à une thèse sur le comportement sous irradiation de nouveaux matériaux ODS (Marie-Laure Lescoat), thème de ma thèse de doctorat, et une nouvelle thèse (Denis Menut, encadrée par Magali Morales, chercheur au CIMAP) porte sur l'analyse des ODS sur la ligne MARS du synchrotron SOLEIL.

Finalement, depuis ma thèse, j'ai utilisé des irradiations expérimentales, aux ions ou aux électrons, afin de reproduire et de pouvoir décrire finement les évolutions microstructurales induites par irradiation en réacteur (ou lors d'utilisation dans l'espace, ou dans les procédés de fabrication). Dans ce manuscrit, j'ai choisi de présenter certains de mes travaux de recherche, non pas chronologiquement, mais en les séparant en deux thématiques principales. La première concerne la caractérisation microstructurale de matériaux irradiés et le lien entre la microstructure observée et l'évolution de certaines propriétés macroscopiques. La seconde concerne la compréhension des mécanismes induisant ces évolutions microstructurales.

En lien avec le travail de physicien d'accueil qui m'a permis de tisser des collaborations sur des sujets un peu éloigné de ma recherche propre, j'ai également développée une thématique autour de l'utilisation des ions pour nanostructurer les matériaux (je ne la détaillerai pas dans la suite du document, les publications les plus représentatives sur ce sujet sont jointes en annexe).

Chapitre I

Evolution de la microstructure sous irradiation et lien avec l'évolution des propriétés d'usage

La démarche actuelle pour prédire le comportement des composants en service est d'adopter une démache multi-échelle. Par exemple, dans le cas de la modélisation des matériaux irradiés, l'idée est de pouvoir coupler les simulations numériques depuis le calcul ab-initio de la structure des défauts jusqu'à la modélisation du comportement mécanique. Le programme européen PERFECT (2002-2006), coordonné par EDF, a par exemple adopté cette démarche pour les aciers de cuve et les structures internes des REP [Bugat 10]. Le schéma ci-dessous (figure I.1) montre le principe de cette démarche.

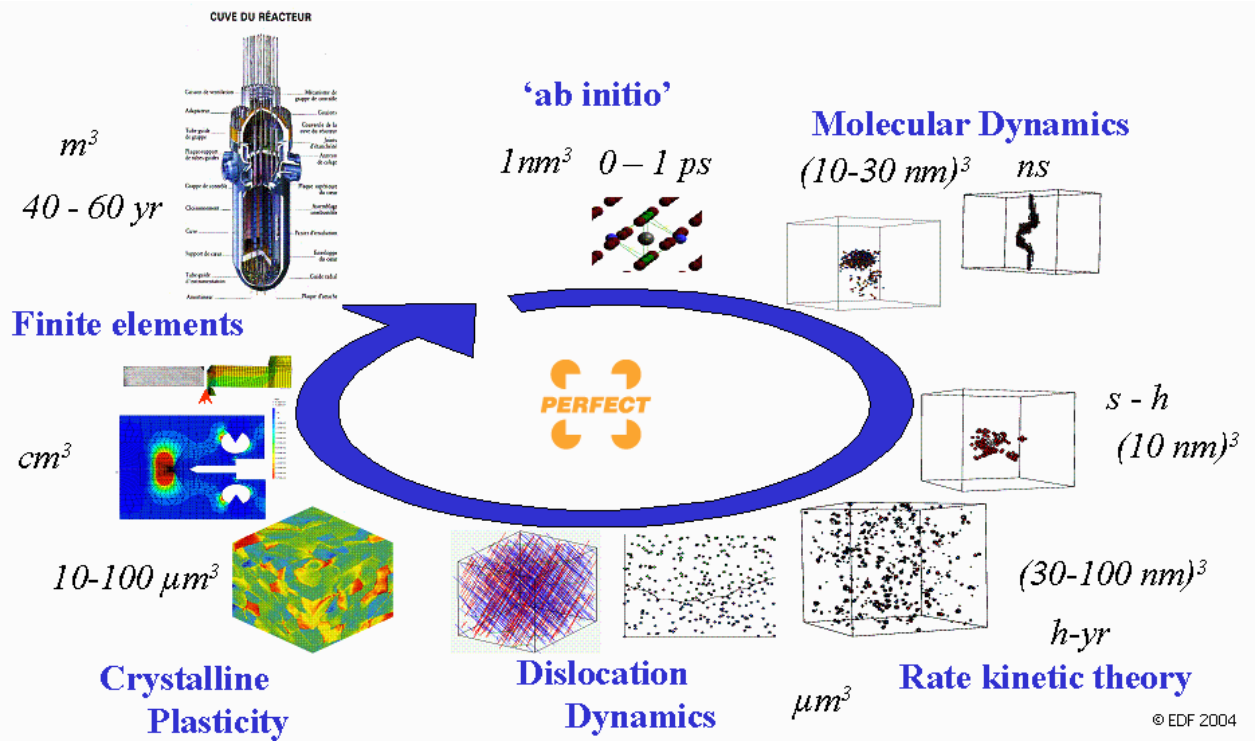


Figure I.1 : Approche multi-échelle proposée dans le cadre du projet européen PERFECT.

Dans cette démarche, l'idée est de pouvoir utiliser des simulations basées sur des ingrédients microstructuraux de plus en plus détaillés et non plus d'utiliser des modèles phénoménologiques basés sur un grand nombre d'essais et sur le retour d'expérience. Les observations microstructurales sont alors indispensables pour valider ou susciter des modélisations. Seul un couplage des modèles, à différentes échelles, peut permettre d'avoir une simulation du comportement mécanique macroscopique sur des bases physiques.

Dans ce cadre, l'utilisation d'irradiations expérimentales est très utile, à la fois pour décrire les premiers stades de l'endommagement, étudier l'évolution des défauts d'irradiation en fonction de la fluence ou de la température, mais également pour pouvoir « tester des microstructures ». Pour ce dernier aspect, seule la microstructure compte et non le moyen de l'obtenir. Ainsi, même si les mécanismes à l'origine des modifications structurales sont différents, il peut être utile d'utiliser des irradiations aux ions de fortes énergies cinétiques afin de pouvoir modifier la microstructure sur des profondeurs importantes. Dans ce dernier cas, il ne s'agit pas de comprendre l'évolution structurale sous irradiation puisque les mécanismes mis en jeu sont différents, mais d'aboutir à une microstructure identique (ce qu'il faut vérifier) afin de pouvoir tester l'influence de cette microstructure sur le comportement macroscopique. Evidement, l'utilisation d'essais mécaniques sur matériaux irradiés en réacteur reste indispensable pour valider les modélisations.

La plupart de mes activités de recherche au SRMA se rapportait à cette thématique, je les détaillerai dans la suite de ce chapitre (§I.1 et §I.2). J'ai également effectué quelques observations ponctuelles afin d'expliquer le comportement de matériaux non irradiés mais soumis à d'autres sollicitations (fatigue/fluage [Auzoux 01, Sauzay 02, Auzoux 10, Vincent 04] ou déformation par onde de choc [Monnet 02]). Depuis que j'ai rejoint le CIMAP, j'ai également poursuivi ce type d'étude, sur le Ti_3SiC_2 (voir §I.3) ou le SiC.

I.1. Mécanismes de déformation des alliages de zirconium irradiés (Thèse de F. Onimus)

Les alliages de zirconium sont utilisés pour le gainage du combustible dans les réacteurs nucléaires, ils sont donc la première barrière de sécurité vis-à-vis de la dissémination d'éléments radioactifs. La prédiction de leur comportement mécanique, notamment après irradiation, est donc très importante. Les mécanismes de déformation plastique des alliages de zirconium irradiés étaient alors peu connus.

Contexte

Afin de disposer d'une description du comportement mécanique des alliages de zirconium irradiés, de nombreux essais mécaniques (écrouissage, fluage, relaxation) sont réalisés sur des alliages de zirconium irradiés en réacteur expérimental ou en réacteur de puissance (REP), sous forme de tôle ou de tube. Des modèles macroscopiques sont ensuite identifiés à partir de cette base d'essais, permettant la prédiction du comportement dans le domaine de température et de dose de la base d'essais. Afin d'améliorer le caractère prédictif des lois identifiées, une approche micromécanique avait été entreprise dans le cas des alliages de zirconium non irradié [Geyer 99, Brenner 01]. Celle-ci avait permis de prédire le comportement mécanique de différents alliages de zirconium, de texture variable et pour des trajets de chargement complexes. Cette démarche n'avait pas été étendue aux alliages de zirconium irradiés, en grande partie par méconnaissance des mécanismes de déformation plastique.
Les objectifs de la thèse de Fabien Onimus étaient de caractériser et de comprendre les mécanismes de déformation plastique des alliages de zirconium sous irradiation et de proposer une modélisation micromécanique prenant en compte les mécanismes de déformation identifiés ainsi que leur influence sur le comportement macroscopique. La démarche expérimentale est basée sur une étude statistique en Microscopie Electronique en Transmission (MET) de la microstructure observée après irradiation aux neutrons. Pour compléter cette base expérimentale, des essais de traction in-situ dans un MET ont été réalisés sur un alliage irradié aux ions, afin d'observer l'interaction dislocation/défauts d'irradiation.
Cette analyse expérimentale approfondie a permis la mise en place d'une démarche multi-échelle prenant en compte les mécanismes physiques identifiés expérimentalement. Elle débute par l'analyse des mécanismes d'interaction entre les dislocations et les boucles issues de l'irradiation. Les lois issues de cette analyse sont ensuite introduites dans des simulations par éléments finis au niveau d'un grain en inclusion dans une matrice. Puis, la microstructure du matériau irradié est décrite sommairement afin de pouvoir utiliser un modèle analytique simplifié. Basé sur ces différentes analyses, un modèle micromécanique a été proposé [Onimus 04]. N'ayant encadré que la partie expérimentale de cette thèse, je ne détaillerai pas la modélisation dans la suite de ce manuscrit.

Durcissement des alliages de zirconium sous irradiation et localisation de la déformation – Synthèse bibliographique des travaux antérieurs

L'irradiation neutronique induit de nombreuses évolutions microstructurales dans les alliages de zirconium [Lemaignan 94]. Ainsi, les précipités présents peuvent être amorphisés et/ou partiellement

dissous sous irradiation. Des précipitations forcées peuvent également apparaître. Mais le changement ayant le plus d'influence sur les modifications du comportement mécanique est la présence d'amas de défauts ponctuels. Dans les alliages de zirconium, il s'agit essentiellement d'amas plans de lacunes ou d'interstitiels se présentant sous la forme de disques, des boucles de dislocations. Très peu de cavités ont été observées. A faible fluence, seules les boucles <a> (boucle interstitielle ou lacunaire, parfaite, de vecteur de burger 1/3 $<11\bar{2}0>$ et situées dans les plans prismatiques) sont présentes alors qu'à plus fortes fluences des boucles <c> (grande boucles lacunaires dans les plans de base et de vecteur de burger 1/6 $<20\bar{2}3>$) apparaissent.
Du point de vue des propriétés mécaniques, il est admis que l'effet principal de l'irradiation est de créer une grande densité de petites boucles de dislocations <a> parfaites (et donc glissiles sur leur cylindre) contenues dans les plans prismatiques. Celles-ci font obstacle au mouvement des dislocations à la manière des dislocations de la forêt, par création de jonctions attractives. Le diamètre des boucles <a> est de l'ordre de 5 à 10 nm (pour une température d'irradiation comprise entre 250°C et 350°C) et leur densité augmente très rapidement en début d'irradiation pour saturer vers quelques $1.10^{22}m^{-3}$ (E>1MeV) pour une dose de 1 à $5.10^{24}n/m^2$ (ce qui correspond à un endommagement de l'ordre de 1 dpa). Cela induit un fort durcissement du matériau qui sature également autour de $5.10^{24}n/m^2$ et une forte diminution de l'allongement réparti. Cette perte de ductilité apparente est liée à la localisation précoce de la déformation dans des bandes de cisaillement, à l'échelle de l'éprouvette, le matériau ne devenant pas réellement fragile, comme l'indique le faciès de rupture qui reste ductile à cupules.

Cependant, pour une contrainte appliquée suffisante, les boucles de dislocations faisant obstacle au mouvement des dislocations peuvent être annihilées ou balayées par différents mécanismes, donnant lieu ainsi à des zones préférentielles de glissement pour les dislocations suivantes. Ce mécanisme de canalisation a été observé pour de nombreux matériaux [Wechsler 73, Hirsch 76] et pour les alliages de zirconium [Coleman 72, Regnard 02]. Avant cette étude, il y avait peu d'analyses des systèmes de glissement impliqués dans cette canalisation, les études détaillées étant contradictoires (trace de glissement essentiellement dans les plans de base pour Regnard 98 et dans les plans prismatiques pour Adamson 86).
Une première étape a été de vérifier que le mécanisme de canalisation était bien le mécanisme prépondérant et d'identifier les plans de glissements associés. Pour cela, nous avons étudié des éprouvettes déformées sous diverses sollicitations (traction sens travers, pression interne, traction axiale) et sous diverses géométries, afin d'éviter tout artefact lié à des géométries d'éprouvettes particulières facilitant la localisation ou à une texturation. Il est également très important de regarder une grande quantité de grains et d'y quantifier le nombre et la largeur des canaux afin de vérifier si toute la déformation peut y être localisée. En effet, des études précédentes, loin de la zone des bandes de cisaillement, concluaient à une très faible proportion de grains présentant une localisation [Regnard 1998, Onchi 1980, Williams 74]. Il est également important de vérifier qu'il existe bien une déformation homogène à l'échelle de l'éprouvette avant la localisation dans les bandes de cisaillement et de montrer si la canalisation intervient dans cette étape et si elle constitue le mécanisme de déformation prépondérant.

Observations en MET [Onimus 04b]

Les lames minces observées dans cette étude sont issues de 5 éprouvettes irradiées utilisées pour des essais mécaniques (également exploités dans cette étude). Les essais mécaniques ont été réalisés en cellule blindée (au CEA de Grenoble ou de Saclay). Le tableau I.1 récapitule les différentes éprouvettes et leur condition d'irradiation.
Les lames minces ont été préparées en cellule blindée par télémanipulateur puis en boite à gants pour le polissage électrolytique et transférées au SRMA pour observation dans le MET.

Eprouvette	matériaux	Essai	géométrie	réacteur	Fluence (n/m^2)*	température
A	Zy-4	Traction interrompu 350°C	Tôle 1mm plan DT-DL	Siloé	$0.6x10^{25}$	280°C
B	Zy-4	Traction à rupture 350°C	Tôle 10mm plan DT-DN	Siloé	$0.6x10^{25}$	280°C
C	M5	Pression interne 350°C – éclatement	Gaine	REP	$12x10^{25}$	350°C
D	Zy-4	Pression interne 35°C interrompu	Gaine	OSIRIS	$0.4x10^{25}$	350°C
E	M5	Traction axiale 350°C	Gaine	REP	$12x10^{25}$	350°C

** fluence de neutrons d'énergie supérieure à 1 MeV. Une fluence de 5.10^{24} n/cm^2 correspond à un endommagement de l'ordre de 1 dpa.*

Tableau I.1 : Eprouvettes étudiées au cours de cette étude- Condition d'irradiation et nature de l'essai

Les lames minces ont été préparées en cellule blindée par télémanipulateur puis en boite à gants pour le polissage électrolytique et transférées au SRMA pour observation dans le MET. Afin de pouvoir repérer la direction de sollicitation, un méplat a été réalisé. Le blindage de la colonne du microscope est suffisant pour assurer la radioprotection de l'utilisateur. Pour chaque lame mince, tous les grains de zones choisies arbitrairement ont été analysés. La première étape consistait à orienter chaque grain par rapport au repère de la lame mince en relevant l'orientation d'au moins deux axes de zone. La deuxième étape consistait à vérifier la présence ou non de canaux en balayant tout le domaine angulaire accessible (±45°, ±30°). Le plan de canalisation, le nombre et la largeur des canaux ont été systématiquement étudiés.

Pour déterminer le plan de canalisation nous avons analysé la trace des canaux sur la projection stéréographique, mais dans certains cas une ambiguïté peut persister. Nous avons également noté les angles de tilt pour lesquels le contraste entre le canal et la matrice environnante était maximal. Cette situation correspond au cas où le faisceau d'électron est parallèle au plan de canalisation, il permet de lever toutes les ambiguïtés sur l'indexation du système de glissement activé pour la création des canaux.

Dans les tôles recristallisées, les axes <c> sont contenus dans le plan DT-DN, inclinés par rapport à la direction DN d'un angle proche de 30°. Dans les gaines, les axes <c> sont orientés d'environ 30° autour de la direction radiale du tube, dans le plan transverse-radial. Il est donc à noter que pour certains grains il n'est pas possible d'orienter le plan de base parallèlement au faisceau d'électron, on ne peut, dans ce cas, être certains de l'absence de canaux dans ces grains. L'éprouvette B, elle, est bien orientée pour pouvoir observer la canalisation, elle permettra de valider les observations effectuées sur les autres éprouvettes, en particulier la proportion de grains contenant des canaux.

Pour toutes les éprouvettes, la microstructure est typique de celle des alliages de zirconium irradiés, se caractérisant essentiellement par une grande densité de petites boucles de dislocation <a>, leur diamètre a été estimé à environ 8 nm de diamètre. La densité à saturation est atteinte, elle est de l'ordre de 2 à 5.10^{22} m^{-3}, d'après la littérature. Pour les éprouvettes plus fortement irradiées (C et E), des boucles <c> ont également été mise en évidence, ce qui est en accord avec les données de la littérature (apparition au-delà de 3.10^{25} n/m^2, Lemaignan 94). Le fort contraste induit par ces défauts d'irradiation ne permet pas d'observer d'éventuelles lignes de dislocation, même après déformation. Seule la présence de canaux, indiquant un balayage des boucles de dislocations par le glissement des dislocations est la manifestation de la présence de dislocations. Il n'est donc pas exclu qu'une partie de la déformation plastique ne soit pas visible, ce qui nous a conduit à quantifier le nombre et la largeur des canaux afin d'estimer la proportion de la déformation plastique qui peut être attribuée à la canalisation.

La figure I.2. montre a titre d'exemple un cliché en microscopie électronique en transmission d'un grain de l'éprouvette A, contenant des canaux basaux, la projection stéréographique du grain pour les tilts d'observation des canaux et à tilt nul.

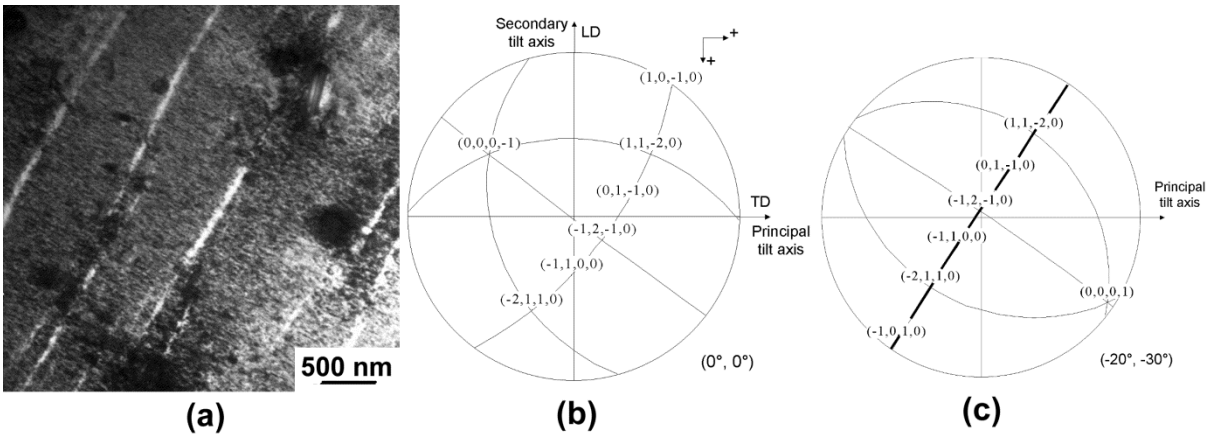


Figure I.2 : Présence de canaux dans le plan de base sur l'éprouvette A. Projection stéréographique à tilt nul (b) et aux tilts permettant le contraste le plus important entre le canal et la matrice (c), correspondant à l'image (a)

Sur toute les éprouvettes de traction sens travers et de pression interne, des canaux ont été observés dans environ la moitié des grains, tous les canaux étaient dans le plan de base. Seul pour l'essai de traction axiale, pour lequel la texture était très défavorable à la déformation basale, des canaux prismatiques et pyramidaux ont été observés. Ces canaux ne sont pas aussi nets que les canaux basaux, suggérant que les défauts d'irradiation n'ont pas été complètement balayés. Les figures I.3 et I.4 montrent des exemples de canaux prismatiques ou pyramidaux dans l'éprouvette E.

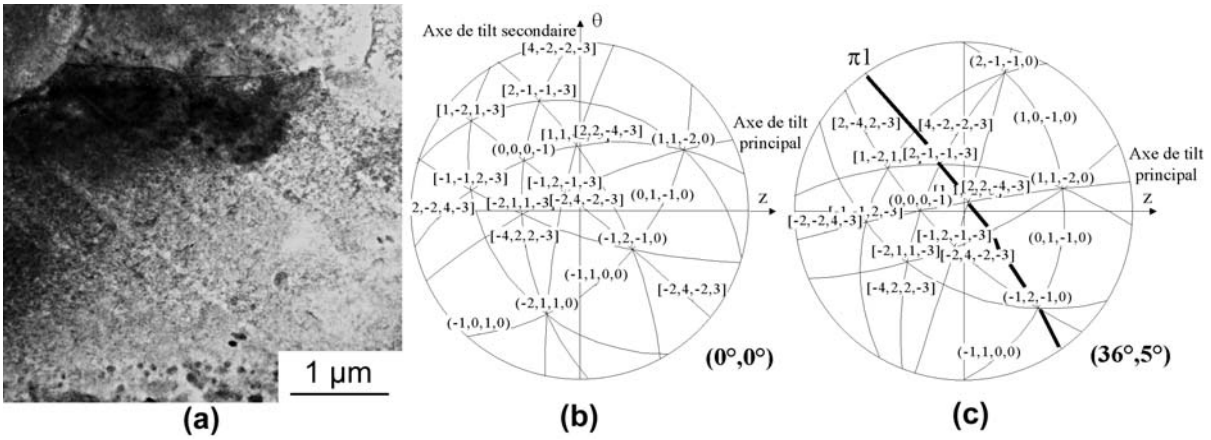


Figure I.3 : Présence de canaux prismatique. Projection stéréographique à tilt nul (b) et aux tilts permettant le contraste le plus important entre le canal et la matrice (c), correspondant à l'image (a)

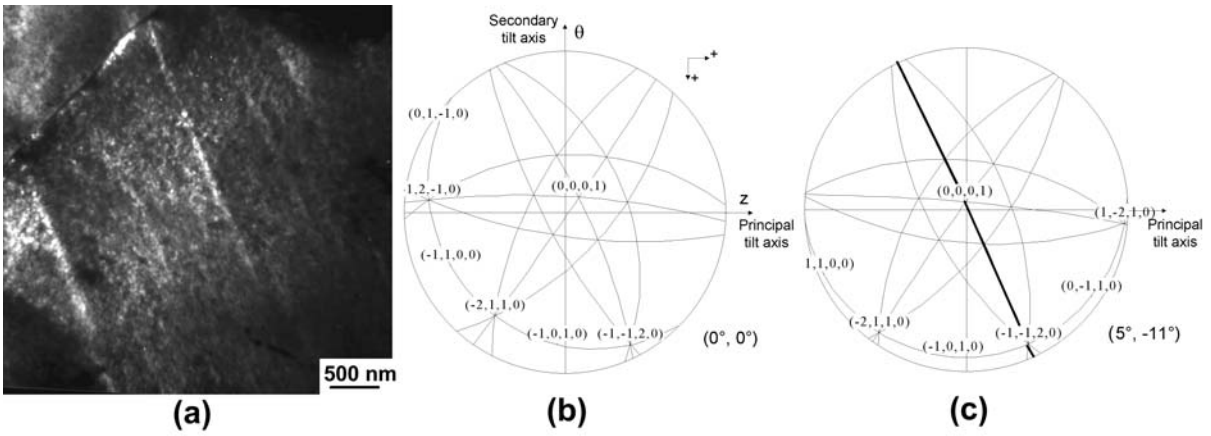


Figure I.4 : Présence de canaux pyramidaux. Projection stéréographique à tilt nul (b) et aux tilts permettant le contraste le plus important entre le canal et la matrice (c), correspondant à l'image (a)

La figure de pôle des grains étudiés pour chaque éprouvette a été reconstruite afin de vérifier que l'on avait bien un ensemble de grains représentatif de la texture du matériau, la figure I.5 montre à titre d'exemple la figure de pôle obtenue pour les 52 grains étudiés de l'éprouvette A.

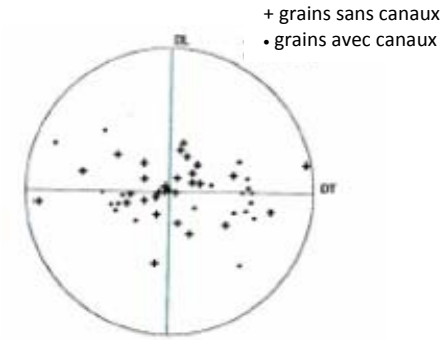


Figure I.5: figure de pole des grains observés sur l'éprouvette A

Le tableau I.2 récapitule les différentes observations MET sur éprouvettes irradiées et déformées.

Eprouvette	Déformation plastique	Nombre grains	Nombre avec canaux	Plan canalisation	Nombre canaux par grain	Largeur canaux
A	0.4%	52	21	B	3±1	60±10 nm
B	0.36%	29	17	B	5±1	80±40 nm
C	0.5%	47	28	B	4±1	40±20 nm
D	0.2%	33	15	B	3±1	40±20 nm
E	1.6%	41	20	P et π1	5±1	40±20 nm

Tableau I.2 : Bilan des observations MET

En parallèle des observations en MET, une analyse fine de la base d'essais mécaniques a été effectuée. Cela a permis d'émettre certaines hypothèses qui ont ensuite été vérifiées par MET. Ainsi, l'observation des deux premières lames minces ayant montré que tous les canaux se trouvaient dans les plans de base, nous avons décidé d'observer une lame issue d'un essai de traction axiale, en effet la texturation étant très défavorable au glissement basal, d'autres systèmes de glissement étaient attendus, ce que nous avons pu vérifier. De même, l'observation d'une saturation de la contrainte interne sur les essais mécaniques ne pouvait être expliquée que par la transmission de la canalisation d'un grain à l'autre, ce qui n'avait pu être observé du fait du mode de prélèvement des lames minces. L'observation de lames prélevées d'une autre manière (éprouvette B) nous a permis d'observer de nombreux cas de transmission de la canalisation.

Interprétation des observations MET, en lien avec les essais mécaniques

Le premier point important que nous avons mis en évidence lors de la thèse de Fabien Onimus est qu'il existait bien un domaine de déformation homogène avant la localisation (par métrologie laser sur les éprouvettes de pression interne).
Un autre point important est la présence de canaux dans les éprouvettes de pression interne, sur des lames minces prélevées dans la zone où la déformation est homogène. Cela montre que la localisation de la déformation peut se faire à l'échelle du grain, avant qu'une localisation macroscopique ne se développe. La déformation macroscopique est homogène, malgré une déformation hétérogène dans les grains.
Dans la littérature, il était mentionné que certaines lames minces prélevées en dehors des bandes de cisaillement ne présentaient pas de canaux. Dans notre étude, toutes les lames minces observées contenaient des canaux, en forte proportion, suffisamment pour pouvoir être responsable de la

totalité de la déformation plastique. On peut noter qu'une des lames minces que nous avons observées (éprouvette A) avait été observée par Regnard (Regnard 98), celui-ci n'ayant observé que 5 cas de canalisation. Cela s'explique par la difficulté d'observation des canaux, nécessitant de tilter beaucoup, sur les deux axes de tilt. L'utilisation d'un microscope fonctionnant à 300 kV et permettant d'observer des zones plus épaisses (ou des zones plus fines observées selon un grand axe de tilt), d'un porte objet présentant une grande plage de tilt et la méthodologie mise en œuvre (étude systématique de chaque grain pour toutes les orientations possibles du porte-objet), peuvent expliquer ces différences. Même dans le cas d'un essai de traction axiale, pour lequel la déformation ne peut se faire uniquement sur les plans de base du fait de la texturation, des canaux prismatiques et pyramidaux ont été observés, démontrant que le phénomène de canalisation est possible pour tous les systèmes de glissement.

Nous avons observé une canalisation dès 0.2% de déformation plastique homogène mais cela n'induit pas de décroissance de la contrainte d'écoulement sur les essais mécaniques, alors que le balayage des défauts d'irradiation aurait dû induire un adoucissement. Pour expliquer cette apparente contradiction, nous avons proposé que la forte localisation de la déformation dans les canaux conduits à d'importante incompatibilité de déformation entre les canaux et la matrice environnante. Cela induit de fortes contraintes internes qui permettent de compenser à l'échelle macroscopique l'adoucissement induit par la canalisation.

Puisque tous les grains avaient été orientés dans le repère de la lame mince, il a été possible de déterminer les facteurs de Schmid de chacun des grains, pour les différents systèmes de glissement. Dans le cas de la traction sens travers, nous avons ainsi pu vérifier que tous les grains bien orientés vis-à-vis du glissement basal (facteur de Schmid > 0.4) contenaient bien des canaux. D'autre part, des grains bien orientés pour le glissement prismatique ne contenaient pas de canaux prismatiques, montrant que la cission citrique des plans de base est inférieure à celle des plans prismatiques, dans le cas des alliages irradiés, toutes les cissions critiques sont augmentées par l'irradiation mais il y a un changement dans la hiérarchie des cissions critiques, le système prismatique étant plus affecté par l'irradiation.

Nous avons pu expliquer ce changement de hiérarchie des cissions critiques par l'interaction entre les dislocations et les boucles de dislocations. En effet, dans le cas d'une dislocation glissant dans le plan de base, son interaction avec une boucle de dislocation <a> conduit soit à l'incorporation de la boucle dans la dislocation induisant un cran hélicoïdal pouvant glisser sur son cylindre (figure 1.6a et b), soit à une jonction de vecteur de Burgers appartenant au plan de base et pouvant donc glisser sur son cylindre, sans empêcher le mouvement de la dislocation (figure 1.6c et d). Au contraire, dans le cas d'une dislocation glissant dans le plan prismatique, dans un cas sur trois la boucle de dislocation est incorporé à la dislocation et le cran hélicoïdal peut glisser sur son cylindre (figure 1.7.a et b), alors que pour les deux autres cas la jonction créée est sessile et ne peut être franchie que par le mécanisme d'Orowan, la boucle n'étant pas balayée (figure 1.7.c et d).

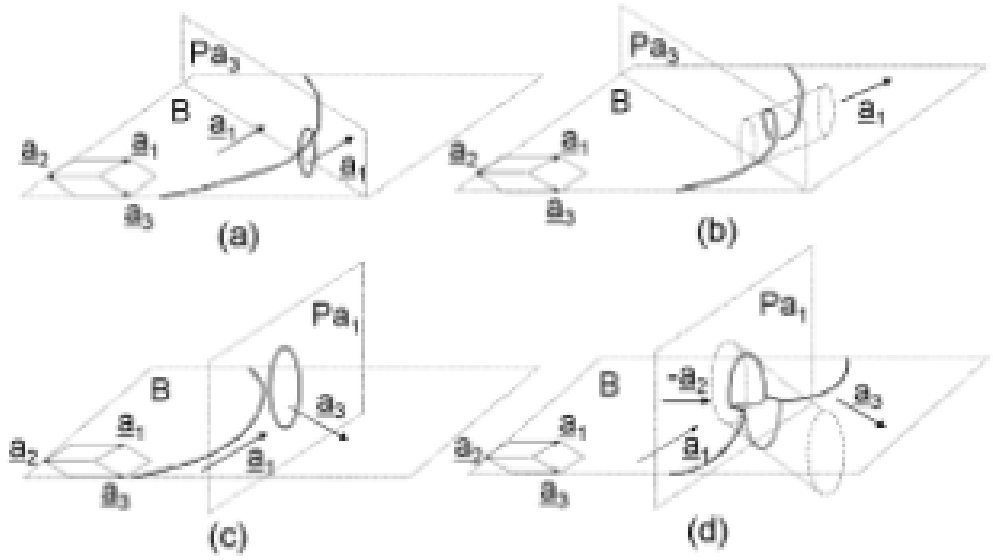


Figure I.6 : boucle de dislocation <a> glissant dans les plans de base, les jonctions sont toujours glissiles

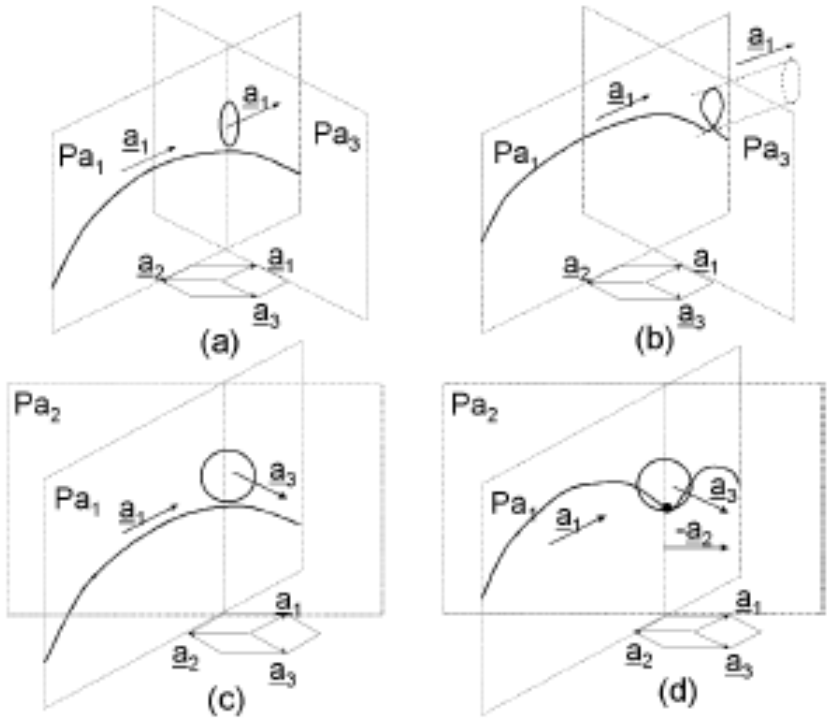


Figure I.7 : boucle de dislocation <a> glissant dans les plans prismatiques, 2 fois sur 3 la jonction est sessile

Conclusion

Ces observations ont permis de conclure que, du fait de la localisation de la déformation, la contrainte interne était plus importante dans les matériaux irradiés. Le comportement mécanique du matériau irradié a ensuite été modélisé en appliquant des méthodes d'homogénéisation des

matériaux hétérogènes. A l'échelle du canal, les lois de comportement tiennent compte de l'interaction boucle/dislocations et à l'échelle du polycristal, la localisation de la déformation est prise en compte en introduisant une fraction volumique de canaux pour chacune des orientations cristallines [Onimus 04].

Nouveaux résultats et perspectives

Cette thématique a été étendue aux aciers austénitiques pour lesquels une localisation de la déformation est aussi présente après irradiation.
Comme pour les alliages de zirconium, la localisation de la déformation n'a pas pu être reproduite lors d'irradiation aux ions de basse énergie suivie d'essai de traction in-situ. Une des explications possibles est que le grain n'étant pas irradié dans toute son épaisseur, la localisation n'est pas observée car la majorité des dislocations sont émises en dehors de la zone irradiée. Pour palier à cela, dans le cadre de la thèse de Thomas Nogaret (démarrée après ma mutation au CIMAP en 2004), nous avons irradié des aciers austénitiques sur la ligne IRRSUD du GANIL. Cela permet d'avoir des grains irradiés sur toute leur épaisseur afin d'éviter la formation de source de dislocation dans la partie non irradiée des grains. Des essais de nano indentation ont ensuite permis de reproduire la localisation de la déformation et la formation de bandes claires (figure I.8).

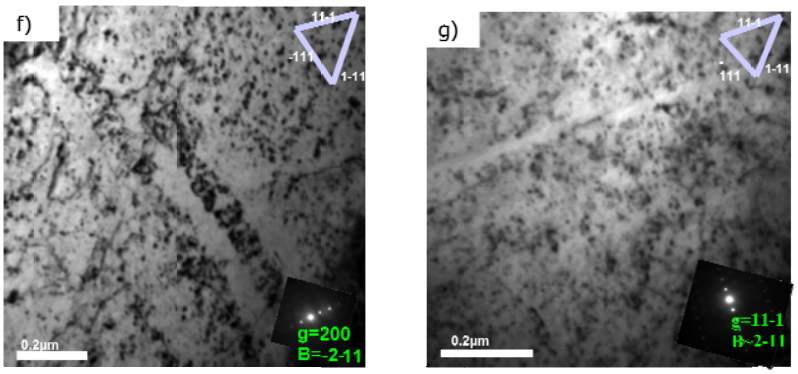


Figure I.8: Formation de bandes claires sous la trace d'indentation dans un acier 316 irradié sur IRRSUD.

Lors de la thèse de Thomas Nogaret, Les interactions entre dislocations et défauts d'irradiation ont été étudiées de manière systématique par Dynamique Moléculaire, puis les mécanismes élémentaires d'interaction obtenus ont été implémentés dans un code de Dynamique des Dislocations afin de réaliser des simulations à l'échelle micronique. Ces simulations ont permis de proposer un nouveau scénario de formation des bandes claires.

En collaboration avec le Groupe de Physique des Matériaux de Rouen, nous avons entamé l'étude de l'impact de la taille de grains sur l'évolution structurale sous irradiation ainsi que son influence sur les mécanismes de déformation du 316 irradié. Dans ce projet, financé dans le cadre du labex EMC^3 (Energy Materials and Clean Combustion Center) et coordonné par Bertrand Radiguet, un acier 316 à grain nanométrique sera irradié aux ions Fe sur la plateforme Jannus. Des mesures de nanoindentation seront effectuées, à la fois sur le matériau 316 classique et celui à grains nanométriques. Les évolutions structurales seront étudiées par DRX et MET et des lames minces seront prélevées par FIB au niveau des indentations (dans le matériau irradié et dans le non irradié à afin d'étudier l'effet de l'irradiation sur les mécanismes de déformation. Nous envisageons également de développer un dégradeur en énergie permettant d'avoir un endommagement constant sur une épaisseur encore plus importante (de l'ordre de 10 µm, contre 1 µm pour les irradiations sur Jannus).

I.2. La corrosion sous contrainte assistée par irradiation IASCC

Des contrôles, lors de visites décennales de sureté, ont permis de déceler l'augmentation du jeu entre les plaques constituants les structures internes des REP. EDF a alors entamé une campagne de contrôle non destructif sur 6 tranches du palier CP0 (Fessenheim 1 et 2, Bugey 2, 3, 4 et 5) et sur deux tranches du palier CP1 (Tricastin 1 et Gravelines 1). Elle a permis de détecter la présence de fissuration dans certaines vis des structures internes au niveau du congé tête/fut. Les fissures observées ont été attribuées au mécanisme de corrosion sous contrainte assistée par irradiation. Le mécanisme n'est pas entièrement compris, mais la fissuration n'apparaît que pour une conjonction irradiation, milieu, sollicitation. J'ai participé à plusieurs études concernant cette thématique. La première concerne la caractérisation par microscopie électronique en transmission de la population de boucles de dislocation et son influence sur l'augmentation de dureté. La seconde concerne la mesure de la ségrégation aux joints de grains induite par irradiation.

Evolution de la population de boucles de dislocations

Une thèse sur la caractérisation structurale et la modélisation du durcissement induit par irradiation dans les aciers austénitiques représentatifs des structures internes (thèse de Cédric Pokor, soutenue en novembre 2002) a été réalisée au SRMA, dans le laboratoire de microscopie et de rayons X dont je faisais partie. La partie expérimentale a permis de quantifier la population de boucles de dislocation pour différentes irradiations expérimentales (expériences IDAHO dans EBR-II, ALEXANDRE dans OSIRIS et BORIS dans BOR-60) afin de servir de base à la validation du modèle de dynamique d'amas développé au cours de cette thèse (adaptation du modèle développé par Alain Barbu et Anh Hardouin du Parc pour les aciers ferritiques faiblement alliés). En parallèle de cette thèse, j'ai caractérisé la population de boucles de dislocation pour d'autres irradiations expérimentales (en réacteur ou sous irradiation aux ions) ainsi que dans des vis de la centrale de CHOOZ A [].
A la demande de l'IPSN, nous avons entrepris des examens sur la visserie du cloisonnement et de l'enveloppe de cœur de la Centrale CHOOZ A. L'étude du durcissement induit par l'irradiation des visseries a été menée sur quatre vis ayant été plus ou moins irradiées, les doses allant de 0 à 22 dpa. Le durcissement de ces vis a été mesuré expérimentalement au Service d'Etudes des Matériaux Irradiés (SEMI). La figure I.9 montre le profil de dureté mesuré sur la vis n°22, irradiée jusqu'à 3.6 dpa au maximum.

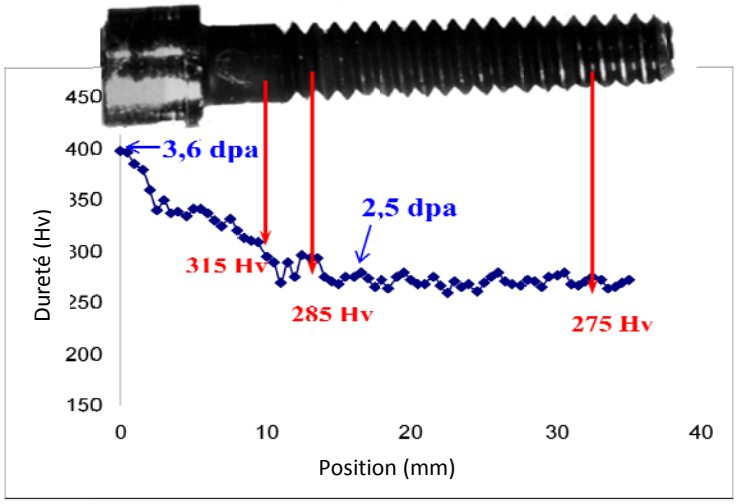


Figure I.9: profil de dureté réalisé sur la vis n°22

Des lames minces ont été prélevées à plusieurs endroits, correspondants à des doses estimées à 2.5, 2.8 et 3.2 dpa. Une autre lame mince a été prélevée sur une vis de cœur (ayant subit le vieillissement thermique mais très peu irradiée) et une vis fortement irradiée (dose entre 10 et 22 dpa). Sur aucun des échantillons observés, quelle que soit la dose reçue, un phénomène de précipitation intra- ou

inter-granulaire sous irradiation n'a été observé. Finalement, le seul changement induit par l'irradiation, qui ait pu être détecté par les observations en MET, est la profonde modification du réseau initial de dislocations. Sur la vis très peu irradiée, le réseau initial ne semble pas modifié, à l'exception de l'apparition de quelques rares boucles de dislocations. Sur les deux lames minces irradiées à moins de 3 dpa, coexistent quelques lignes de dislocations d'origine avec un réseau très dense de défauts d'irradiation, "black dots" et petites boucles de dislocations interstitielles. Pour des doses supérieures, le réseau initial de dislocations a été entièrement restauré et il n'y a plus qu'une forte densité de "black dots" et de boucles de dislocations. Les macles d'origine ainsi que les précipités intragranulaires ne semblent pas avoir été modifiés par l'irradiation, quelle que soit la dose. La quantification des boucles de dislocations induites par l'irradiation a été obtenue par la réalisation d'histogrammes de taille réalisés sur des images en fond noir sur la traînée de diffusion permettant de visualiser la faute d'empilement présente dans ces boucles. Dans ces conditions, les boucles de Franck situées dans l'un des plans {111} perpendiculaires au plan de la lame apparaissent sur la tranche sous forme de petits tirets clairs sur fond noir.

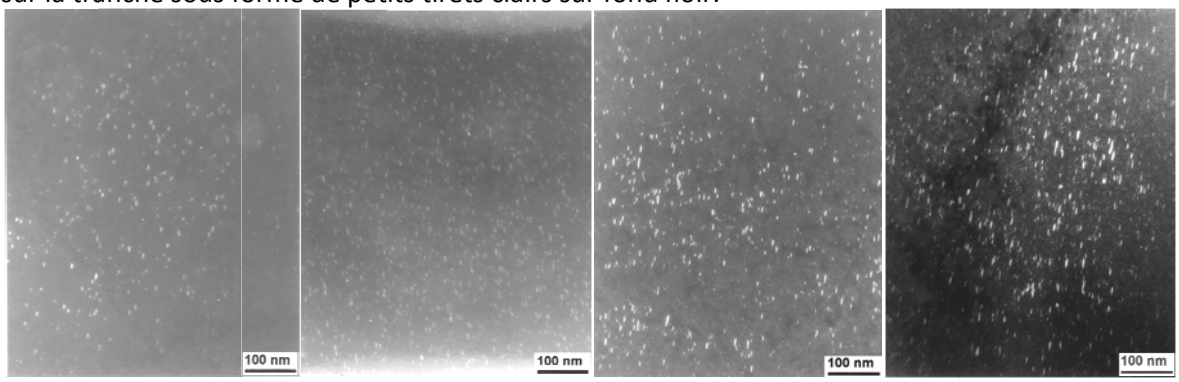


Figure I.10: Visualisation des fautes d'empilement dans les boucles de Franck pour les échantillons irradié à a)1.3 dpa, b) 2.4 dpa, c) 3.2 dpa et d) > 7dpa

La figure I.10 montre l'évolution de la densité et de la taille des boucles de dislocations observées en champ sombre ½ <311> en fonction de la dose d'irradiation et le tableau I.3 récapitule les résultats obtenus sur tous les échantillons.

Matériau	Dureté	Dose	Diamètre boucles	Densité boucles
Vis de cœur	240 Hv	≅ 0 dpa		Très faible
Vis A9	400 Hv	10-22 dpa	7,3 nm	8,9 $10^{22}.m^{-3}$
Vis n°21 ou 22	315 Hv	3,2 dpa	6,4 nm	4,2 $10^{22}.m^{-3}$
Vis n°21 ou 22	285 Hv	2,8 dpa	5,2 nm	4,3 $10^{22}.m^{-3}$
Vis n°21 ou 22	275 Hv	< 2,5 dpa	5,0 nm	3,8 $10^{22}.m^{-3}$

Table I.3 : Récapitulation des résultats expérimentaux obtenus sur les vis de CHOOZ A.

Les défauts présents étant essentiellement des boucles de Franck fautées, le durcissement peut être modélisé en utilisant un modèle de durcissement par barrières dispersées qui propose que les boucles de dislocations agissent comme des obstacles au mouvement des dislocations mobiles.
Dans ce cas, le durcissement $\Delta\sigma=\sigma_{non\ irradié}-\sigma_{irradié}$, avec σ la limite d'élasticité peut s'exprimer :

$$\Delta\sigma=M\ \alpha_{boucles}\ \mu b\sqrt{\rho_{boucles}\varphi_{boucles}}$$

Avec M le facteur de Taylor, $\alpha_{boucles}$ la force d'obstacle des boucles de Franck, μ le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, $\rho_{boucles}$ la densité de boucles et $\varphi_{boucles}$ leur diamètre.
Il y a une bonne corrélation entre l'augmentation de la limite d'élasticité, estimée à partir du durcissement mesuré expérimentalement, et l'augmentation de contrainte d'écoulement déduite des modèles de durcissement par les boucles de dislocations (figure I.11). Le durcissement par les

boucles de dislocations est donc, ici, le mécanisme de durcissement prépondérant puisqu'il permet de reproduire à lui seul le durcissement observé expérimentalement.

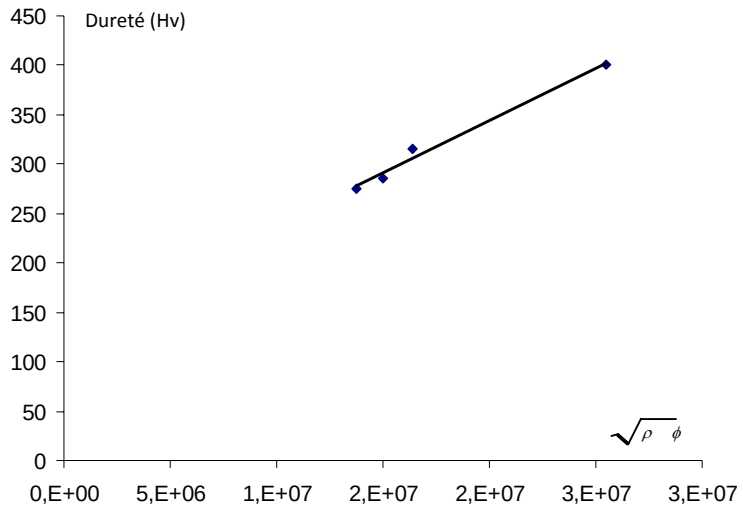


Figure I.11 : Evolution de la dureté en fonction de $\sqrt{\rho_{boucles}\varphi_{boucles}}$

Ségrégation intergranulaire sous irradiation (stages Master Alice Meunier et Thomas Aberlenc)

La seconde étude, effectuée dans le cadre du projet européen PERFECT, concerne la ségrégation intergranulaire induite par irradiation.
Le joint de grains est un puits d'élimination vers lequel les défauts ponctuels produits par l'irradiation peuvent migrer pour s'éliminer. Il s'instaure alors, sous irradiation, des flux de défauts ponctuels en direction du joint qui donnent naissance à des flux atomiques. Par effet Kirkendall inverse, les flux de lacunes arrivant aux joints induisent en général des flux d'espèces atomiques dans le sens opposé. La vitesse d'échange avec la lacune n'étant pas la même pour chaque espèce et pas forcément dans les rapports de composition, une variation de composition se produit au voisinage du joint. D'autre part, les interstitiels qui diffusent vers le joint entraînent un flux de matière vers le joint.
Le flux des défauts ponctuels étant couplés au flux des éléments présents dans l'échantillon, la présence de certains éléments, même en petite quantité peut fortement changer le comportement de l'alliage vis-à-vis de la ségrégation. En effet, on remarque que la taille des différents atomes influe sur leur comportement. Ainsi, les gros atomes auront tendance à migrer dans le sens inverse des lacunes, donc à s'éloigner des joints de grains tandis que les atomes de petite taille utiliseront préférentiellement un mécanisme de migration allant dans le même sens que les interstitiels. Ces derniers auront donc tendance à s'enrichir aux joints de grains. Ces mécanismes peuvent se superposer au mécanisme de Kirkendal inverse qui joue un rôle majeur dans la ségrégation sous irradiation. La combinaison de ces deux mécanismes explique l'enrichissement en nickel et silicium (atomes de petite taille par rapport à la matrice) et l'appauvrissement en fer, chrome et molybdène (atomes de plus grande taille) aux joints de grains lors d'une irradiation. L'enrichissement en nickel est donc lié à deux mécanismes : un transport préférentiel par les interstitiels et un enrichissement via les lacunes (le nickel étant l'espèce diffusant le plus lentement).

L'addition de gros atomes tels que le vanadium, le zirconium ou l'hafnium peuvent supprimer le phénomène de ségrégation, leur présence modifiant la mobilité des défauts ponctuels en piégeant les lacunes dans leur entourage par exemple [Kato 92]. La présence d'étain à une forte influence sur

la formation de cavités dans les aciers austénitiques 316 irradiés aux électrons [Dubuisson 88], le but de cette étude était donc de s'assurer que cette impureté avait également un rôle sur la ségrégation aux joints de grains.
Pour étudier l'effet de l'étain, nous avons simulé l'irradiation neutronique par des irradiations aux électrons dans le Microscope à Très Haute Tension (1 MV) ou par des irradiations aux ions. On obtient ainsi, en quelques heures, des doses représentatives de quelques années en réacteur sans activation de l'échantillon. Ceci permet de découpler les paramètres température, flux et dose et de tester rapidement de nouveaux matériaux, en particulier des nuances avec ajouts d'impuretés. Dans les aciers 316 sans ajout, les irradiations aux ions (Kr^{3+} à 1,2MeV) ou aux électrons conduisent, tout comme pour les irradiations aux neutrons, à la formation d'une grande densité de boucles de dislocations et de cavités, aucune précipitation n'a été observée. Cependant la taille des boucles est beaucoup plus importante pour les irradiations aux électrons que dans le cas des irradiations en réacteur. Une importante ségrégation aux joint de grains est également observée (figure I.12)

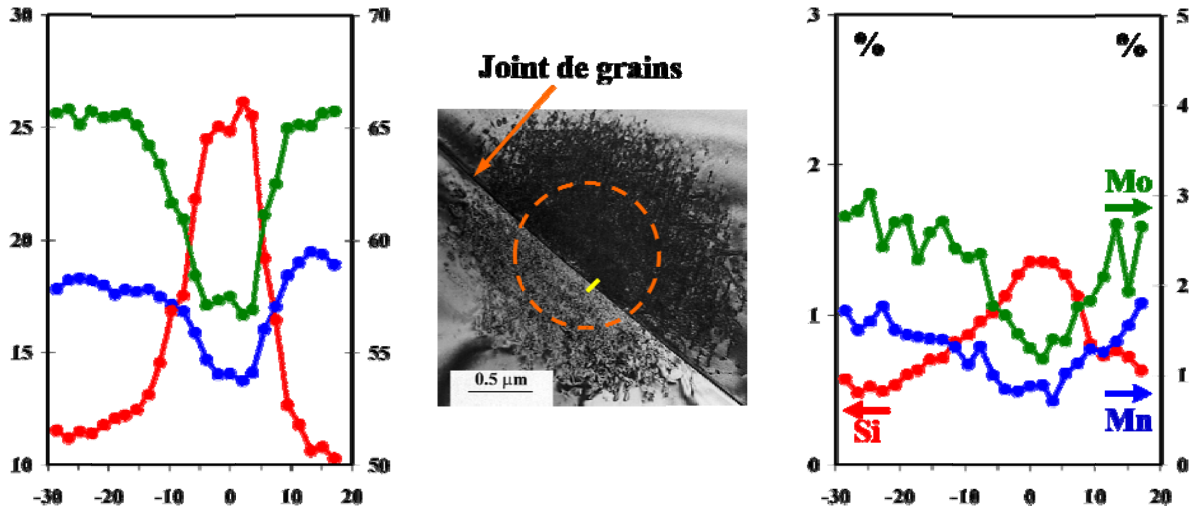


Figure I.12 : profil de composition obtenu sur un joint de grain dans le 316 irradié aux électrons de 1MeV

L'effet de l'étain sur l'évolution de la microstructure est très important. Lors de l'irradiation aux électrons, l'ajout d'étain diminue le diamètre des boucles et augmente leur densité (figure I.13).

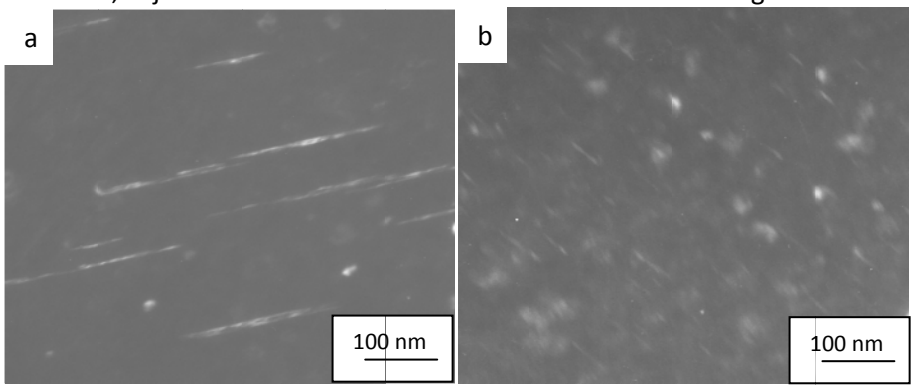


Figure I.13 : effet de l'ajout d'étain sur la taille des boucles de dislocations a) 316 b) 316 + 0.5% Sn

Un ajout de 0,1%Sn est pratiquement sans effet tandis qu'un ajout de 0,5%Sn permet de limiter fortement la ségrégation en nickel et stoppe complétement l'appauvrissement en chrome.

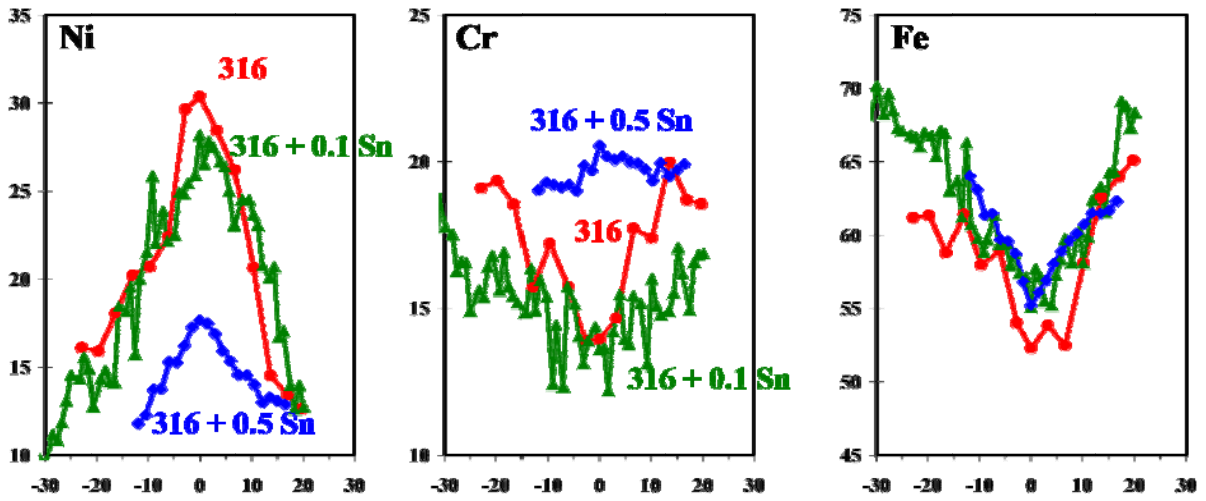


Figure I.14 : Effet de l'ajout d'étain sur l'amplitude de ségrégation aux joints de grains pour du 316 irradié aux électrons de 1 MeV à 400°C jusque 5 dpa

Les irradiations aux ions sur les échantillons 316 conduisent également à une ségrégation aux joints de grains, moins marquée que pour les irradiations aux électrons. La teneur en nickel monte jusqu'à 19% et celle en chrome descend à 14%. L'ajout de 0.5% d'étain supprime la ségrégation pour ce type d'irradiation.

Des recuits sur un couple de diffusion d'alliages Fe-Ni-Cr de teneurs différentes ont également été effectués, cela a permis de montrer que l'étain jouait un rôle lors de la diffusion purement thermique. Il reste à savoir si celui-ci est complété, ou pas, par un mécanisme mettant en jeu les interstitiels lors de l'irradiation.

Nous avons ainsi pu mettre en évidence que l'ajout d'étain inhibait presque totalement la ségrégation aux joints de grains, en particulier l'appauvrissement en Cr. L'ajout d'une impureté peut jouer sur la ségrégation en ralentissant l'un des deux défauts (lacunes ou interstitiel), une des espèces étant alors ralentie, on augmente la recombinaison, le régime de diffusion vers les puits devient alors minoritaire. Cette étude, très préliminaire, a servi de base expérimentale à la prise en compte des effets d'impureté dans la modélisation du phénomène de ségrégation aux joints de grains effectuée au Service de Recherche en Métallurgie Physique (SRMP).

I. 3- Phases MAX (thèse Jean-Christophe Nappé, post doctorat de Xingmin Liu)

Le Forum International Génération IV a sélectionné six systèmes de réacteurs permettant de répondre aux exigences suivantes : amélioration de la compétitivité économique, amélioration de la sécurité, résistance à la prolifération, utilisation efficace des ressources naturelles et réduction des déchets radioactifs à vie longue dans les déchets ultimes [http://www.gen-4.org/]. Le tableau ci-dessous récapitule les concepts étudiés dans le cadre de ce forum international.

Systeme	Spectre neutronique	Caloporteur	Température	Cycle
VHTR (very high temperature gas reactor)	thermique	Helium	900-1000°C	Ouvert
SFR (Sodium Fast reactor)	rapide	Sodium	400-700°C	Fermé
SCWR (Supercritical	Thermique/Rapide	Eau	510-625°C	Ouvert/fermé

water cooled reactor)				
GFR (gas cooled fast reactor)	rapide	Helium	500-900°C 1600°C transitoire	fermé
LFR (Lead cooled fast reactor)	rapide	Plomb	480-800°C	fermé
MSR (Molten salt reactor)	rapide	Sels fluorés	550-800 °C	fermé

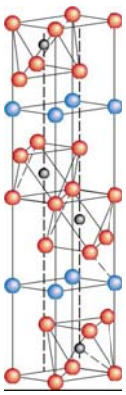
Tableau I.4 : les six systèmes étudiés dans le cadre du forum genIV

Le GFR est un système qui associe neutrons rapides et hautes températures et pour lequel le refroidissement est assuré par l'hélium. L'objectif est de pouvoir utiliser de l'uranium, mais aussi du plutonium et des mélanges de plutonium avec certains actinides mineurs. Le combustible sera un carbure mixte d'uranium et de plutonium et deux concepts sont envisagés pour l'élément combustible : le concept aiguille ou le concept plaque. Pour ces applications, les matériaux de gainage devront donc supporter des températures élevées (jusque 1600°C en condition accidentelle) et seront soumis à une sollicitation neutronique intense (60 à 90 dpa). Ils devront être réfractaires, résistants aux chocs thermiques, avoir une conductivité thermique supérieure à 10 $W.m^{-1}.K^{-1}$afin d'assurer l'échange entre le combustible et le caloporteur, être transparents aux neutrons, étanches aux gaz (hélium et gaz de fission) et avoir une fragilité limitée. Cela a conduit à choisir des céramiques non oxydes, les métaux réfractaires n'étant pas assez transparents aux neutrons.
Le concept de référence étudié au CEA est un composite matrice de SiC renforcée par des fibres de SiC (SiC/SiC_f), mais d'autres céramiques sont également de potentielles candidates. Les matériaux céramiques envisagés pour ces applications hautes températures, devront avoir une certaine tolérance à l'endommagement. Dans ce cadre, le Ti_3SiC_2, faisant partie de la famille des phases MAX a été sélectionné comme candidat possible pour les matériaux de structure des GFR. Il se démarque des autres carbures déjà étudiés par le fait qu'il combine les propriétés des céramiques à celles des métaux. Ainsi, Ti_3SiC_2 est stable à haute température (jusqu'à 1700 °C sous atmosphère inerte) tout en ayant une certaine plasticité : son module d'Young est de 325 GPa et sa dureté Vickers de 6 GPa. Sa plasticité provient essentiellement de sa structure lamellaire à l'échelle atomique qui lui confère une tolérance à l'endommagement améliorée liée à des mécanismes de délamination et de déformation par « kink bands », à température ambiante et, de façon exacerbée, à haute température. Enfin, il est un bon conducteur thermique et plutôt résistant aux chocs thermiques.
Deux études ont commencées en parallèle dans lesquelles j'étais impliquée à la fois pour les irradiations et pour les caractérisations par MET et microscopie à force atomique (AFM) : le post doctorat de X. Liu (collaboration CEA/DEN/SRMA et l'Institute of Metal Research de Shenyang, Chine) et la thèse de J.C. Nappé (collaboration ENSM-St-Etienne et CEA Cadarache). L'équipe du CEA Saclay a également effectué des mesures de nanoindentation sur ces échantillons afin de déceler l'influence de l'irradiation sur les propriétés mécaniques.

La phase MAX Ti_3SiC_2

Les phases MAX sont des matériaux de composition chimique: $M_{n+1}AX_n$ où M est un métal de transition, A un élément du groupe A et X soit C, soit N, soit les deux (*cf.* Figure I.15). L'indice n varie de 1 à 3 et les structures M_2AX, M_3AX_2 et M_4AX_3 correspondantes sont nommées respectivement 211, 312 et 413.

Figure I.15 : Localisation dans le tableau périodique des éléments constitutifs des phases MAX et liste des différentes phases thermodynamiquement stables [Bar01]



La maille élémentaire de Ti_3SiC_2 est représentée ci-contre. C'est une structure hexagonale (groupe d'espace $P6_3/mmc$) constituée d'une alternance de trois plans compacts de titane (rouge) intercalé d'un plan compact de silicium (bleu). Les atomes de carbone (noir) sont localisés dans les sites octaédriques des octaèdres de titane. Les paramétres de maille sont a=3.07Å et c=17.67Å [Jeitschko 67].

Ti_3SiC_2, comme toutes les phases MAX, est une céramique dite nano-lamellaire. La Figure I.16.a montre le faciès de rupture particulier de cette céramique. La structure à lamelles et la propension à se délaminer est clairement visible. Cette déformation, appelée déformation en kick bands peut être comparée à celle d'un jeu de cartes déformé comme celui schématisé sur la Figure I.16.b, chaque lamelle visible dans la structure étant elle-même composée de feuillets [Barsoum 97].

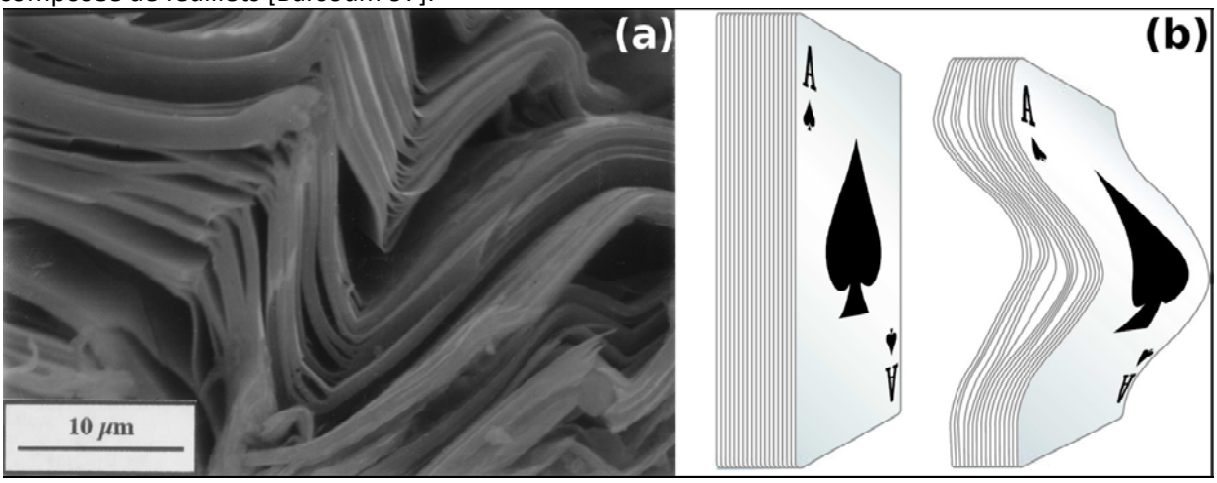


Figure I.16 : Structure nanolamellaire de Ti_3SiC_2 : (a) Déformation des lamelles en kink-band observée sur une face fracturée [Bar99b] ; (b) Analogie avec un jeu de carte déformé par une sollicitation parallèle aux plans des cartes [Barsoum 97]

Cette propension à se délaminer peut s'expliquer grâce à la structure cristallographique de Ti_3SiC_2. En effet, les interactions entre les couches de silicium et les octaèdres CTi_6 sont relativement faibles par

rapport aux liaisons entre les plans de titane. Les plans de silicium jouent ainsi le rôle de plans de cisaillement.
Ces composés sont fabriqués en général à partir de mélanges de poudres par SHS (Self propagating High temperature Synthesis), HIP (hot isostatic pressing), frittage réactif ou SPS (Spark Plasma Sintering). Le produit obtenu est donc polyphasé avec des phases secondaires venant des poudres initiales ou des composés intermédiaires (SiC, TiC_x, $TiSi_2$, Ti_5Si_3).

Lors de cette étude deux sources de matériaux ont été étudiés :

- Un polycristal commercial fourni par la société 3-ONE-2 (Vorhessn New Jersey, USA) sous forme d'une plaque de 100*50*5 mm^3, obtenue par frittage naturel de poudre de Ti_3SiC_2 issu de réaction d'un mélange de poudre Ti/SiC /C. Il contient une grande proportion de phases secondaires, J.C. Nappé l'a estimé à partir de diagramme de diffraction à 19% de $TiC_{0.92}$ et 7% de $TiSi_2$ [Nappé 2009].
- Des polycristaux de $Ti_3Si_{1-x}Al_xC_2$ avec plusieurs teneurs en aluminium (5, 7 et 10%) mis au point par l'université de Shenyang (Institute of Metal Research Chinese Academy of Sciences, Shenyang, Chine). Le dopage en aluminium permet de limiter la formation de TiC et d'améliorer la résistance à la corrosion (moins de 3 % de phases secondaires d'après le diagramme de rayons X [Liu 2008]).

Aucune influence de l'aluminium n'ayant été noté lors des irradiations, nous parlerons dans la suite du document de Ti_3SiC_2 quelque soit le matériau étudié.

Modifications structurales sous irradiation

Avant ces études, il n'existait aucune donnée dans la littérature sur la stabilité de ces phases sous irradiation. Des échantillons de Ti_3SiC_2 avaient été irradiés dans le réacteur Phenix entre 2007 et 2009, mais n'avaient pas été caractérisés. Afin de déterminer l'influence de l'irradiation sur la microstructure du Ti_3SiC_2, nous avons donc choisi d'irradier ce composé par des ions de différentes masses et différentes énergies afin d'avoir une connaissance la plus large possible des effets d'irradiation, à la fois sur l'influence des collisions élastiques mais également d'un effet potentiel des excitations électroniques. Nous avons également étudié l'effet de la température d'irradiation.

Effet des excitations électroniques

Sur la ligne SME, on peut négliger les collisions balistiques sur les premiers 10 µm, ce qui nous permettra d'étudier l'influence du pouvoir d'arrêt électronique. Les flux utilisables sur cette ligne d'irradiation étant limités, nous n'avons irradié que jusqu'à 4.5 10^{13} ions/cm^2. Mais, si ces matériaux sont sensibles aux excitations électroniques intenses, c'est-à-dire si l'on assiste à une amorphisation ou une transition de phase dans la trace de l'ion comme c'est le cas par exemple des spinelles ou des pyrochlores (voir chapitre 2), cette fluence est suffisante pour atteindre un recouvrement complet des traces et nous permettra donc de conclure à l'effet des excitations électroniques en observant la formation ou non de traces latentes.
De même, l'observation de lames irradiées dans le régime des traces individuelles sur la ligne IRRSUD peut permettre de voir l'influence des excitations électroniques.
Aucune modification n'a été observée dans le Ti_3SiC_2. Par contre, certaines phases secondaires (probablement Ti_5Si_3) sont sensibles aux excitations électroniques intenses, comme l'indique la figure I.17, où les traces d'ions sont clairement visibles, ces dernières étant amorphes.

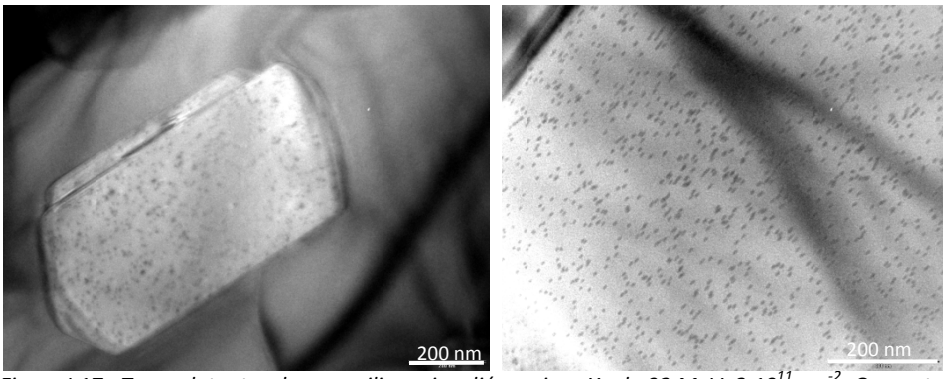


Figure I.17 : Traces latentes dans un silicure irradié aux ions Xe de 92 MeV, 2.10^{11} cm^{-2}. On peut noter que le grain de Ti_3SiC_2 autour du silicure ne contient aucune trace.

Les clichés de diffraction, ainsi que les images en haute résolution des échantillons irradiés en SME à $4,5.10^{13}$ ions.cm^{-2} permettent de vérifier que la structure nanolamellaire de ces phases est bien conservée, aucune modification n'a été observée (figure I.18).

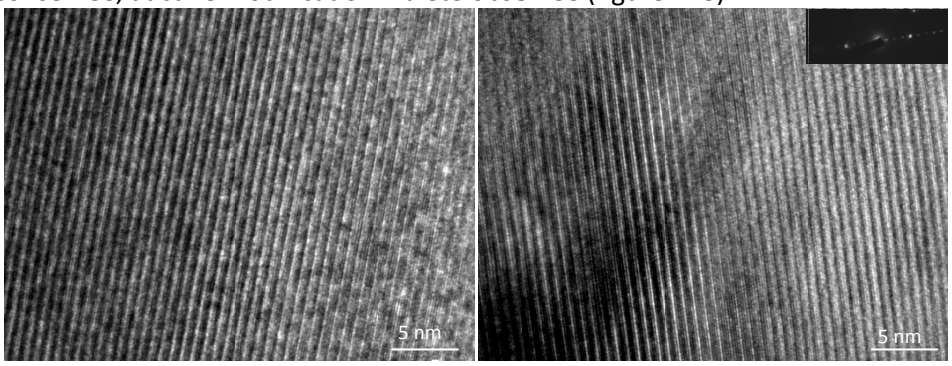


Figure I.18 : Image haute résolution montrant la surstructure selon l'axe c dans l'échantillon non irradié (à gauche) et irradié à $4,5.10^{13}$ cm^{-2}, Xe 930 MeV.

Cela a été confirmé par diffraction des rayons X sous une incidence de 3° pour ne sonder que le premier micron [Nappé 09].

Effet des chocs balistiques

Des irradiations sur la ligne IRRSUD ont mis en évidence une modification de la structure des différentes phases. En effet, comme l'indiquent les figures I.19 et I.20, de nombreux défauts d'irradiation sont présents dans les grains de TiC, aucune modification n'a été observée dans les grains de $TiSi_2$ alors que les grains de Ti_3SiC_2 sont les plus endommagés, le contraste étant proche de celui d'un matériau amorphe. Des observations en haute résolution nous ont permis de vérifier qu'ils gardaient cependant un caractère cristallin. A la fois en haute résolution et en diffraction, la perte partielle de la surstructure a été mise en évidence, surtout en fin de parcours des ions, indiquant une perte de la structure nanolamellaire plus importante dans la zone où les pertes d'énergie nucléaire sont dominantes. En fin de parcours des ions (autour de 3 dpa), les grains sont très désordonnés, mais il n'y a pas d'amorphisation totale.

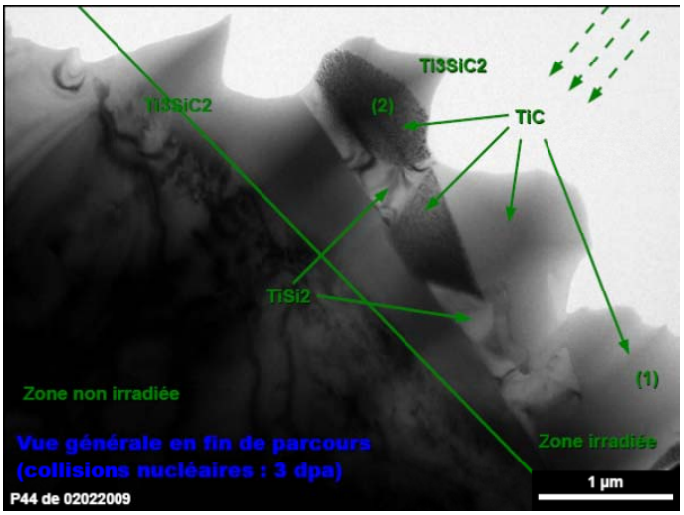


Figure I.19 : Zone proche de la fin de parcours dans Ti_3SiC_2 irradié au Xe 92 MeV, 1.10^{15} cm^{-2}

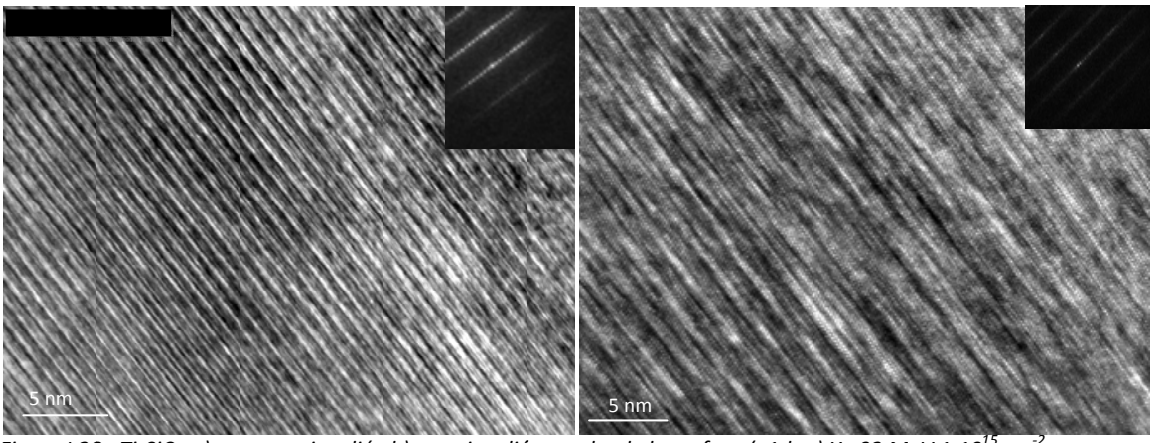


Figure I.20 : Ti_3SiC_2 a) zone non irradiée b) zone irradiée proche de la surface (<1dpa) Xe 92 MeV 1.10^{15} cm^{-2}

Il semblerait donc que les chocs balistiques soient responsables de ce changement, c'est ce que nous avons vérifié en utilisant des ions de plus basse énergie (Au 4 MeV). Dans ce cas également la surstructure selon l'axe c disparait après irradiation comme l'indique la figure I.21.

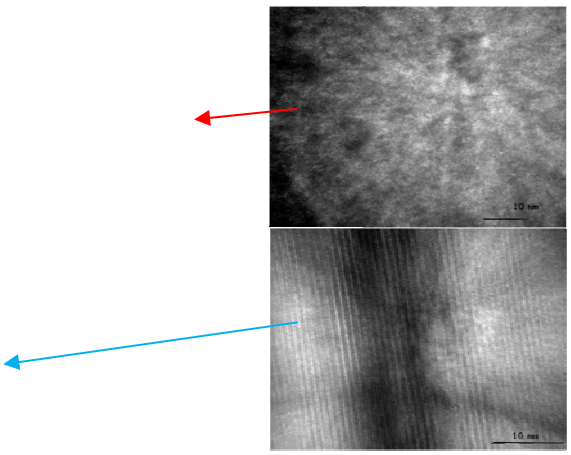


Figure I.21 : Ti_3SiC_2 irradié avec Au 4MeV jusque 7 dpa. Le grain de gauche est orienté selon l'axe a et le grain de droite selon l'axe c. Pour le grain orienté selon a, il n'y a pas de modification de la diffraction, de nombreux défauts d'irradiation sous visibles. Pour le grain orienté selon c, les clichés de diffraction montrent la perte de la surstructure selon cet axe, ce qui est confirmé par les images en haute résolution

De nombreux défauts d'irradiation de petites tailles, des « blacks dots » sont également visibles par MET, que ce soit selon l'orientation a ou l'orientation c (figure I.21).
D'autre part, à dose équivalente (en dpa), la microsctruture observée lors des irradiations sur IRRSUD est identique à celle observée à basse énergie. Une étude plus approfondie serait necessaire pour le confirmer, mais il semble donc que les excitations électroniques n'influent pas sur la microstructure d'irradiation comme cela peut être le cas dans d'autres céramiques pourtant insensibles aux excitations électroniques, comme le SiC pour lequel les excitations électroniques induisent un recuit de l'endommagement créé par les collisions balistiques [Audren 09, Benyagoub 06]. Cela nous permet donc d'utiliser les irradiations effectuées sur IRRSUD pour faire des mesures de nanoindentation sur des grains irradiés sur toute leur épaisseur.

Influence de la température

Le caractère cristallin des grains de Ti_3SiC_2, à dose équivalente, est plus important lorsque la température augmente. A 900°C il n'y a quasiment plus de modifications observables, que ce soit par MET ou par DRX.
Le nombre des défauts étendus (blacks dots) diminue fortement avec la température comme le montre la figure I.22:

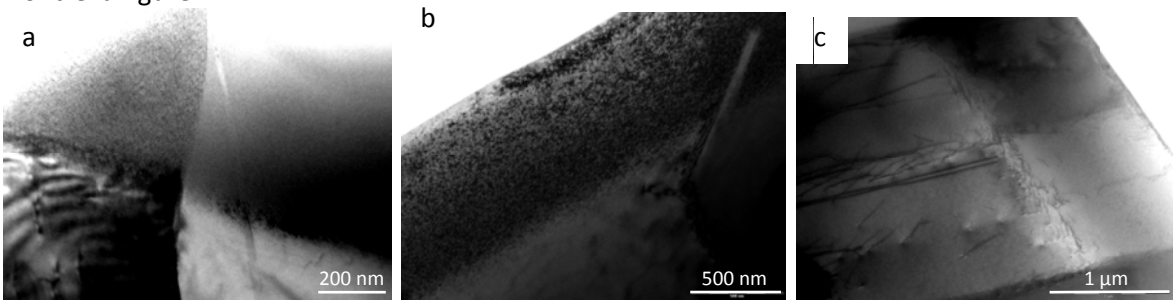


Figure I.22: evolution de la population de défauts étendus en fonction de la température a) 20°C b) 500°C et c) 900°C lors d'irradiation avec des ions Au 4 MeV à une fluence de 10^{15} /cm^2

Modifications des propriétés mécaniques sous irradiation

Comme cela est largement connu dans les matériaux métalliques, la présence de nombreux défauts d'irradiation (les blacks dots) induit un fort durcissement qui a été mis en évidence par des essais de nanoindentation (figure I.23).

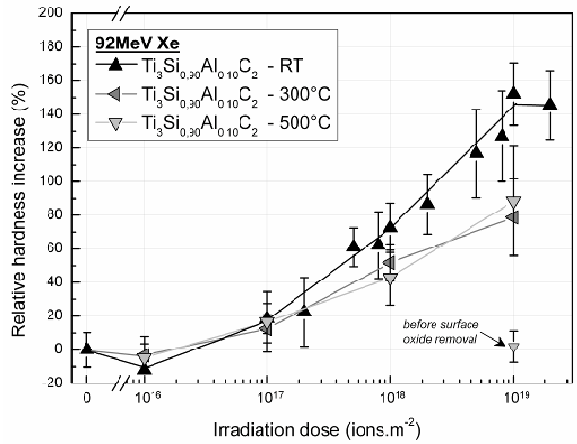


Figure I.23 : durcissement relatif de Ti_3SiC_2 irradié aux ions Xe de 92 MeV, pour différente température, en fonction de la fluence.

Cependant, malgré la perte partielle de la surstructure le long de l'axe c, des essais de nanoindentation réalisés sur des matériaux irradiés sur IRRSUD (afin d'avoir une zone endommagée plus grande que la profondeur affectée lors de l'essai de nanoindentation afin de tester des grains

entiérement irradiés) indiquent que le mécanisme de déformation en kick bands reste présent (figure I.24).

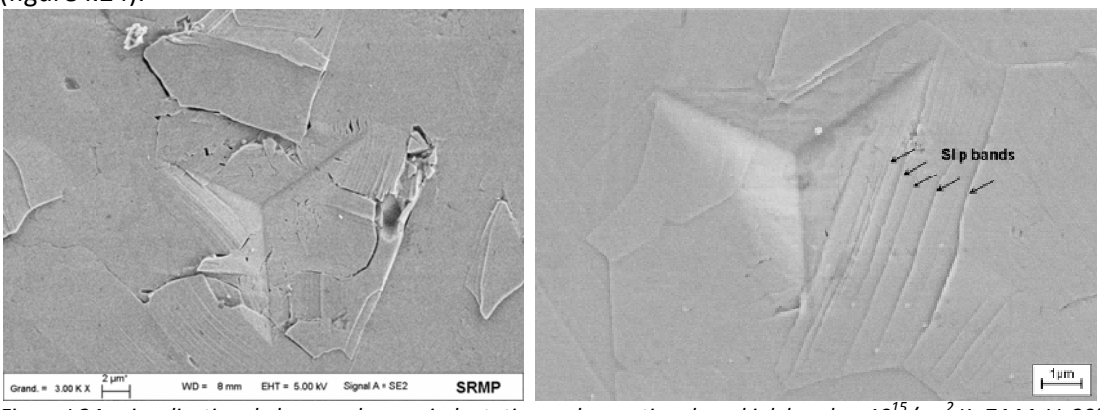


Figure I.24 : visualisation de la zone de nanoindentation – observation des « kink bands » $10^{15}/cm^2$ Kr 74 MeV, 20°C

Conclusion

Les observations MET nous ont permis de montrer que ce matériau était insensible aux excitations électroniques, mais était endommagé par les interactions nucléaires. En effet, les tâches de surstructure visibles en diffraction électronique disparaissent, montrant la perte de l'ordre le long de l'axe c. De nombreux défauts, à peine visible en MET (« blacks dots ») sont également observés, ils sont responsables du fort durcissement du matériau. Ces premiers résultats sont encourageants puisque ce matériau n'est pas totalement amorphe à 7 dpa et que l'observation des échantillons après nano indentation montre que les propriétés de localisation de la déformation sont conservées (observation de bandes de glissement). Finalement, les irradiations en température montrent un recuit des défauts d'irradiation induisant un fort durcissement du matériau et le maintien de la surstructure, ce qui est important pour les applications visées (500-800°C).

Ce travail est à considérer comme un travail exploratoire, permettant de défricher le comportement sous irradiation d'un nouveau type de céramique envisagé dans l'industrie nucléaire. C'est pourquoi nous nous sommes attachés à couvrir un large spectre de conditions d'irradiations, en s'écartant parfois des conditions d'utilisations de ces céramiques. En effet, l'utilisation des ions d'IRRSUD, typique des produits de fission, n'est pas caractéristique des sollicitations que devra subir ce matériau si on l'utilise comme matériau de gainage (à part éventuellement les premiers microns au contact du combustible). Cependant, il nous est paru important d'étudier à la fois le domaine des collisions balistiques et celui des excitations électroniques pour un matériau combinant des propriétés métalliques et de céramiques. De plus, afin de pouvoir effectuer des mesures de nanoindentations, il nous semblait nécessaire d'utiliser des matériaux avec les grains irradiés sur toute leur épaisseur, afin que les « kink bands » ne puissent se former dans la zone non irradiée. La taille des grains étant de l'ordre de 5 à 10 µm, les irradiations sur IRRSUD s'imposaient (bien évidement des irradiations protons permettraient d'avoir une dose plus homogène et d'atteindre un endommagement plus important, mais il n'a pas été possible de mettre cela en place dans le temps imparti pour la thèse de J.C. Nappé). Nous avons ouvert la voie pour l'étude des effets d'irradiation dans cette céramique, mais il reste beaucoup à faire, que ce soit pour décrire finement les modifications structurales ou pour modéliser le durcissement sous irradiation.

Un autre apport de cette étude est la mise en évidence de comportements très différents pour des céramiques semblant proches. Ainsi dans deux silicures, une ($TiSi_2$) est particulièrement résistante alors qu'une autre (certainement Ti_3Si_5) s'amorphise totalement. Il est également possible de comparer directement le TiC et la phase MAX.

Chapitre II

Compréhension des mécanismes induisant les modifications structurales

II. 1. Dissolution des oxydes dans les matériaux ODS

Contexte

L'utilisation des aciers ferrito-martensitiques renforcés par des particules d'oxydes (ODS) est envisagée pour des applications nucléaires dans le cas de fortes doses neutronique et de températures plus élevées que les réacteurs actuels (pour le gainage du combustible dans les SFR, prévu pour fonctionner entre 400 et 600 °C et jusqu'à des doses de 200 dpa, par exemple). En effet, ils présentent un bon compromis entre la bonne résistance au gonflement des aciers ferritiques et la tenue mécanique à chaud assurée par la dispersion d'oxydes. L'utilisation de ce type de matériau passe alors par l'étude de la stabilité des oxydes sous irradiation car la dispersion est nécessaire au maintien des propriétés de fluage.

Lors de ma thèse, l'étude d'une gaine en acier ODS industriel, le DY (Fe-13Cr-1,5Mo+Ti+Y_2O_3), irradiée dans le réacteur Phénix a montré l'instabilité de la dispersion d'oxydes, caractérisée par la dégradation des interfaces oxyde-matrice, la modification de leur composition chimique, la disparition des petits oxydes à fortes doses et par l'apparition d'un "halo" de petites particules d'oxydes autour des grosses inclusions d'origine [Dubuisson 99]. Diverses irradiations expérimentales aux ions et aux électrons ont été effectuées sur ce matériau ainsi que sur des ODS à base d'EM10 (Fe-9Cr) et renforcés par différents types d'oxydes (Y_2O_3, Al_2O_3, MgO et $MgAl_2O_4$) afin d'étudier l'influence des différents paramètres (temps, température, flux, dose, composition chimique...) sur la dissolution des oxydes.

Je ne reprendrai pas ici tous les résultats de ma thèse, mais j'illustrerai de quelle façon l'utilisation d'irradiations expérimentales aux ions ou aux électrons peut permettre d'avoir des informations utiles pour comprendre les mécanismes de dissolution des oxydes en réacteurs dans les matériaux ODS. Je ne décrirai pas les matériaux utilisés lors de ce travail, ni les conditions d'irradiations, le lecteur intéressé pourra se reporter au manuscrit de thèse. Je rappelle toutefois que les oxydes changent de composition chimique lors du procédé de fabrication. Je parlerai dans la suite de ce paragraphe des oxydes d'Y_2O_3, MgO, Al_2O_3 et $MgAl_2O_4$, en me référant aux oxydes introduits lors de la fabrication, mais il faut garder en tête que la composition n'est plus la même après la mécanosynthèse et les divers traitements thermomécaniques utilisés lors de la fabrication des barreaux.

Principaux résultats

La population initiale d'oxydes est très dispersée en taille, il n'est donc pas facile de mettre en évidence une petite dissolution des oxydes en MET. Les oxydes de petites tailles ne sont observables sur les lames minces que par le champ de déformation qu'ils créent dans la matrice. Les conditions d'orientations pour les observer sont également celles permettant de visualiser les défauts d'irradiation, rendant l'évaluation de la taille et de leur densité difficile. C'est pourquoi nous avons privilégié, au cours de cette étude, à la fois les irradiations in-situ dans un microscope pour suivre les oxydes individuellement et pouvoir étudier finement leur dissolution, mais aussi l'utilisation de répliques extractives (dépôt de carbone sur la surface puis dissolution de la matrice) qui nous a permis de quantifier avec plus de précision les évolutions apparues sous irradiation aux ions.

De nombreuses irradiations au microscope à très haute tension (1 MeV) ont été réalisées afin de quantifier la dissolution des différents oxydes lors d'irradiation aux électrons, pour des températures comprises entre 300 et 550°C. Tous les oxydes se dissolvent partiellement avec l'irradiation avec une efficacité dépendant à la fois de la nature chimique de l'oxyde et de la température [Monnet 12a]. La figure II.1 montre, dans le cas du MgO, l'influence de la température sur la dissolution des oxydes.

Jusqu'à 500°C, la perte de rayon est proportionnelle à la fluence et dépend de la température. Les électrons permettant la dissolution, la présence de cascades de déplacement n'est pas nécessaire, il ne s'agit donc pas d'un simple mixing à l'interface dans le cœur des cascades de déplacement. De plus, la température jouant un rôle, il ne peut s'agir d'une dissolution purement balistique.

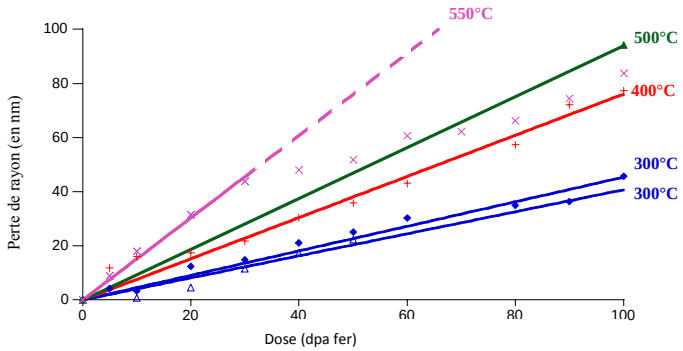


Figure II.1 : Evolution de la perte de rayon en fonction de la dose dans l'EM10+MgO irradié aux électrons de 1 MeV, pour différentes températures.

Les oxydes d'yttrium ne diminuent de taille que pour des irradiations avec des électrons de 1,2 MeV. Cela nous a permis de conclure qu'il fallait, d'une part, que les atomes des deux sous réseaux de l'oxyde (oxygène et métallique) soient déplacés pour induire une dissolution et, d'autre part, que l'énergie seuil de déplacement de l'yttrium soit comprise entre 48 et 64 eV. A température identique, la dissolution des oxydes d'yttrium et de spinelle est la moins importante (figure II.2). Cependant, lorsque l'on trace la diminution de rayon, non pas en fonction de la fluence d'électrons (ou du nombre de dpa dans la matrice), mais en fonction du nombre de dpa dans l'oxyde, l'oxyde d'yttrium se trouve être moins résistant que les autres oxydes testés lors de cette étude (voir figure II.3).

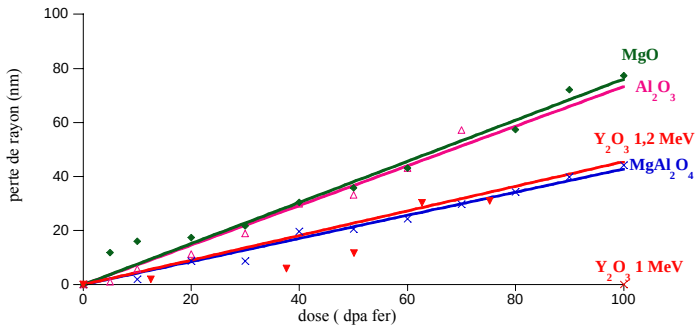


Figure II.2: Perte de rayon en fonction de la dose matrice pour les irradiations aux électrons de 1 MeV (sauf mentionné 1,2 MeV) à 400°C

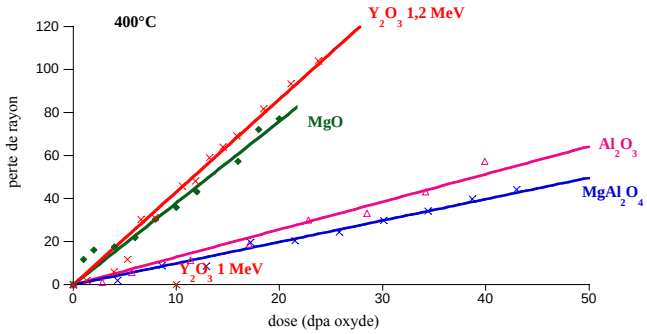


Figure II.3 : Perte de rayon en fonction de la dose oxyde pour les irradiations aux électrons de 1 MeV (sauf mentionné 1,2 MeV) à 400°C

La très bonne tenue des oxydes $MgAl_2O_4$ a été confirmée lors d'irradiation aux ions, puisque jusqu'à 45 dpa aucune modification n'a été décelée (ni modification chimique, ni amorphisation, ni diminution de taille), comme l'indique les images MET réalisées sur répliques extractives (figure II.4). A dose équivalente dans la matrice, le spinelle est l'oxyde le plus stable, suivi de l'oxyde d'yttrium, les oxydes d'aluminium et de magnésium étant les moins stables.

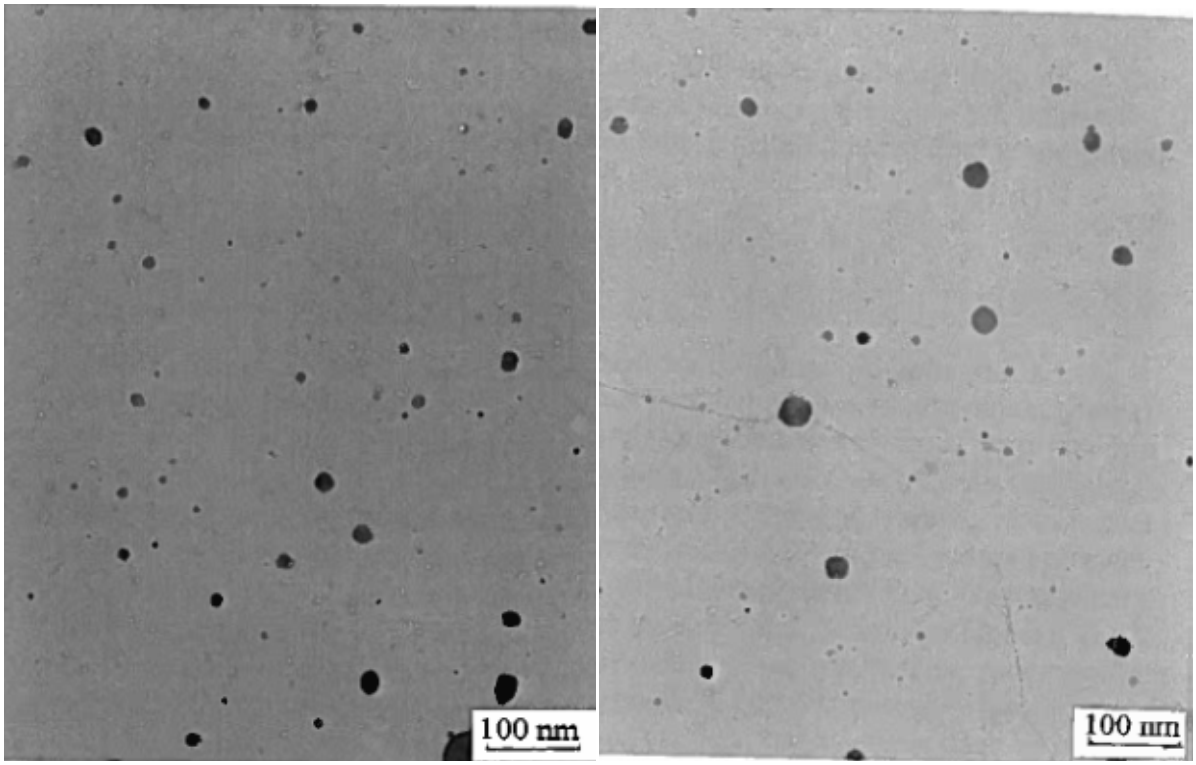


Figure II.4 Répartition des oxydes sur les répliques extractives, dans l'EM10+MgAl2O4, avant irradiation (à gauche) et après irradiation à 500°C jusque 46 dpa avec des ions krypton de 1,2 MeV (à droite).

Les irradiations aux ions argon effectuées in-situ dans un MET au CSNSM d'Orsay indiquent que les ions sont beaucoup moins efficaces pour dissoudre les oxydes que les électrons, à température et dose identique. Cela confirme le rôle primordial des défauts ponctuels sur la dissolution. En tenant compte de la recombinaison et de la formation d'amas de petits défauts dans le cœur des cascades, nous avons montré que la dissolution était identique aux ions et aux électrons lorsque l'on portait la diminution de rayon en fonction du nombre de défauts ponctuels créés et non du nombre de dpa.

Les oxydes pouvant être sensibles aux excitations électroniques, nous avons soumis ces matériaux à des irradiations avec des ions ayant un pouvoir d'arrêt électronique supérieur à celui des PKA (Primary Knocked Atoms). Les dispersions d'oxydes du DY et des ODS à base d'EM10 ne sont pas déstabilisées par des irradiations à 400°C aux ions hélium de 1 MeV, ce qui indique que les interactions électroniques ne sont pas responsables de la dissolution des oxydes sous irradiation aux ions krypton ou argon.

Nous avons également mis au point un modèle très simple de diminution de taille des oxydes régit uniquement par le phénomène d'éjection balistique. La diminution de taille des oxydes est due uniquement à l'éjection d'atomes de l'oxyde directement dans la matrice, on néglige tous les

phénomènes de diffusion). La perte de rayon est estimée en supposant que l'oxyde se dissous d'un volume équivalent à toute la matière remis en solution dans la matrice par éjection balistique. Dans ce cas, la perte de rayon des oxydes est estimée à quelques angströms pour une irradiation de 100 dpa, bien inférieure donc à la dissolution observée [Monnet 04].

Conclusion

La comparaison des évolutions obtenues lors des irradiations aux ions, aux électrons ou aux neutrons sur les divers matériaux permet d'appréhender les mécanismes induisant la dissolution des oxydes:
- Le phénomène de dissolution par éjection balistique des atomes de l'oxyde dans la matrice contribue à la dissolution des oxydes mais ne permet pas d'expliquer son ampleur.
- Le moteur de la dissolution est la création de défauts ponctuels libres à l'intérieur des oxydes ainsi que leur migration jusqu'à l'interface. En effet, la dissolution des oxydes n'est pas liée à la présence de cascades de déplacement et les interactions électroniques n'en sont pas responsables. Pour avoir dissolution, il faut que les atomes des deux sous réseaux de l'oxyde, oxygène et métallique, soient déplacés.
- Finalement, la stabilité sous irradiation de la dispersion d'oxydes est liée à la stabilité intrinsèque des oxydes. En effet, que ce soit lors des irradiations aux ions ou aux électrons les oxydes les plus stables sont les oxydes d'yttrium et les oxydes $MgAl_2O_4$, suivis des oxydes d'aluminium puis de magnésium. Cet ordre est similaire à celui de la résistance des oxydes massifs à l'irradiation dans le régime des collisions balistiques.
- La formation du halo de reprécipités lors de l'irradiation en réacteur n'a pas été reproduite lors des irradiations aux ions ou aux électrons, il a certainement eu lieu lors du recuit thermique de la gaine (600 heures à 400 °C puis refroidissement très lent).

Nouveaux résultats et perspectives

Une nouvelle thèse sur le sujet a été récemment soutenue au SRMA (Thèse de Marie-Laure Lescoat) sur de nouveaux matériaux ODS contenant une dispersion d'oxyde très fine. L'utilisation de microscopes de dernière génération, permettant l'imagerie chimique de petits précipités, a montré que la fine précipitation résistait bien à l'irradiation. Il faut noter que lors de ma thèse ces techniques de visualisation n'étaient pas disponibles, il ne faut donc pas exclure que la fine dispersion d'oxyde ait été toujours présente, mais non observable. Cela pourrait être dû soit, aux des nombreux défauts d'irradiation présents dans la matrice soit, à cause de l'amorphisation ou de la modification des interfaces oxydes/matrice ne permettant plus de visualiser la dispersion par le champ de déformation observé autour des oxydes.

Certains oxydes des ODS contiennent à la fois du titane et de l'yttrium, ils ont été décrit comme étant des oxydes de structure pyrochlore $Y_2Ti_2O_7$ [Sakasegawa 09]. D'autres oxydes de structures pyrochlores, que nous avons étudiés dans le cadre de la transmutation (cf §2.4), subissent une amorphisation ou une transition de phase dans la trace des ions lors d'irradiation aux ions de fortes énergies cinétiques [Sattonay 12]. Même si les matériaux ODS ne seront pas directement soumis à l'irradiation par les produits de fission, il nous est apparu important de connaître le comportement de ces aciers ODS lors d'irradiation dans le régime des excitations électroniques intenses. De plus, cela peut permettre de mettre en évidence un effet de taille des oxydes sur leur résistance à l'irradiation dans le régime des excitations électroniques intenses, ce qui peut apporter des informations utiles dans le cadre de l'utilisation de céramiques oxydes comme matrice de transmutation par exemple. La formation de traces est clairement visible dans les gros oxydes (figure II.5), avec une densité de traces comparable à la fluence d'ion [Monnet 12]. A fortes doses la majorité des petits oxydes sont également amorphes [Monnet 12, Lescoat 11]. Malgré leur

dispersion dans une matrice métallique, les oxydes restent sensibles aux excitations électroniques intenses, même pour des oxydes de taille inférieures à la taille de trace.

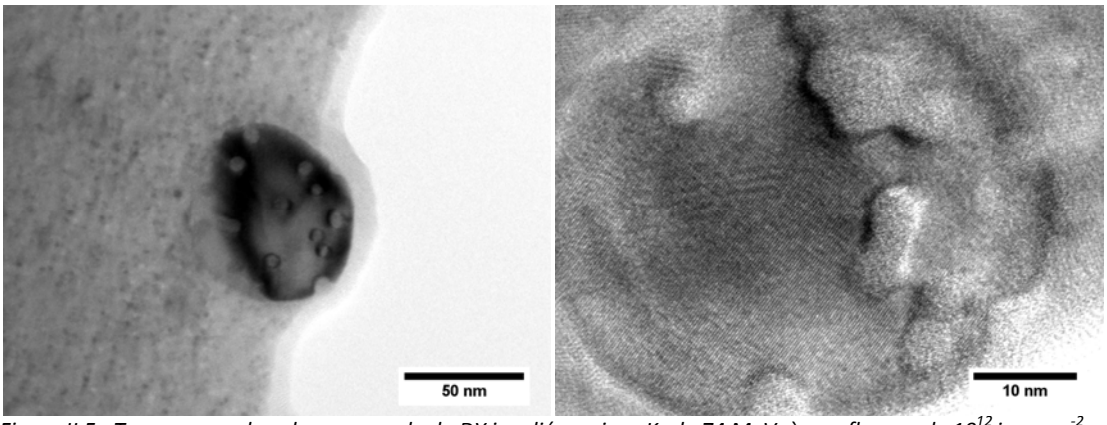


Figure II.5 : Traces amorphes dans un oxyde du DY irradié aux ions Kr de 74 MeV, à une fluence de 10^{12} ions.cm^{-2}.

Denis Menut, dirigé par J.L. Bechade du SRMA et M. Morales du CIMAP, vient de démarrer une thèse dont le but est de caractériser finement la structure cristallographique et la composition chimique des oxydes de certains matériaux ODS en utilisant le rayonnement synchrotron de la ligne MARS de SOLEIL (permettant la mesure d'échantillons actifs). L'évolution de la structure des oxydes, après irradiation en réacteur, mais également lors d'irradiations expérimentales, sera étudiée. Je participerai naturellement à cette thèse, que ce soit pour le choix des matériaux et des conditions d'irradiations, le soutien aux expériences (irradiations et rayonnement synchrotron) comme pour l'interprétation des résultats.

II.2 Transition de phase sous irradiation dans les céramiques

La connaissance des évolutions structurales et microstructurales sous irradiation dans les matériaux céramiques est beaucoup moins avancée que pour les matériaux métalliques. De nombreuses questions n'ont toujours pas été résolues, l'une des plus importantes étant la détermination du moteur des changements de phase constatés lors d'irradiation dans certains systèmes céramiques. La connaissance de la cinétique de ces modifications nécessaire au développement d'une théorie qui pourrait expliquer le mécanisme responsable de ces transitions de phases. Pour atteindre un tel objectif, il est nécessaire de mesurer avec précision les évolutions structurales en fonction des divers paramètres de contrôle (température d'irradiation, densité d'excitation électronique déposée, taille des cascades de déplacement, flux, fluence).

Nous avons donc adapté un diffractomètre de rayons X afin de pouvoir l'installer sur la ligne IRRSUD du GANIL. Cet équipement a été financé par un projet ANR (ANR, BLAN-06-0292) en collaboration avec l'équipe mixte « matériaux fonctionnels pour l'énergie » (CEA-DEN/DMN/SRMA – Ecole Centrale de Paris/SPMS), projet dont j'étais le coordonateur. La géométrie est adaptée pour l'étude des matériaux irradiés en surface (analyse en incidence rasante) et l'inclinaison du goniomètre permet de pouvoir acquérir sur toute la plage 0-120° en laissant passer le détecteur sous le tube guide des ions (contrairement à l'équipement similaire installé en Inde et disposant d'un goniomètre horizontal). Au CIMAP, nous avons conçu la platine porte échantillon ainsi que la chambre à vide permettant l'irradiation in-situ (figures II.6 et II.7) et le système de sécurité a été modifié pour y rajouter des protections liés aux modifications effectués sur la casemate du diffractomètre.

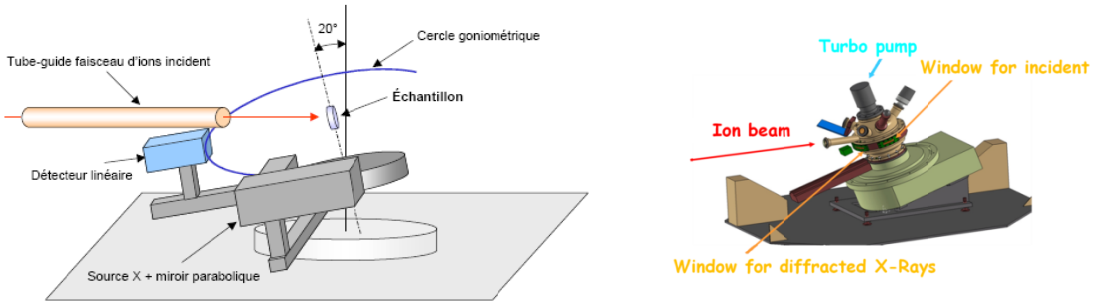


Figure II.6: Schéma de principe du diffractomètre in-situ et chambre d'irradiation développée au CIMAP

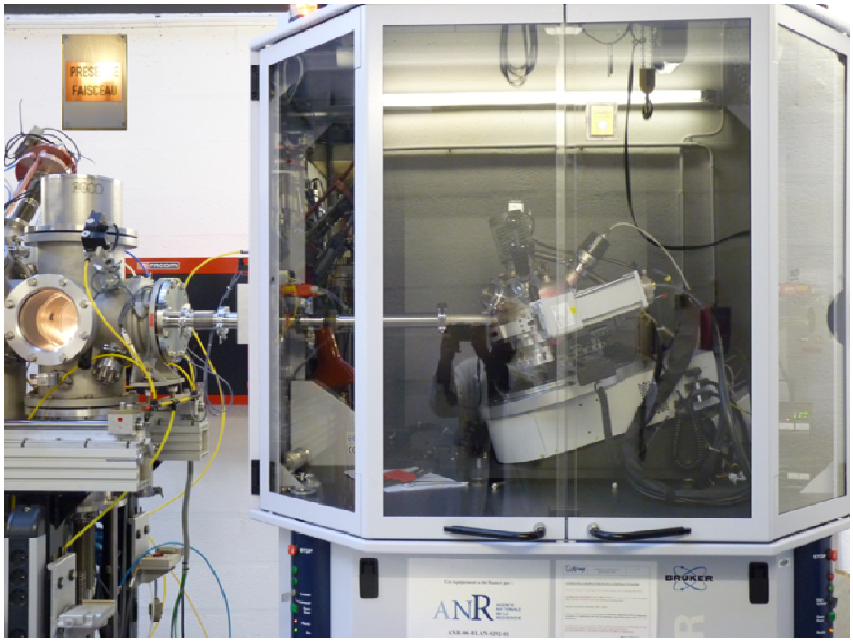


Figure II.7 : Dispositif ALIX, mis en ligne sur IRRSUD

Ce dispositif est utilisé dans deux modes de fonctionnement :

- Le mode séquentiel, pour lequel on interrompt l'irradiation lorsque l'on atteint une fluence donnée avant d'acquérir un diagramme de rayons X. Ensuite on irradie à nouveau l'échantillon pour atteindre la fluence suivante. Dans ce mode, il est possible d'acquérir sur une grande plage angulaire (5-120°), avec des temps suffisamment longs pour avoir un diagramme de diffraction de qualité suffisante pour réaliser des affinements Rietveld. Le temps d'accès limité au faisceau IRRSUD limite cependant les temps d'acquisition à 2 heures maximum. Ce mode est proche des expériences effectuées ex-situ mais permet cependant de s'affranchir de la variabilité des échantillons et de leur positionnement.
- Le mode in-situ pour lequel le diagramme de diffraction des rayons X est acquis pendant l'irradiation. Actuellement nous enregistrons un diagramme toutes les 10 minutes environ, ce qui nous permet, en limitant le flux en début d'irradiation, de pouvoir décrire précisément la cinétique d'évolution d'un ou deux pics. Dans le futur, nous prévoyons de développer une routine permettant d'acquérir sur des temps encore plus cours et de sommer différents spectres afin de suivre encore plus précisément les cinétiques.

L'utilisation d'un détecteur linéaire muni d'un filtrage en énergie (Vantec) nous permet de pouvoir collecter sur une plage angulaire de l'ordre de 10°, ce qui est indispensable si on veut étudier l'évolution d'un pic en continu ou pour limiter les temps d'acquisition. Il nous permet également d'améliorer le signal lors d'acquisition in-situ. En effet, les rayons X émis lors du ralentissement des ions dans le matériau (par Brehmstrahlung) induisent un bruit très important sur le diagramme de

diffraction. La possibilité de filtrer en fonction de l'énergie des X permet d'augmenter le rapport signal/bruit d'un facteur 100 à 1000 selon la composition chimique des matériaux (figure II.8).

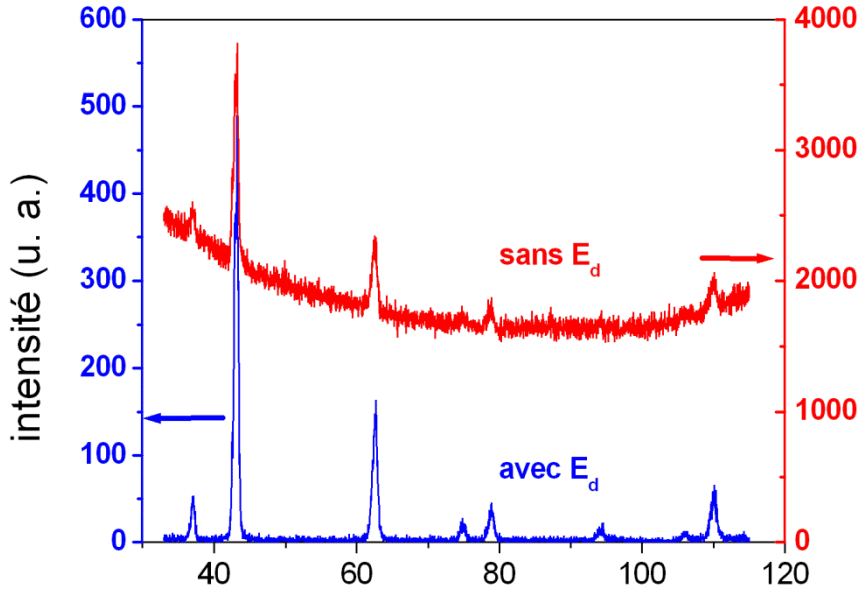


Figure II.8 : Effet du filtrage en énergie sur le diagramme de diffraction acquis in-situ, sous irradiation dans le MgO (flux 2 10^9 ions/cm^2)

Ce dispositif, in-situ, permet de collecter, sur un temps raisonnable, des diagrammes conduisant à des analyses précises des évolutions structurales induites par irradiation en s'affranchissant des problèmes liés à la variabilité des échantillons. Il offre, également, la possibilité de faire varier simultanément différents paramètres de contrôle (flux, fluence, pouvoir d'arrêt), prémisse indispensable aux développements ou à la validation de modèles.

II.2.1 Validation du dispositif ALIX : étude de l'amorphisation du perovskite $SrTiO_3$

Les premières expériences sur le dispositif ALIX ont été effectuées pour un cas simple, le $SrTiO_3$. Nous avions étudié ce composé lors d'une étude antérieure et savions que ce matériau subit une amorphisation totale à forte fluence, avec un seuil en pouvoir d'arrêt de 12 keV /nm [Karlusic 10]. Par contre, la cinétique d'amorphisation n'avait jamais été réellement étudiée même si des observations MET semblaient indiquer que l'amorphisation ne s'effectuait pas directement dans la trace.

Pour cet oxyde, nous avons comparé les résultats obtenus lors d'acquisition séquentielle avec ceux obtenus lors d'acquisition in-situ. Les fractions amorphes sont ici estimées par comparaison des aires nettes du pic 110. Les deux courbes d'évolution de la fraction amorphe se superposent et on confirme bien que l'on atteint l'amorphisation totale (figure II.9).

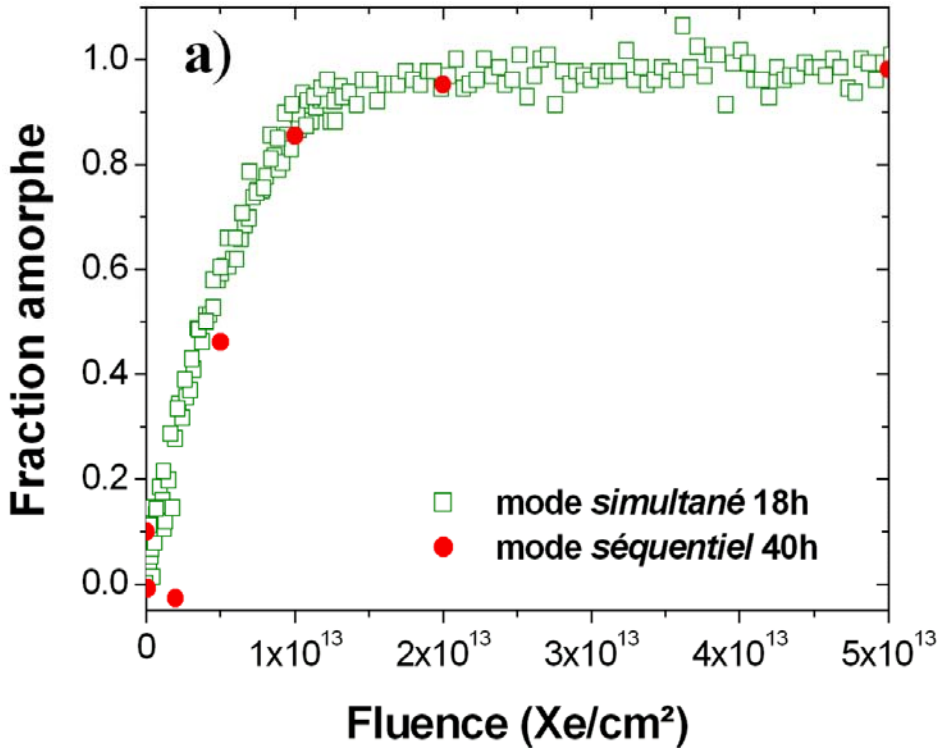


Figure II.9 : Comparaison des fractions amorphes estimées dans le mode séquentiel et le mode simultané.

Un modèle très couramment utilisé pour décrire les cinétiques d'amorphisation est celui de Gibbons [Gibbons 72] qui permet de quantifier la proportion de phase transformée f en supposant qu'il faut un nombre d'impact n pour que la transformation soit totale. Dans notre cas c'est l'amorphisation que l'on considère, la fraction amorphe est :

$$f_a = f_\infty (1 - \sum_{i=0}^{i=n-1} \frac{(\sigma\phi)^i}{i!} \exp(-\sigma\phi))$$

avec f_∞ la fraction amorphe a saturation (ici 1), σ la section efficace d'endommagement, Φ la fluence et n le nombre d'impacts nécessaire pour créer un dommage permanent.

Dans le cas des irradiations aux ions lourds rapides, à partir de la section efficace, on peut calculer le rayon du cylindre endommagé autour de la trajectoire de l'ion r : $\sigma = \pi r^2$.
Pour déterminer si la cinétique d'amorphisation suit une évolution à simple ou à impacts multiples, il est très important d'avoir de nombreux points expérimentaux en début d'irradiation, l'utilisation d'un diffractomètre in-situ permet de pouvoir déterminer avec certitude cette cinétique qui, dans le cas du $SrTiO_3$, est une amorphisation par impact direct comme l'indique la figure II.10. Les acquisitions en mode séquentiel (et donc des acquisitions ex-situ) n'auraient pas permis de trancher (sauf en ayant de nombreux points à faible fluence, souvent incompatible avec le temps de faisceau accessible). Dans ce cas par exemple, pour avoir 8 points en séquentiel, la durée totale de l'expérience (irradiation+acquisition DRX) a durée 40 heures, au lieu de 18 pour le réel in-situ.

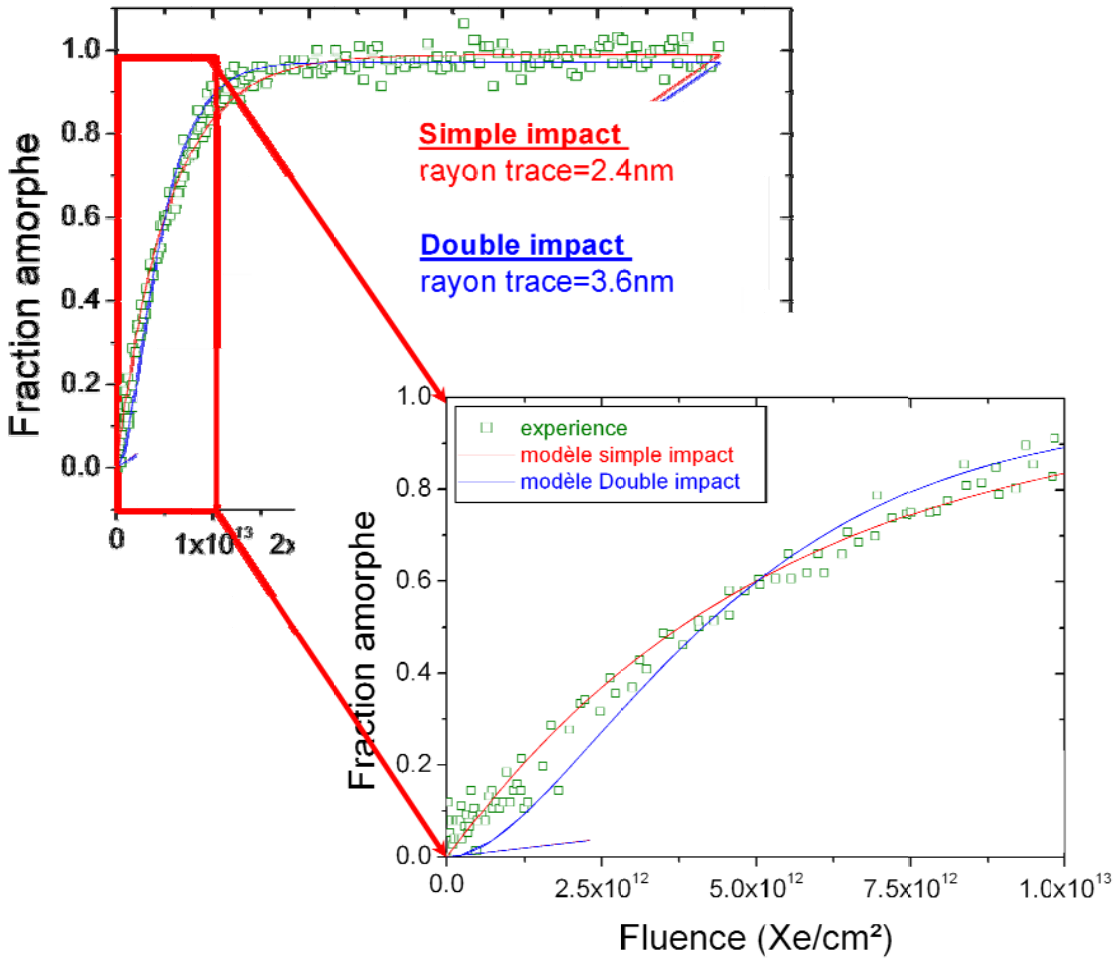


Figure II.10: Evolution de la fraction amorphe déduite des acquisitions in-situ et comparaison avec le modèle de Gibbons pour 1 ou 2 impacts.

L'amorphisation s'effectue directement dans la trace, ce qui ne semblait pas le cas lors de l'observation en MET puisque les impacts d'ions étaient cristallins (figure II.11.a). Cela est certainement lié à une recristallisation sous faisceau d'électron. En effet, ce phénomène a déjà été observé lors d'irradiation aux ions de basse énergie [Zang 09]. Les observations ayant été effectuées sur poudre déposée, le temps nécessaire pour orienter le grain a été suffisant pour induire la recristallisation. Dans le cas du $SrTiO_3$, des monocristaux sont facilement disponibles, nous avons ainsi pu vérifier, en faisant des observations sur des sections planes, que les traces étaient bien amorphes (figure II.11.b).

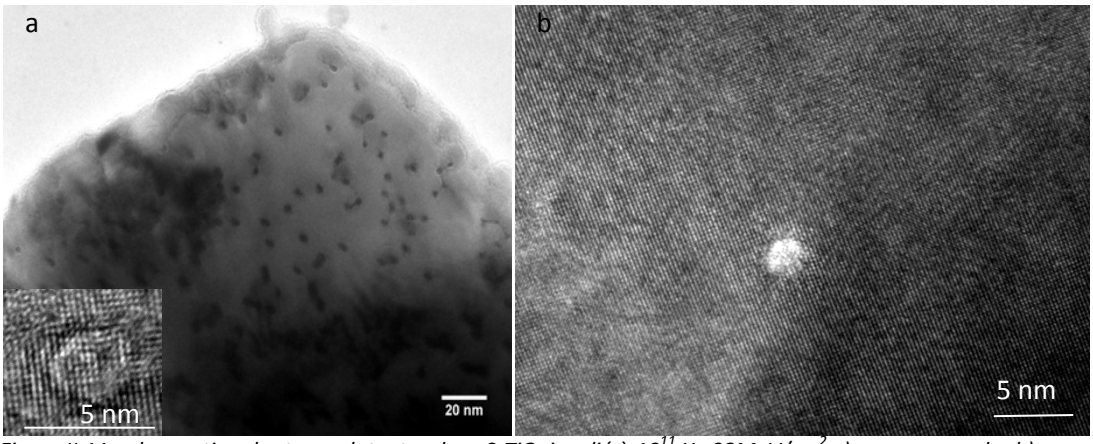


Figure II.11 : observation des traces latentes dans $SrTiO_3$ irradié à 10^{11} Xe 92MeV/cm^2 a) sur poudre b) sur monocristal

Cette étude montre bien la complémentarité entre les analyses DRX et MET, la microscopie seule pouvant induire des erreurs d'interprétation. D'autre part, nous avons bien mis en évidence la pertinence d'utilisation de la diffraction des rayons X in-situ pour décrire les cinétiques de transition de phase, même dans des cas relativement simples, comme une amorphisation directe dans la trace.

II.2.2 Transition de phase dans la zircone

En collaboration avec l'équipe mixte « Matériaux Fonctionnels pour l'Energie », nous avons étudié l'effet du mode de dépôt d'énergie sur l'évolution structurale de la zircone ZrO_2.

Cette équipe a proposé une modélisation, basée sur la théorie de Landau, permettant d'expliquer l'évolution de la structure cristallographique de poudre de zircone, en fonction de la taille des grains [Baldinozzi 03]. Elle a appliqué ce modèle au cas des irradiations à basse énergie. La phase tétragonale créée lors de l'irradiation reste piégée par le champ de déformation résultant des défauts induits par irradiation.

Les irradiations avec des ions de forte énergie cinétique, pour lesquels le transfert d'énergie se fait principalement par excitation électronique, avec dépôt d'énergie localisé le long du passage de l'ion, induisent également cette transition de phase monoclinique -> tétragonale, observée dans le cas d'irradiation aux ions de basse énergie cinétique (transfert d'énergie au matériau par choc balistique, induisant des cascades de déplacement).
Lors de recuits post-irradiation, l'évolution de la fraction de phase tétragonale en fonction de la température de recuit est différente pour les deux types d'irradiation, ce qui suggère que les défauts responsables du piégeage sont différents.
Par réflexion optique diffuse, il est possible de quantifier les centres colorés créés par irradiation, en étudiant les variations de la fonction de Kubelka-Munk F(R) [Hapke 93]. Celle-ci est proportionnelle au coefficient d'absorption optique, la différence $\Delta F(R)$ entre l'échantillon non irradié et l'échantillon irradié est alors proportionnelle à la concentration atomique de centres colorés créés par irradiation.
Pour les matériaux irradiés à basse énergie, la température de recuit des centres colorés est identique à celle de la transition tétragonale -> monoclinique. Par contre, dans le cas d'irradiation aux ions de forte énergie cinétique, comme l'indique la figure II.12, la fraction de phase tétragonale (x_t) ne diminue pas pour la même température que celle correspondant au recuit des centres colorés (concentration proportionnelle à $\Delta F(R)$) [Baldinozzi 06].

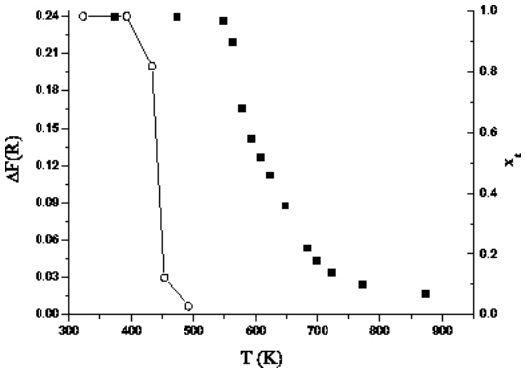


Figure II.12 : Evolution en fonction de la température de la fraction de phase tétragonale (x_t) et de $\Delta F(R)$ pour une zircone irradiée à haute énergie.

Des examens complémentaires en microscopie électronique en transmission ont permis de caractériser ces défauts : il s'agit de dislocations (figure II.13).

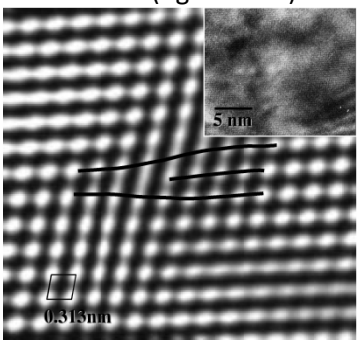


Figure II.13 : dislocation observée par reconstruction d'image obtenue par filtrage (image originale dans l'insert)

Dans cet exemple, nous avons mis en évidence que, quelque soit le mode de dépôt d'énergie (excitation électronique intense ou collisions balistiques), la structure de la zircone évolue vers le même état final (ici la phase tétragonale) mais que les défauts, mis en jeu dans cette transition de phase, sont différents.

II.2.3 Transition de phase dans certains oxydes de structure pyrochlore

Contexte

La gestion du plutonium et des actinides mineurs générés dans l'industrie nucléaire est une problématique majeure pour le développement des futurs réacteurs nucléaires. Les oxydes de structure pyrochlore $A_2B_2O_7$ sont une des céramiques envisagées pour l'immobilisation des actinides et du plutonium [Ewing 04]. Ces céramiques doivent être chimiquement stables, capable d'incorporer ces éléments et leur propriétés ne doivent pas être dégradées par irradiation α issus de la décroissance des actinides. Pour l'entreposage, ils seront soumis à l'irradiation α, aux ions de reculs (70-100 keV) et aux produits de fission dans la cas d'incorporation de certains actinides avec un fort taux de probabilité de fission spontanée. Pour la transmutation, ils seront, en plus, soumis à des irradiations par des neutrons et des produits de fission. De plus, les pyrochlores ont des applications potentielles dans de nombreux domaines, par exemple en catalyse, piézoélectricité ou magnétorésistance géante. L'utilisation de faisceaux d'ions pour modifier localement la structure de ces matériaux peut alors s'avérer intéressante [Lian 01].

Les phases pyrochlores cristallisent dans le groupe d'espace Fd m. Leur formule générique est $A_2B_2O_6$(O,OH,F) avec A et B des cations métalliques. Cette structure est proche de la structure

fluorine, la différence est qu'elle contient deux sites cationiques (16c et 16d) et que 1/8 des sites anioniques (48f) sont vacants. Les cations et les oxygènes vacants sont ordonnés. La figure II. 14 indique la zone de stabilité de la structure pyrochlore, à température ambiante, en fonction du rapport cationique.

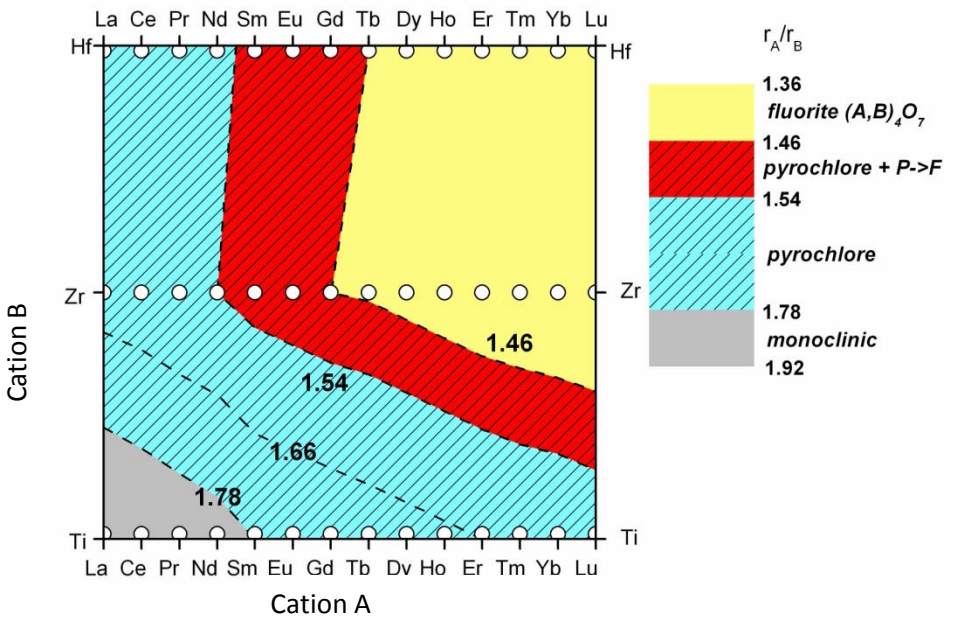


Figure II.14:Phase stables à temperature ambiante en fonction de la composition chimique de différents matériaux de formule $A_2B_2O_7$, en fonction du rapport (r_A/r_B), avec A=La-Lu et B=Ti, Zr ou Hf.

De nombreuses études ont été effectuées sur la résistance à l'irradiation de ce type d'oxydes, en particulier aux Etats-Unis, pour des irradiations avec des ions de basse énergie, où l'utilisation de cette phase a été proposée pour l'incorporation de plutonium et d'actinides mineurs [voir Ewing 04 pour une revue]. La résistance dépend de la composition chimique, par exemple le $Gd_2Ti_2O_7$ s'amorphise alors que le $Gd_2Zr_2O_7$ subit une transition de phase, de la phase pyrochlore vers la phase fluorine.
Concernant les irradiations dans le domaine des excitations électroniques intenses, on assiste aux mêmes transitions de phases dans la trace des ions. Dans le cas de $Gd_2Ti_2O_7$, les traces sont amorphes, alors que pour le $Gd_2Ti_{2-x}Zr_xO_7$ des traces de type cœur amorphe/couronne fluorine ont été observées [Lang 09].

Résultats obtenus

En collaboration avec le CSNSM, Orsay et le LEMHE, Orsay, les transitions de phases dans différents oxydes de structure pyrochlore ont été étudiées, en combinant des observations en MET et en DRX (à la fois ex-situ et in-situ).
Les premières expériences ont été réalisées ex-situ, à Orsay. Elles ont permis de confirmer l'effet de la composition chimique sur la résistance à l'irradiation des oxydes de structure pyrochlore, comme l'indique la figure II.15 montrant l'évolution des diagrammes de diffraction avant et après irradiation à 4.10^{13} ions/cm^2 Xe 92MeV.

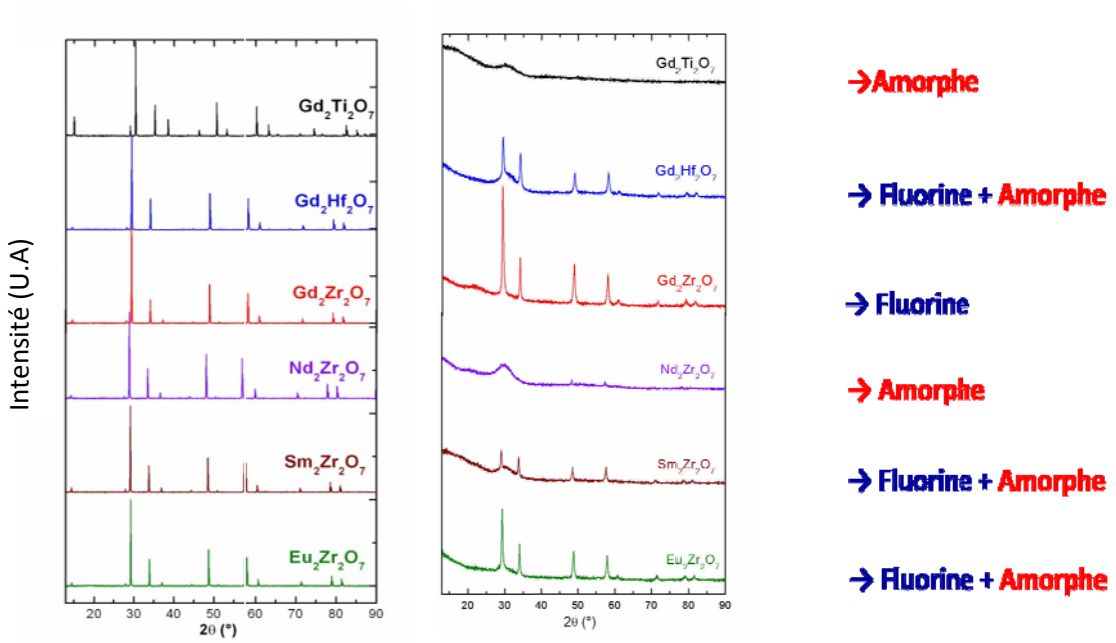


Figure II.15 : Diagrammes de diffraction des Rayons X avant (gauche) et après irradiation à 4.10^{13} ion.cm^{-2}, Xe 92 MeV (droite) pour différentes compositions de pyrochlore.

L'analyse fine des diagrammes de diffraction a permis de tracer l'évolution des différentes phases (pyrochlore, fluorine, amorphe) en fonction de la fluence. Afin de reproduire l'évolution des diagrammes de diffraction en fonction de la fluence, pour toutes les compositions chimiques, nous avons proposé un modèle phénoménologique en tenant compte du caractère hétérogène des traces. Les traces ne sont plus homogènes, comme c'est le cas du modèle standard (adapté pour le cas des excitations électroniques intenses du modèle de Gibbons), mais de la forme cœur/couronne. Dans ce cas une partie des traces s'amorphise alors que la couronne (où le pouvoir d'arrêt est plus faible) se transforme en une structure fluorine. Le recouvrement de trace induit également une transition de phase fluorite -> amorphe (figure II.16).

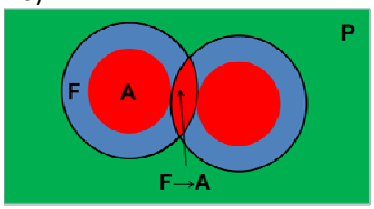


Figure II.16 : Principe schématique du modèle de recouvrement de traces hétérogènes

En considérant les diverses sections efficaces de ces transition de phases (σ_A la section efficace d'amorphisation de la phase pyrochlore (cœur), σ_F la section efficace de transition de la phase pyrochlore vers la phase fluorite (coquille) et σ_{FA} la section efficace d'amorphisation de la phase fluorite), la variation des différentes fractions volumiques (f_A, f_P et f_F pour amorphe, pyrochlore et fluorite, respectivement) des phases peut s'écrire :

$$\frac{df_P(\phi)}{d\phi} = -\sigma_A f_P - \sigma_F f_P$$

$$\frac{df_F(\phi)}{d\phi} = \sigma_F f_P - \sigma_{FA} f_F$$

$$\frac{df_A(\phi)}{d\phi} = \sigma_A f_P + \sigma_{FA} f_F$$

La résolution de ces équations différentielles permet de calculer les fractions volumiques des différentes phases en fonction de la fluence ϕ:

$$f_P(\phi)=\exp(-(\sigma_A+\sigma_F)\phi)$$

$$f_F(\phi)=\frac{\sigma_F\exp(-(\sigma_A+\sigma_F)\phi)[-1+\exp((\sigma_A+\sigma_F-\sigma_{FA})\phi)}{\sigma_A+\sigma_F-\sigma_{FA}}$$

$$f_A(\phi)=\frac{\sigma_A-\sigma_{FA}}{\sigma_{FA}-\sigma_F-\sigma_A}\exp(-(\sigma_A+\sigma_F)\phi)+\frac{\sigma_F}{\sigma_{FA}-\sigma_F-\sigma_A}\exp(-\sigma_{FA}\phi)+1$$

Cela nous a permis d'estimer le rayon de traces (rayon total mais également rayon de la zone amorphe) pour les différentes compositions, comme présenté figure II.17.

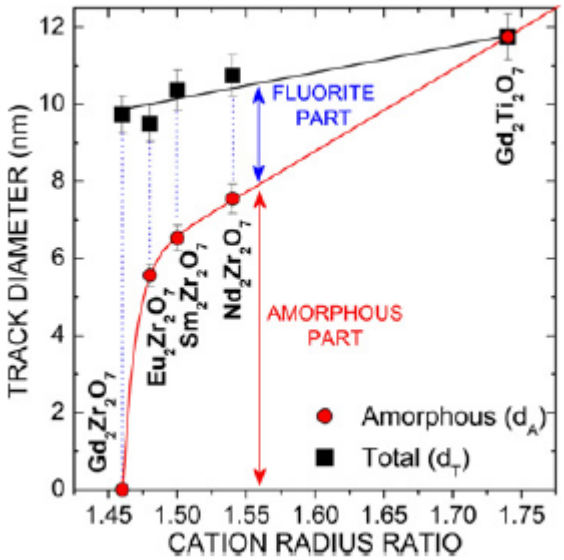


Figure II.17 : Variation du diamétre de trace totale ainsi que du cœur amorphe en fonction du rapport cationique pour différents pyrochlore irradié avec des ions U de 119 MeV [Sattonay 12b].

L'observation en MET a permis de vérifier la pertinence du modèle. En effet, nous avons ainsi mis en évidence que la structure des traces dans les pyrochlores dépendait de leur composition chimique : amorphe dans $Gd_2Ti_2O_7$, cœur amorphe/coquille fluorine dans Gd_2TiZrO_7 et trace plus complexe dans $Nd_2Zr_2O_7$, comme l'indique la figure II.18 montrant les images haute résolution des traces ainsi que les transformées de Fourier à divers endroits (matrice, cœur, couronne). Les rayons de traces sont cohérents avec ceux déduits du modèle.

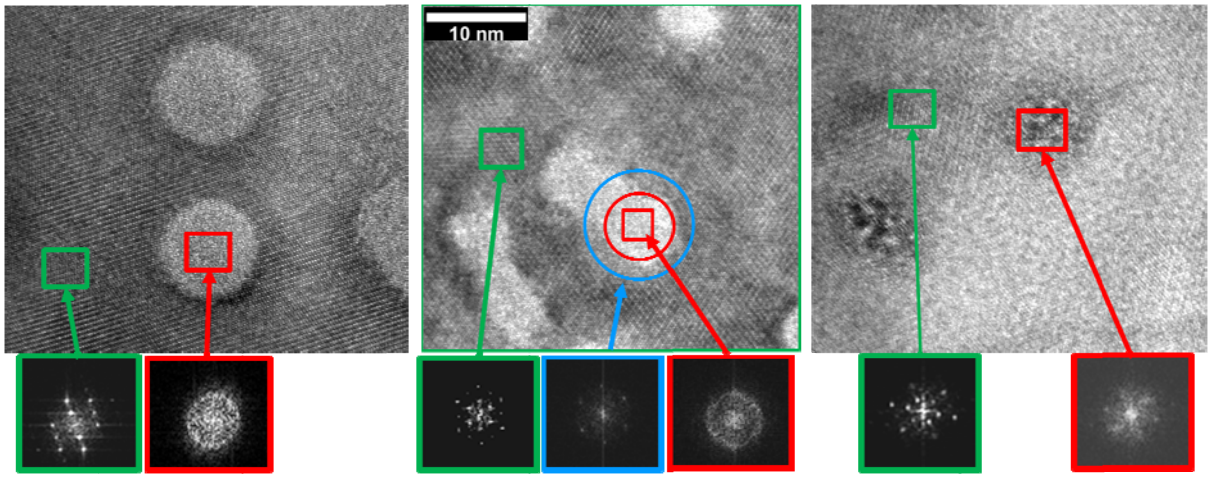


Figure II.18 : Observation en MET haute résolution de traces latentes dans trois pyrochlores : $Gd_2Ti_2O_7$ (gauche), Gd_2TiZrO_7 (milieu) et $Nd_2Zr_2O_7$ (droite). L'échelle est commune aux trois images.

Dans le cas de structures de traces plus complexes ($Nd_2Zr_2O_7$ par exemple), le modèle proposé est toujours valide, mais il ne peut être déduit de rayon de cœur amorphe dans ce cas, seulement une proportion de phase amorphe et de phase fluorine dans les traces.

Récemment, le dispositif ALIX a été utilisé pour suivre plus précisément la cinétique des transitions de phases (pyrochlore, fluorite et amorphe) en fonction de la fluence pour des ions Xe de 92 MeV (figure II.19).

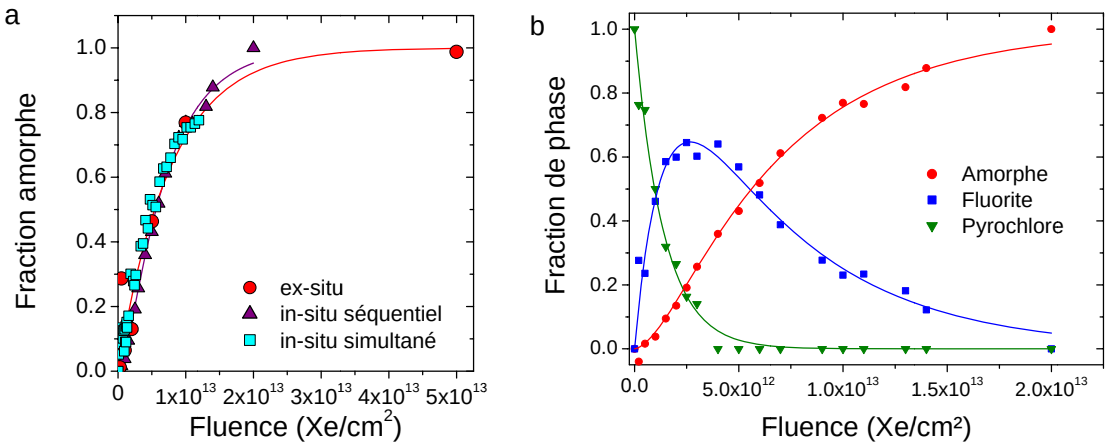


Figure II.19 : Evolution des diagrammes de diffraction en fonction de la fluence pour le $Nd_2Zr_2O_7$ irradié au Xe 92 MeV a) comparaison des différents modes b) Evolution des fractions de phases en fonction de la fluence déduite de l'analyse Rietveld des diagrammes de diffraction

Cette dernière expérience montre bien toute la précision qui peut être apportée dans la description des évolutions de phases en utilisant le dispositif ALIX plutôt que des expériences ex-situ réalisées sur une série d'échantillon irradiées à différentes fluences.

II.3. Semi-conducteurs III-N de structure wurtzite sous irradiation (thèse de Mamour Sall)

Les semi-conducteurs de structure wurtzite à base d'azote (AlN, GaN, InN) constituent actuellement la deuxième famille de matériaux semi-conducteurs après le silicium en ce qui concerne les applications électroniques, de loin la première famille dans le domaine de l'optoélectronique. En effet, en combinant ces trois semi-conducteurs, on arrive à couvrir la plus grande étendue du spectre

pour une famille de matériaux soit, de l'UV lointain (200 nm) au delà des longueurs d'onde de communication par fibres optiques (1,54 µm). Bien que les propriétés de ces matériaux permettent d'espérer le fonctionnement optimal des dispositifs en milieu hostile, à l'heure actuelle, il existe encore peu de travaux permettant de prévoir le comportement des futurs dispositifs en conditions réelles. Leur comportement sous irradiation, par exemple, est peu connu, en particulier en ce qui concerne les ions de forte énergie cinétique, particules présentes dans les vents solaires.

L'objectif de la thèse de Mamour Sall est d'étudier l'évolution microstructurale sous irradiation aux ions lourds de haute énergie de GaN, InN et AlN.

Préalablement, nous avions évalué le seuil de création de traces pour le GaN et observé, pour la première fois, des traces dans l'InN [Mansouri 08].

La thèse de Mamour Sall n'ayant pas encore été soutenue, je ne dévoilerai pas tous ses résultats, j'illustrerai juste à partir de cet exemple la démarche qui peut être adoptée pour déterminer le mécanisme responsable de la création de certains défauts.

Détermination du seuil de création de traces.

Avant nos travaux, seuls quelques résultats d'irradiation aux ions lourds rapides étaient disponibles sur les semiconducteurs III-N. Les premières études structurales par microscopie électronique en transmission du GaN sous irradiation aux ions lourds (Au 200 MeV) montrent des traces discontinues, désordonnées mais pas complètement amorphes le long du trajet de l'ion [Kucheyev 04]. Une délamination de la couche mince de GaN du substrat de saphir a été observée pour des fluences supérieures à 10^{13} ions/cm² [Kucheyev 04]. En ce qui concerne l'AlN, il n'existait pas d'étude sur couche mince mais le seuil de création de trace dans de l'AlN polycristallin est supérieur à 34 keV/nm [Zinkle 02].
Aucune étude n'était disponible sur l'InN irradié aux ions lourds.

Nous avons déterminé le seuil de création de traces dans le GaN qui n'était pas connu. Pour cela, nous avons utilisé une méthode originale, développée dans une autre collaboration sur le $SrTiO_3$, à savoir utiliser les ions en incidence rasante pour pouvoir utiliser l'AFM afin de détecter la présence, ou non, de traces [Akcöltekin 07]. Cela permet une détermination rapide (et non destructive) du seuil de création de trace, dans le GaN, il est compris entre 17 keV/nm et 22.5 keV/nm (figure II.20).

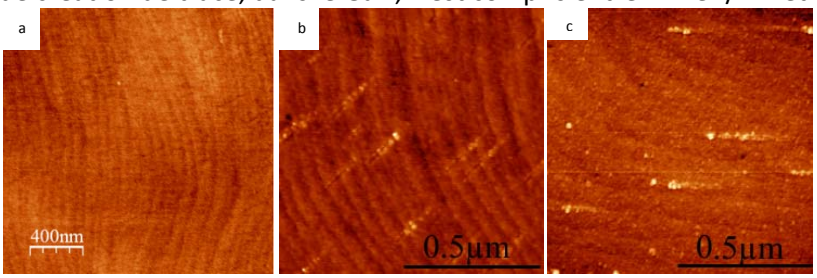


Figure II.20 : Image AFM de GaN irradié avec un angle d'incidence de 1° avec a) 74 MeV ^{86}Kr b) 92 MeV ^{129}Xe et c) 104 MeV ^{208}Pb. Les traces ne sont visibles que pour le Xe et le Pb, le seuil de création de traces est donc compris entre le pouvoir d'arrêt des ions Kr (17 keV/nm) et celui des ions Xe (22,5 keV/nm).

Au cours de la thèse de Mamour Sall, nous avons poursuivi cette étude en confirmant le seuil de création de trace sur des sections transverses de GaN irradié. De plus, en utilisant des irradiations avec des agrégats, nous avons pu créer des traces amorphes, à la fois dans le GaN et l'AlN, comme l'indique la figure II.21.

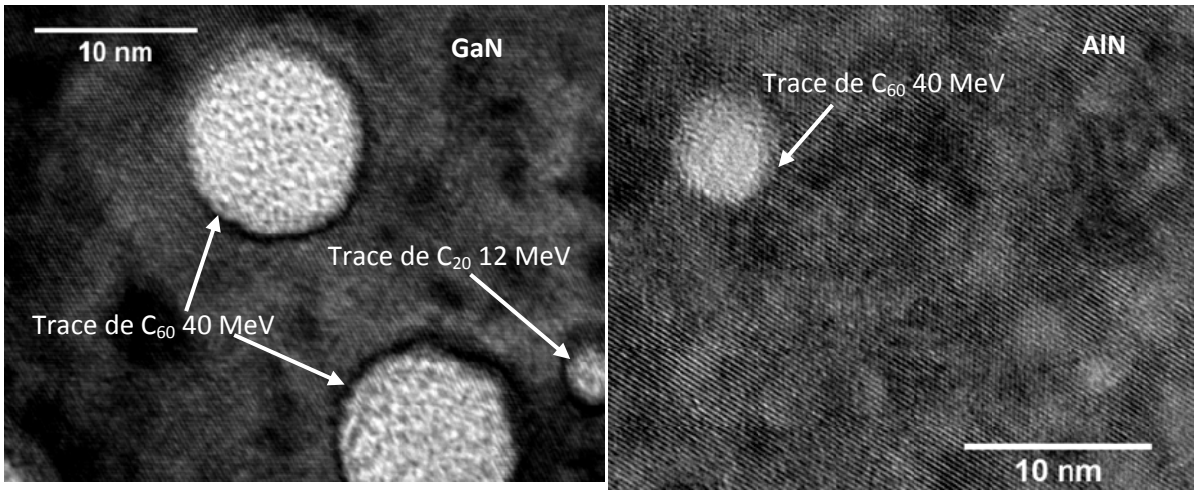


Figure II.21 : Image MET haute résolution sur des lames minces de GaN et AlN préparées en section plane puis irradiée avec des aggrégats (C_{60} 40 MeV + C_{20} 12 MeV) au tandem de l'IPN d'Orsay.

Etude des centres colorés dans le GaN et l'AlN

Des couches de GaN, AlN et InN déposées sur saphir ont été irradiées sur la ligne IRRSUD. Le changement de couleur des couches indique qu'il se forme certainement des centres colorés lors d'irradiations avec des ions lourds rapides. Un des buts de la thèse de Mamour est de caractériser ces éventuels centres absorbants et de déterminer par quels mécanismes ils étaient formés (excitation électronique, collision balistique ou contribution des deux).
La première étape consiste à adapter le dispositif CASIMIR du laboratoire (permettant l'enregistrement de spectre infra rouge à 15K in-situ) pour pouvoir effectuer des mesures in-situ d'absorption optique UV-Visible. Le spectromètre utilisé est un Varian Cary 300 UV-Visible. La chambre à vide, munie d'une tête cryogénique et permettant de positionner l'échantillon soit pour l'irradiation soit pour la mesure de son spectre d'absorption par une rotation de 90°, est montée sur la ligne IRRSUD.
Que ce soit pour le GaN ou l'AlN, des pics d'absorption ont été mis en évidence (figure II.22). Pour l'AlN ce pic était connu lors d'irradiation aux protons [Zhou 01], par contre il n'avait jamais été mentionné dans la littérature pour le GaN. L'évolution du spectre d'absorption du saphir a également été étudiée, afin de pouvoir soustraire sa contribution.

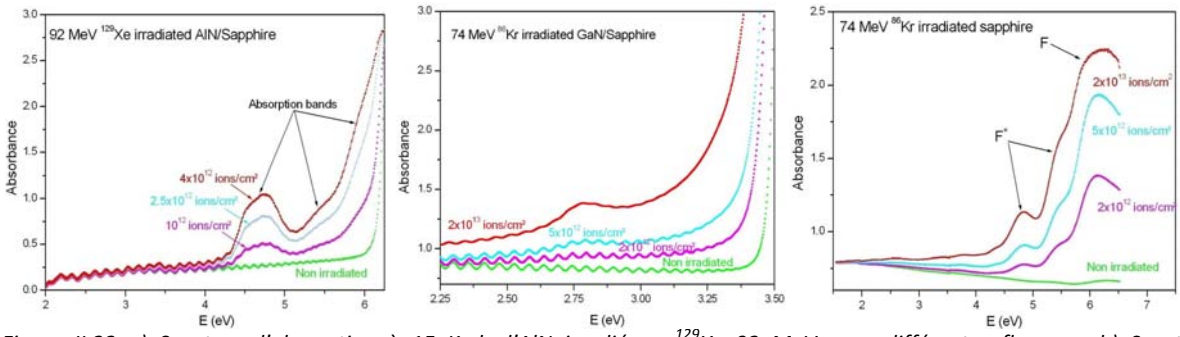


Figure II.22 a) Spectres d'absorption à 15 K de l'AlN irradié au ^{129}Xe 92 MeV pour différentes fluences. b) Spectres d'absorption à 15 K du saphir irradié au ^{86}Kr 74 MeV à différentes fluences.

Les oscillations sur les spectres sont dues aux interférences dans la couche mince, nous les avons utilisées pour déterminer l'épaisseur exacte de nos couches minces et renormaliser l'intensité en fonction de l'épaisseur réelle de la couche.

Le saphir présente aussi des bandes d'absorption après irradiation (figure II.22.c). Ces bandes sont dans la littérature attribuées à des centres F^+ (4.84 et 5.41 eV) et F (5.90 eV) qui sont respectivement des lacunes d'oxygène ayant capturé un ou deux électrons [Chen 91].

Le GaN

Dans le GaN une bande d'absorption à 2.77 eV apparait sur le spectre du GaN/Saphir. Cette bande d'absorption, de par son intensité, n'a pas d'équivalent dans le saphir seul. Le centre F_2^{2+} reporté dans le saphir à 2.75 eV [9] est à peine visible sur le spectre du saphir irradié au ^{86}Kr 74 MeV avec un plus grand nombre de dpa que dans le substrat de saphir dans GaN/Saphir irradié au ^{86}Kr 74 MeV. En effet, ce centre n'apparaît qu'après saturation des bandes liées aux F et F^+, car il résulte de la formation de centres F_2 par regroupement de centres F. Il y a donc une bande d'absorption créée par l'irradiation aux ions lourds rapides dans la couche mince de GaN.
Pour déterminer le mécanisme responsable de la bande d'absorption du GaN, nous avons effectué des irradiations avec des ions de pouvoirs d'arrêts différents. Nous avons alors étudié l'évolution de l'aire normalisée en fonction d'une part de la dose déposée par excitation électronique et d'autre part du nombre moyen de dpa déposé dans la couche (figure II.23). Dans le cas du GaN l'intensité du pic d'absorption évolue avec le nombre de dpa, ce qui est couramment observé pour des matériaux non radiolysables. En effet, les centres colorés sont alors créés lors des déplacements atomiques dus aux chocs nucléaires.

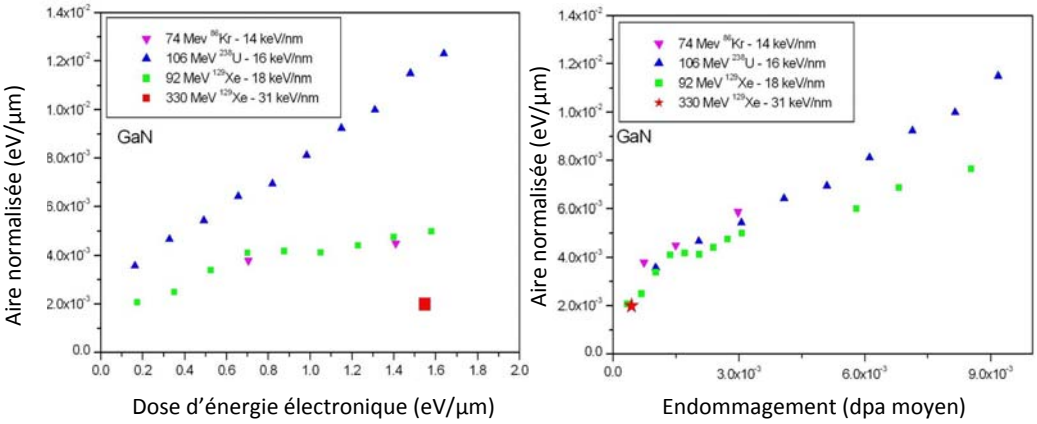


Figure II.23 : Evolution de l'aire de la bande d'absorption du GaN a) en fonction de la dose électronique b) en fonction du nombre de dpa

L'AlN

Pour évaluer la contribution du substrat de saphir dans le spectre de l'AlN/Saphir, nous allons considérer que les défauts dans le saphir sont principalement créés par chocs balistiques, comme cela a été montré par Canut et al. [Canut 95]. En considérant une augmentation linéaire de l'intensité des pics avec le nombre de déplacements par atome (dpa), on peut obtenir la contribution du saphir dans AlN/Saphir en multipliant le spectre du saphir seul, par le rapport des dpa dans le saphir sous AlN et dans le saphir seul. La figure II.24 montre, à titre d'exemple, la contribution du saphir et de l'AlN dans le spectre de l'AlN/Saphir.

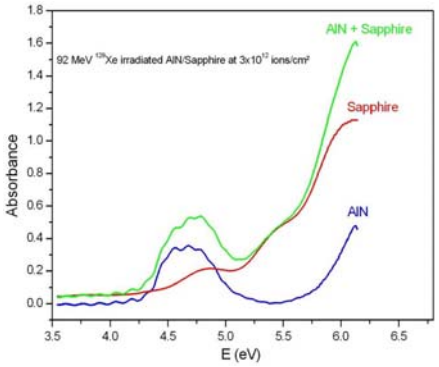


Figure II.24 : Contributions du saphir et de l'AlN dans le spectre de l'AlN/Saphir irradié au ^{129}Xe 92 MeV

Deux pics d'absorption à 4.52 et 4.77 eV ont été reportés par Zhou et al. [Zhou 01] dans le cas d'une implantation aux protons où les excitations électroniques sont négligeables. Ils ont été attribués à des lacunes d'azote. Ces pics se situent au même endroit que la bande d'absorption observée lors d'irradiation aux ions lourds rapides. Dans la suite du document, nous avons mesuré l'aire sur toute la bande (sans différencier deux contributions).
Pour déterminer le mécanisme de formation des défauts, nous avons fait varier le pouvoir d'arrêt électronique, la section efficace d'endommagement par collision élastique σ_d et le rapport entre le pouvoir d'arrêt électronique et le pouvoir d'arrêt nucléaire (ENSP). Pour cela, nous avons comparé, les bandes d'absorption de l'AlN/Saphir irradié avec différents ions (voir tableau 4).

Ion	E_{in} - E_{out} (MeV)	σ_d (10^{-16} ion/cm²)	S_e (keV/nm)	ENSP
^{129}Xe*	330 - 270	0.3	23.1	486
^{208}Pb	116 – 79	2.6	18.3	47
^{238}U	106 - 78	3.6	17.1	32
^{129}Xe	92 - 66	1.1	16.5	113
^{129}Xe	72-47	1.4	14.3	75
^{86}Kr	74 - 64	0.4	12.8	230
^{238}U*	22 - 10	13.1	5.5	6
^{129}Xe*	14 - 04	6.5	4	5

Tableau 4 : énergie à l'entrée et à la sortie de la couche, Section efficace de déplacement moyenne, pouvoir d'arrêt électronique moyen et rapport de ces deux grandeurs dans AlN pour chaque faisceau utilisé.

La figure II.25 représente la variation de l'aire de la bande d'absorption avec la fluence pour quelques unes des irradiations. L'aire est normalisée par l'épaisseur de la couche utilisée estimée par la méthode proposée par Swanepoel 85 à partir des oscillations sur le spectre d'absorption.

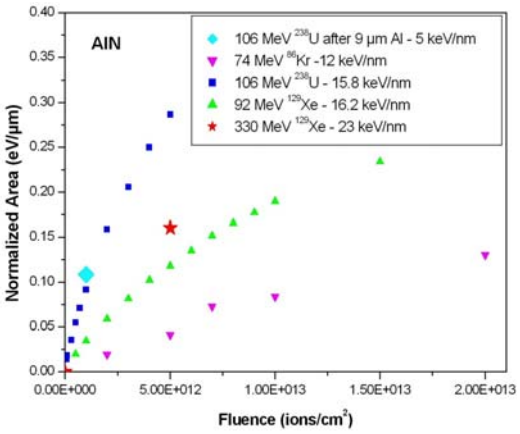


Figure II.25: Evolution de l'aire normalisée de la bande d'absorption de l'AlN en fonction de la fluence pour chaque ion

La représentation en fonction de la fluence ne permet pas de déterminer le mécanisme responsable de la création de la bande d'absorption, pour cela nous avons représenté ces mêmes courbes d'une part, en fonction de la dose déposée par excitation électronique et d'autre part, fonction du nombre moyen de dpa créés dans la couche [Sall 13]. La représentation en fonction de la dose électronique (figure II.26.a) ne montre pas une évolution monotone avec la dose. De plus, les faisceaux 106 MeV ^{238}U et 116 MeV ^{208}Pb ont quasiment le même S_e bien que les évolutions avec la dose électronique soient notoirement différentes. Ces constatations montrent que les excitations électroniques seules n'expliquent pas la création des défauts responsables de cette bande d'absorption. La contribution des chocs élastiques est donc à considérer, même dans le cas d'une irradiation sur IRRSUD où le pouvoir d'arrêt électronique est prépondérant.

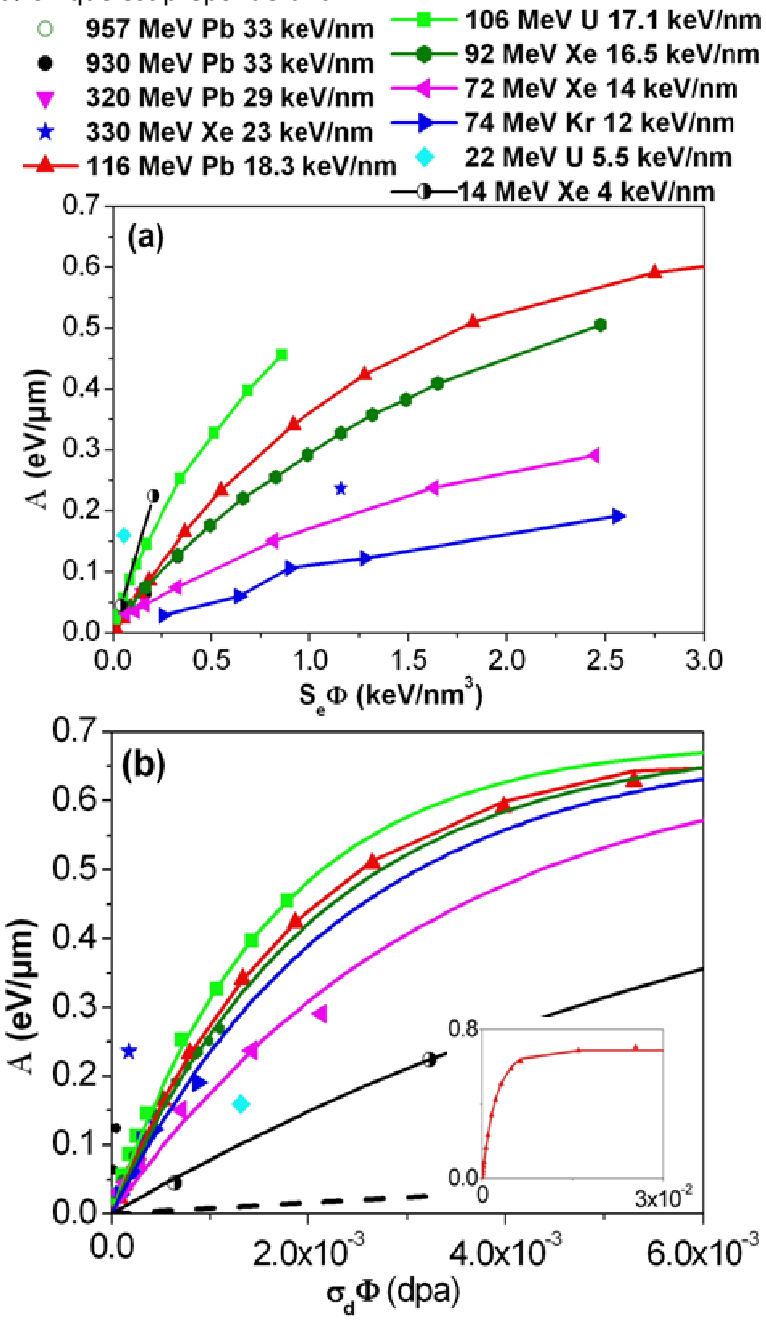


Figure II.26 : Evolution de l'aire de bande d'absorption de l'AlN en fonction a) de la dose d'énergie électronique déposée et b) du nombre de dpa

La figure II.26.b montre la variation de l'aire de la bande d'absorption en fonction des dpa. Clairement, les chocs nucléaires seuls ne peuvent permettre d'expliquer l'intensité des pics d'absorption observés pour nos échantillons. Pour des ions avec des pouvoirs d'arrêt électroniques similaires, les courbes sont presque superposables, ce qui montre que, à pouvoir d'arrêt électronique constant, la création de défauts absorbants est proportionnelle aux défauts créés par collision balistique. Quand le pouvoir d'arrêt électronique croît, la création de centres colorés par dpa croît. Nous devons donc conclure à un couplage entre les excitations électroniques et les collisions élastiques.

L'aire normalisée montre une tendance à la saturation quand le nombre de dpa croît (cf insert figure II.26.b). On observe l'évolution classique d'un paramétre représentant le désordre qui traduit une cinétique de création de défaut d'ordre zéro et une destruction d'ordre un. L'évolution de l'aire de la bande normalisée à l'épaisseur, $\mathcal{A}$, (et donc l'évolution de la concentration de défauts optiquement actifs[1]) en fonction des dpa peut être simulée (lignes continues figure II.26.b) par une concentration de défauts optiquement actifs de la forme

$$\mathcal{A} = \mathcal{A}_\infty (1-\exp(-\sigma/C_\infty \phi)) \quad (1)$$

où $\mathcal{A}_\infty$ est l'aire normalisée de la bande à saturation, σ la section efficace de création de défauts et C_∞ la concentration de défauts à saturation en fraction atomique. En supposant que les défauts sont créés par collision élastique et en négligeant l'effet de la taille des cascades, $\sigma/C_\infty \phi = \alpha\sigma_d\phi$, avec α indépendant des conditions d'irradiation.

Ayant mis en évidence l'existence d'un couplage entre les excitations électroniques et les collisions élastiques, nous introduisons un paramètre β représentant cette synergie.

L'équation précédente devient :

$$\mathcal{A} = \mathcal{A}_\infty (1-\exp(-\beta\alpha \text{ dpa})) \quad (2)$$

Nous avons utilisé l'irradiation avec du Pb de 116 MeV pour déterminer les paramètres $\mathcal{A}_\infty$ et $\alpha\beta$ puisque l'on atteint la saturation pour cet ion. La valeur à saturation est généralement régie par le volume de recombinaison des défauts et constitue une propriété intrinsèque des défauts ne dépendant pas de leur mode de création. Cela a été mis en évidence par exemple dans le LiF ou la zircone stabilisée [Perez 90, Costantini 11]. Nous supposons donc que A_∞ et α sont des paramètres dépendant du matériau. Alors, seul β varie d'une irradiation à l'autre.

Pour chaque condition d'irradiation, nous avons estimé le paramétre β soit, en résolvant l'équation (2) lorsqu'un seul point est disponible soit, par un ajustement par la méthode des moindres carrés. Le paramétre β reflétant la synergie entre les excitations électroniques et les collisions élastiques dépend très fortement du pouvoir d'arrêt électronique, comme l'indique la figure II.28.

[1] Nous considèrerons (loi de Beer Lambert) que l'aire de la bande divisée par l'épaisseur est directement proportionnelle à la concentration molaire des défauts optiquement actifs : $A = \varepsilon C_a$

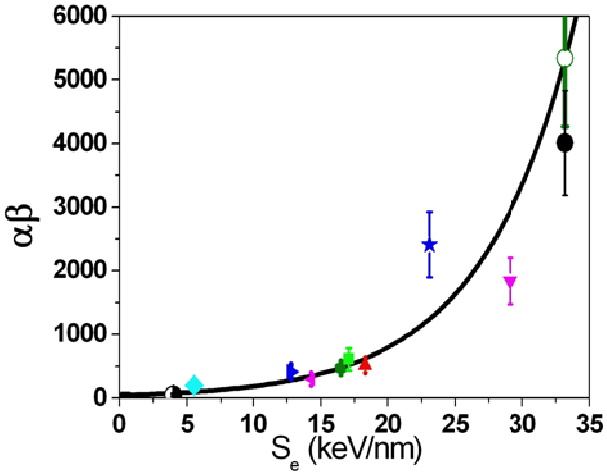


Figure II.28 : Evolution du coefficient $\alpha\beta$ en fonction du pouvoir d'arrêt électronique. La ligne est pour guider les yeux.

Deux hypothèses peuvent être suggérées pour expliquer cette synergie entre S_e et $_{Sn}$:
- La création de défauts n'est liée qu'aux collisions élastiques (ce qui est généralement le cas pour ce type de matériaux), mais dans AlN ces défauts ne sont pas optiquement actifs. La transformation en défauts optiquement actifs se faisant par excitations électroniques (par un changement d'état de charge du défaut par exemple).
- La création de défauts optiquement actifs n'est possible que par collision élastique avec une assistance du dépôt d'énergie électronique, par exemple par une fragilisation des liaisons atomiques lors de l'échauffement transitoire du au passage de l'ion.

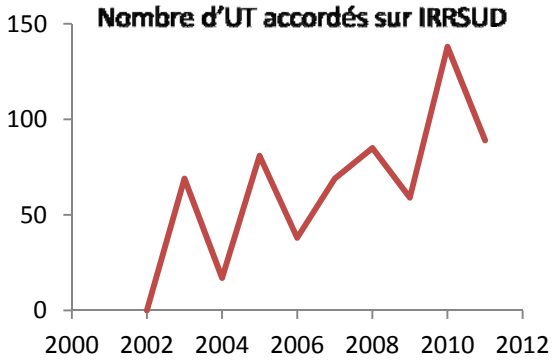
Pour déterminer si c'est une conversion des défauts préalablement créés par chocs nucléaires ou une véritable synergie entre les interactions nucléaires et électroniques qui permet d'expliquer les courbes d'absorption obtenus in-situ, il faudrait faire une irradiation à faible pouvoir d'arrêt électronique et fort pouvoir d'arrêt nucléaire (basse énergie) suivie d'une irradiation à fort pouvoir d'arrêt électronique et faible pouvoir d'arrêt nucléaire.

Conclusions et perspectives

Nous avons montré, avec l'étude des nitrures III-V, que l'utilisation de la spectroscopie d'absorption optique est utile pour détecter certains défauts et comprendre les mécanismes à leur origine (choc balistique ou excitation électronique). Mais pour caractériser précisement ces défauts, il faut coupler différentes techniques (annihilation de positon, RPE, NRA….). Pour cela, le CIMAP ne disposant ni de tous les outils ni des compétences, j'ai déposé un projet ANR en collaboration avec l'institut des nanosciences de paris (INSP) et le CEMHTI (Conditions Extrêmes et Matériaux: Haute Température et Irradiation) afin d'étudier les défauts créés lors d'irradiation aux électrons dans le GaN et l'AlN. L'université de Paderborn apportera également sa compétence sur la modélisation des défauts intrinsèques dans ce type de matériaux. Nous comparerons également les défauts créés lors de ces irradiations avec des irradiations dans le domaine des excitations électroniques intenses ainsi que l'évolution de la microstructure en fonction de la fluence.

Conclusion et perspectives

Ma mutation au CIMAP m'a demandé une importante reconversion thèmatique. Il a fallu, d'une part que ma recherche évolue des matériaux métalliques aux céramiques et, d'autre part, que je modifie le type d'irradiation (excitation électronique intense alors que je n'avais abordé que les collisions balistiques au SRMA). De plus, à mon arrivée, le CIMAP ne disposait que de très peu de techniques de caractérisation des matériaux (un AFM et un diffractomètre de rayons X dédié aux mesures en ligne en SME). Par ailleurs, j'avais en charge la ligne d'irradiation IRRSUD qui venait d'être mise en service.
J'ai donc fait le choix de consacrer une grande partie de mon temps à l'amélioration de la ligne IRRSUD, à l'obtention de l'autorisation de l'ASN pour irradier des matières nucléaires (demande forte de la DEN ayant participé au financement de cette ligne) et au développement de techniques de caractérisation en ligne. Pour cela, j'ai adapté un diffractométre de rayons X sur la ligne IRRSUD du GANIL, le financement ayant été obtenu par une ANR que je coordonnais en collaboration avec l'équipe mixte « matériaux fonctionnels pour l'énergie » (DEN/DMN/SRMA – ECP) et développé un four permettant des irradiations à haute température de matière nucléaire (jusque 1200°C). Un effort important a également été fait pour attirer de nouveaux utilisateurs sur cette ligne. La figure ci-dessous montre l'évolution du temps de faisceau accordé sur cette ligne. Il représente maintenant de l'ordre de 40% du temps de faisceau accordé par la plateforme CIRIL (hors ARIBE).



Evolution du temps de faisceau attribué sur la ligne irrsud (1UT=8 heures)

Parallèlement à cette activité sur la ligne IRRSUD, j'ai poursuivi une activité de recherche, en privilégiant les collaborations avec d'autres équipes, afin de bénéficier de méthodes de caractérisation supplémentaires. Le regroupement du CIRIL avec le SIFCOM en 2008 m'a permis d'avoir de nouveau accès à la microscopie électronique en transmission. J'ai maintenant à ma disposition un parc de caractérisation de matériaux suffisamment important (AFM, MET, DRX, Raman, absorption optique) pour pouvoir mener des recherches propres.
Toutes ces raisons expliquent que depuis la fin de ma thèse, j'ai travaillé sur de nombreux sujets qui n'ont pas tous été abordé dans ce manuscrit. Cependant, une démarche commune soutend ces recherches sur plusieurs matériaux et sous différentes conditions d'irradiation: il s'agit d'utiliser des particules chargées pour reproduire le comportement en réacteur. Deux types de questionnement se sont alors posés : quelle est l'influence des modifications microstructurales sur les propriétés des matériaux ? et quels sont les mécanismes qui induisent ces évolutions structurales ?. Pour chacune de ces thématiques (qui sont très liées) j'ai choisi de présenter les études les plus représentatives de mes travaux.
Les matériaux métalliques sous irradiation sont largement étudiés depuis plusieurs dizaines d'années, que ce soit les aciers de cuve, les aciers austénitiques utilisés pour les structures internes des REP ou les alliages de zirconium utilisés comme matériaux de gainage. Les effets d'irradiation sont maintenant très bien décrits pour ces matériaux, leur évolution microstructurale à long terme peut être modélisée. La plupart des données expérimentales nécessaires à la compréhension des mécanismes physiques impliqués dans les changements de propriétés d'usage sont acquises. Une approche multi-échelle permettant de coupler les modélisations entre elles (idéalement du calcul ab-initio de la structure des défauts au comportement mécanique des composants) est ainsi

envisageable. Dans ce cadre, au cours de la thèse de Fabien Onimus ou lors des études que j'ai effectuées sur les aciers austénitiques, nous avons caractérisé finement les mécanismes de déformation d'alliages irradiés en observant la microstructure de matériaux irradiés après essais mécaniques. J'ai également démarré l'étude de l'effet d'impureté dans la ségrégation intergranulaire, en regardant l'effet d'un atome de grande taille, l'étain, sur la ségrégation aux joints de grains. Il était prévu d'étudier l'effet du carbone, ce dernier jouant un rôle très important et étant difficile à prendre en compte dans la modélisation, mais je n'ai malheureusement pas eu le temps de le faire avant ma mutation.
Concernant les matériaux céramiques, la description est loin d'être aussi avancée. Par ailleurs, l'utilisation de ce type de matériau, comme matériau de structure ou comme matrice de transmutation ou de stockage des déchets, n'a été envisagée que relativement récemment (à l'exception des matrices vitreuses, étudiées depuis de nombreuses années). De plus, leur comportement sous irradiation est plus complexe. En effet, certaines céramiques sont sensibles, voire très sensibles, aux excitations électroniques, elles possèdent plusieurs sous-réseaux, rendant la description des premiers stades d'endommagement plus compliquée. Dans les matériaux ioniques, les défauts peuvent également avoir plusieurs états de charge ce qui influent grandement sur leur configuration locale et/ou sur leur mobilité. Enfin, dans les céramiques, l'existence de changement de phase ou d'amorphisation sous irradiation sont fréquentes. Depuis mon arrivée au CIMAP, j'ai mis en place des outils permettant de décrire ce phénomène de transition de phase. A l'aide du diffractomètre de rayons X, mis en ligne fin 2010 sur IRRSUD, nous avons pu étudier les transitions de phases dans diverses matrices oxydes. J'ai également observé l'évolution microstructurale sous irradiation d'une nouvelle céramique envisagée dans le cadre des réacteurs de génération IV, les phases MAX Ti_3SiC_2. Nous avons pu montrer que cette céramique résistait mieux à l'irradiation que le SiC, même si l'aspect nanolamellaire était fortement perturbé par l'irradiation. A l'heure actuelle, la majorité des expériences se sont déroulées à température ambiante, alors que l'utilisation en réacteur induit des températures beaucoup plus élevées (500°C à 1000°C, voire jusque 1600°C en condition incidentelle). Dans ces conditions, l'amorphisation ou les transitions de phase peuvent être supprimées, l'irradiation n'induisant plus que des défauts ponctuels, dont l'évolution dépendra fortement de la température. Pour l'instant, les connaissances sur les effets d'irradiation dans les matériaux céramiques sont encore très dispersées, aussi, les perspectives sont-elles très nombreuses, notamment parce que l'évolution microstruturale en température est très peu étudiée. Nous prévoyons de mettre au point un nouveau four haute température (1600°C), qui pourrait s'adapter sur les différents accélérateurs de la plateforme EMIR afin de pouvoir irradier en température des céramiques non nucléaires. Certaines étant très sensibles à l'oxydation (ZrC et dans une moindre mesure SiC, par exemple), nous proposerons la possibilité de travailler sous atmosphère contrôlée. D'autre part, nous développerons un système de contrôle de la température sur le dispositif ALIX pour pouvoir étudier les évolutions lors d'irradiation en température ainsi que lors de recuit post-irradiation.

L'equipex GENESIS (Groupe d'Etudes et de Nanoanalyses des EffetS d'IrradiationS) regroupant le CIMAP, le GPM de Rouen et le DMN de Saclay va permettre, d'acquérir de nouveaux équipements pour la caractérisation de matériaux irradiés et de renforcer la collaboration avec les équipes de la DEN et celle du GPM. Cela ouvre de nombreuses perspectives sur la thématique des céramiques sous irradiation. Mon ambition, avec l'équipe MADIR, est de participer à l'élaboration d'une démarche multi-échelle dans le cas des matériaux céramiques, en fournissant des ingrédients microstructuraux permettant la validation de modèles ou suscitant de nouvelles simulations.
Cet Equipex, réparti entre trois laboratoires, va permettre de s'équiper de moyens de caractérisation sur matériaux irradiés. Le CIMAP sera en charge de l'évolution structurale des céramiques sur matériaux non activés (irradiation expérimentale aux ions ou aux électrons). Pour cela, un diffractomètre de rayons X- 4 cercles, adapté à l'incidence rasante et permettant de faire des mesures dans le plan sera acquis, ainsi qu'un système de filtrage en énergie des électrons qui sera

installé dans le nouveau microscope doublement corrigé de la plateforme IRMA (nous y aurons donc accès) ainsi qu'un MEB-FIB permettant la préparation d'échantillons de microscopie.
La première étape pour une approche multi-échelle est la description précise des défauts ponctuels créés par irradiation. Pour caractériser finement les défauts ponctuels, il faut coupler différentes techniques (annihilation de positon, RPE, NRA….). L'étude détaillée des défauts ponctuels créés sous irradiation ne se fera donc qu'à travers des collaborations, mais nous continuerons de développer des équipements in-situ (ou adapter des équipements d'autres laboratoires) qui peuvent apporter des données supplémentaires à ce qui ne peut être obtenu ex-situ (en particulier à basse température). Ainsi, après avoir installé un spectrométre d'absorption optique, nous avons le projet d'adapter le spectromètre Raman du CEMHTI sur la ligne IRRSUD. Par ailleurs, le CIMAP vient de développer un dispositif permettant de mesurer la iono-luminescence résolue dans le temps (SPORT)et ceci dans une large fenêtre spectrale (200 - 800 nm), de température (10K –ambiante) et de durée de vie (>ns). C'est l'étude de l'influence du pouvoir d'arrêt électronique sur la scintillation qui a motivé la construction de cet instrument, mais il peut aussi être utilisé pour la caractérisation en ligne de défauts ponctuels dans les isolants en complément des mesures d'absorption optique ou de photoluminescence. On peut aussi espérer obtenir des informations sur certains états électroniques transitoires ou des défauts optiquement actif ayant une durée de vie très courte.
L'étape suivante dans l'approche multiéchelle est la description de l'évolution de cette population de défauts et de son influence sur la microstructure (agglomération en défauts étendus, influence sur la population initiale de dislocations, sur les joints de grains, sur la précipitation, etc). Cette étape, cruciale pour la compréhension des modifications de propriétés macroscopiques des matériaux, concerne des objets observables par les outils de la plateforme GENESIS (boucles de dislocations, cavités, bulles, amas de soluté, ségrégation, modification du réseau initial de dislocations, etc). Notre ambition est donc de décrire le plus précisément possible les évolutions structurales et microstructurales dans les matériaux céramiques sous irradiations et l'influence des divers paramètres (température, flux, pouvoir d'arrêt, taille des cascades). Les études entamées en ce sens seront donc poursuivies à la fois sur les matrice de transmutation (ou des matériaux modèles permettant la compréhension des phénomènes) et sur les céramiques envisagées comme matériau de structure (SiC /SiC_f, phases MAX, ZrC).
La diffusion atomique est à l'origine de nombreux phénomènes comme la formation de boucles de dislocationsou de cavités provoquant le gonflement, la précipitation ou la dissolution de précipités, la ségrégation aux joints de grains, certains changements de phases, le fluage ou l'irradiation. Contrairement aux métaux, la diffusion sous irradiation dans les solides inorganiques iono-covalents demeure peu connue. Il est absolument nécessaire d'élargir l'étendue de nos connaissances fondamentales sur le sujet. C'est dans cet objectif que le CIMAP a soutenue la candidature au CNRS d'Emmanuel Gardés qui vient d'être recruté comme Chargé de Recherche en commission 15. Sa venue renforcera grandement notre potentiel de recherche. Ses futurs travaux sur la diffusion sous irradiation s'appuierons sur des stratégies expérimentales permettant la mesure la plus directe et la moins biaisée possible, de l'accélération de la diffusion sous irradiation. Il sera réalisé des recuits de diffusion en condition stationnaire, sous flux, contrairement à l'implantation ionique suivie de recuits qui a été le plus souvent utilisée. Ces recherches sont absolument complémentaires à celles que je développerai sur l'évolution des microstructures et des changements de phases.

BIBLIOGRAPHIE

Akcöltekin 07 E. Akcöltekin, T. Peters, R. Meyer, A. Duvenbeck, M. Klusmann, I. Monnet, H. Lebius, M. Schleberger, Creation of multiple nanodots by single ions,Nature Nanotechnology **2** (2007) 290.

Adamson 86 R.B. Adamson, S.B. Wisner, R.P. Tucker, R.A. Rad, failure strain for irradiated Zircaloy based on subsized specimen testing ans analysis, the use of small scale specimens for testing irradiated materials, ASTP STP 888, pp. 171-185.

Audren 09 A. Audren, I. Monnet, D. Gosset, Y. Leconte, X. Portier, L. Thomé, F. Garrido, A. Benyagoub, M. Levalois, N. Herlin-Boime, C. Reynaud, Effects of electronic and nuclear interactions in SiC, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **267** (2009) 976.

Auzoux 04 Q. Auzoux, L. Allais, C. Caes, I. Tournié, I. Monnet, T. Van Den Bergue, B. Girard, Fragilisation intergranulaire en relaxation des aciers inoxydables austénitiques: rapport d'avancement de 1ere année de these, NT-SRMA-2002-2493.

Auzoux 10 Q. Auzoux, L. Allais, C. Caës, I. Monnet, A.F. Gourgues, A. Pineau, Effect of pre-strain on creep of three AISI 316 austenitic stainless steels in relation to reheat cracking of weld affected zones, J. Nucl. Mater. **400** (2010) 127.

Baldinozzi 03 G. Baldinozzi, D. Simeone, D. Gosset, and M. Dutheil, Neutron Diffraction Study of the Size-Induced Tetragonal to Monoclinic Phase Transition in Zirconia Nanocrystals, Phys.Rev. Lett. **90** (2003) 216103.

Baldinozzi 06 G. Baldinozzi, D. Simeone, D. Gosset, I. Monnet, S. Le Caër, L. Mazerolles, Evidence of extended defects in pure zirconia irradiated by swift heavy ions, Phys. Rev. B **74** (2006) 132107.

Barsoum 00 M.W. Barsoum, The M(n+1)AX(n) phases : A new class of solids ; Thermodynamically stable nanolaminates. Prog. Solid. State Chem. 28 (2000) 333.

Benyagoub 06 A. Benyagoub, A. Audren, L. Thomé and F. Garrido, Athermal crystallization induced by electronic excitations in ion-irradiated silicon carbide, Appl. Phys. Lett. **89** (2006) 241914.

Brenner 01 R. Brenner, Influence de la microstructure sur le comportement en fluage thermique d'alliages de zirconium : analyse expérimentale et mise en œuvre de méthode d'homogénéisation, 2001, thèse de l'Université de Paris XIII.

Bugat 10 S. Bugat, A. Zeghadi, G. Adjanor, a not so short description of the PERFECT Platform, J. Nucl. Mater. **406** (2010) 166.

Canut 95 B. Canut, A. Benyagoub, G. Marest, A. Meftah, N. Moncoffre, S. M. M. Ramos, F. Studer, P. Thevenard, and M. Toulemonde, Swift-uranium-ion-induced damage in sapphire. *Phys. Rev.* B **51** (1995) 12194B.

Chen 91 Y. Chen, M.M. Abraham, D.F. Pedraza, Radiation damage in Al2O3 crystals implanted with 3.8 MeV Fe2+ ions. *Nucl. Instr. Meth. Phys.* B **59** (1991) 1163.

Coleman 72 C.E. Coleman, D. Mills, J. Van der Kuur, Deformation parameters of neutron irradiated Zy-4 at 300°C, Ca&nadian Metallurgical Quaterly 11 (1972) 91.

Costantini 11 J.M. Costantini, F. Beuneu, J. Phys. Cond. Matter. **23** (2011) 115902.

Devajaru 11 G. Devaraju, G, et al. Electronic stopping dependence of ion beam induced modifications in GaN. *Nucl. Instr. Meth. Phys.* B **269** (2011) 890.

Dubuisson 88 thèse P. Dubuisson,1988.

Dubuisson 99 Behavior of an oxide dispersion strengthened ferritic steel irradiated in Phenix* P. Dubuisson, R. Schill, M.P. Hugon, I. Grislin, J.L. Seran, Effects of radiation on materials: 18. international symposium West Conshohocken, PA (United States) American Society for Testing and Materials (1999) 882.

Ewing 04 Nuclear waste disposal—pyrochlore ($A_2B_2O_7$): Nuclear waste form for the immobilization of plutonium and ‘‘minor’’ actinides, R.C. Ewing, W.J. Weber, J. Lian, *J. Appl. Phys.* **95** (2004) 10.

Geyer 99 Comportement élasto-viscoplastique de tubes en zy-4: approche expérimentale et modélisation micromécanique, P. Geyer, 1999, Thèse de l’Ecole des Mines de Paris.

Gibbons 72 J. Gibbons, Proc. IEEE, **60** (1972) 1062.

Hapke 93 B. Hapke, Theory of Reflectance and Emittance Spectroscopy, Cambridge Univ. Press, Cambridge, U.K. 1993.

Hirsch 76 Point defect cluster hardening, Proceedings of a conference on « pont defect behaviour and diffusional processes », university of Bristol, 13-16 september, pp. 95-107.

Jeitschko 67 W. Jeitschko, H. Nowotny, Die Kristallstruktur von Ti3SiC2 – ein neuer Komplexcarbid-Typ, Monastsh. Chem. **98** (1967) 329.

Kato 92 T.Kato, H.Takahashi, M.Izumiya, "Grain boundary segregation under electron irradiation in austenitic stainless steels modified with oversized elements", J. of Nucl. Mater. **189** (1992) 167.

Karlusik 10 M. Karlusic, S. Akcöltekin, O. Osmani, I. Monnet, H. Lebius, M. Jaksic, M. Schleberger, Energy threshold for nanodot creation on SrTiO3 by swift heavy ions, New Journal of Physics **12** (2010) 043009.

Kucheyev 04 S.O. Kucheyev,H. Timmers, J. Zou, J.S. Williams, C. Jagadish, G. Li, Lattice damage produced in GaN by swift heavy ions. *J. Appl. Phys.* ***95*** *(*2004) 5360.

Lemaignan 94 C. Lemaignan, A.T. Motta, Zirconium alloys in Nuclear applications. B.R.T. Frost, Ed., vol 10B, Materials Sciences and Technology Series, VCH, New York, R.W. Cahn, P. Haasen and E.J. Kramer Eds., pp. 1-51, 1994.

Lang 09 M. Lang, J. Lian, J. Zhang, F. Zhang, W.J. Weber, C. Trautmann, R.C. Ewing, Single-ion tracks in $Gd_2Zr_{2-x}Ti_xO_7$ pyrochlores irradiated with swift heavy ions, Phys. Rev. B **79** (2009) 224105.

Lescoat 11 M.-L. Lescoat, I. Monnet, J. Ribis, P. Dubuisson, Y. de Carlan, J.-M. Costantini, J. Malaplate, Amorphization of oxides in ODS materials under low and high energy ion irradiations, J. Nucl. Mater. **417** (2011) 266.

Lian 01 J. Lian, L.M. Wang, S.X. Wang, J. Chen, L.A. Boatner, R.C. Ewing, Nanoscale Manipulation of Pyrochlore: New Nanocomposite Ionic Conductors, Phys. Rev. Lett. **87** (2001) 145901.

Liu 2008 X. Liu, M. Le Flem, Ion irradiation effects on $Ti_3(Si,Al)C_2$, rapport CEA DMN/SRMA/LA2M/NT/2008-2901/A.

Mansouri 08 S. Mansouri, P. Marie, C. Dufour, G. Nouet, I. Monnet, H. Lebius, Swift heavy ions effects in III–V nitrides, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **266** (2008) 2814.

Monnet 99 Stabilité sous irradiation de particules d'oxydes finement dispersées dans des alliages ferritiques, 1999, thèse de l'Ecole Centrale de Paris. Rapport CEA-R-5868.

Monnet 02 Effet d'une onde de choc sur la microstructure du cuivre, I. Monnet, J.L. Bechade, J. Pelé, CR-SRMA-2002-1677.

Monnet02b I. Monnet, G.M. Decroix, P. Dubuisson, J. Reuchet. O. Morlent, Investigation of the Chooz-A nuclear power plant bolts, International symposium Fontevraud V- Royal Abbey (France) 23-27 Sep 2002, Societe Francaise d'Energie Nucleaire - SFEN 2002 (v.1-2) 371

Monnet 04 I. Monnet, P. Dubuisson, Y. Serruys, M.O. Ruault, O. Kaitasov, B. Jouffrey, Microstructural investigation of the stability under irradiation of oxide dispersion strengthened ferritic steels, J. Nucl. Mater **335** (2004) 311.

Monnet 12a I. Monnet, T. Van den Berghe, P. Dubuisson, A comparison between different oxide dispersion strengthened ferritic steel ongoing in situ oxide dissolution in High Voltage Electron Microscope, J. Nucl. Mater. **424** (2012) 204.

Monnet 12b I. Monnet, C. Grygiel, M.L. Lescoat, J. Ribis, Amorphization of oxides in ODS steels materials by electronic stopping power, J. Nucl. Mater. **424** (2012) 12.

Nappé 2009 Évaluation du comportement sous irradiation de Ti_3SiC_2 . Etude de l'endommagement structural et microstructural, 2009, Ecole des Mines de St Etienne.

Onchi 80 T. Onchi, H. Kayano, Y. Higashiguchi, The inhomogeneus deformation behavior of neutron irradiated Zircaloy-2, j. Nucl. Mater. **88** (1980) 226.

Onimus 04 F. Onimus, Approche expérimentale et modélisation micromécanique du comportement des alliages de zirconium irradiés, 2004, thèse de l'Ecole Centrale de Paris.

Onimus 04b F. Onimus, I. Monnet, J.L. Bechade, C. Prioul, P. Pilvin, A statistical TEM investigation of dislocation channeling mechanism in neutron irradiated zirconium alloys, J. Nucl. Mater. **328** (2004) 165

Perez 90 A. Perez, E. Balanzat, J. Dural, Experimental study of point-defect creation in high-energy heavy-ion tracks, Phys. Rev. B **41** (1990) 3943.

Regnard 98 C. Regnard, Etude microstruturale des modes de deformation actives par traction dans le Zy-4 irradié aux neutrons, Note technique DEC/SECC 98/023A CEA Grenoble.

Regnard 02 C. Regnard, B. Verhaeghe, F. Lefebvre-Joud, C. Lemaignan, Activated slip systems and localized straining of irradiated alloys in circumferential loading, ASTM STP, Zirconium in the nuclear industry, 13th symposium, Annecy, France.

Sall 13 M. Sall, I. Monnet, C. Grygiel, B. Ban d'Etat, H. Lebius, S. Leclerc and E. Balanzat, Synergy between electronic and nuclear energy losses for color center creation in AlN, Accepted in European Physics letters

Sattonay 12 G. Sattonnay, C. Grygiel, I. Monnet, C. Legros, M. Herbst-Ghysel, L. Thomé, Phenomenological model for the formation of heterogeneous tracks in pyrochlores irradiated with swift heavy ions, Acta Materialia **60** (2012) 22.

Sathish 09 N. Sathish, RBS/Channeling studies of swift heavy ion irradiated GaN layers. *AIP Conf. Proc.* 2009, Vol. 1099, pp. 385-388.

Sauzay 02 M. Sauzay, M. Mottot, L. Allais, M. Noblecourt, I. Monnet, J. Périnet, Creep-fatigue behaviour of an AISI stainless steel at 550 degrees C, Nucl. Eng Des. **232** (2004) 219.

Suresh K 06 V. Suresh Kumar, P. Puviarasu, K. Thangaraju, R. Thangavel, V. Baranwal, F. Singh, T. Mohanty, D. Kanjilal, K. Asokan, J. Kumar, Effect of swift heavy ions of silver and oxygen on GaN. *Nucl. Instr. Meth. Phys.* B **244** (2006) 145.

Swanepoel 85 R. Swanepoel, Determining refractive index and thickness of thin films from wavelength measurements only. *J. Opt. Soc. Am.* A **2** (1985) 1339.

Vincent 04 L. Vincent, I. Monnet, G. Perez, P. Wident, Etude de la fatigue d'un acier inoxydable aux faibles niveaux de chargement. Rapport d'avancement n°1, note technique DMN-SRMA-LC2M-NT-2004-2608-A.

Wechsler 73 M.S. Wechsler, dislocation channeling in irradiated and quenched metals, the inhomogeneity of plastic deformation, ASM, Metals Park, Ohio, pp 19-52.

Williams 74 C.D. Williams, R.B. Adamson, K.D. OLhausen, Effects of boiling water reactor irradiation on tensile properties on Zircaloy, European conference on irradiated behavior of fuel cladding and core component materials, Karlsruhe, pp. 189-192.

Zhang 07 C.H. Zhang, Y. Song, Y.M. Sun, H. Chen, Y.T. Yang, L.H. Zhou, Y.F. Jin, Damage accumulation in gallium nitride irradiated with various energetic heavy ions. *Nucl. Instr. Meth. Phys.* B **256** (2007) 199.

Zhou 01 Q. Zhou, M. O. Manasreh, M. Pophristic, S. Guo, and I. T. Ferguson, Observation of nitrogen vacancy in proton irradiated AlGaN. *Appl. Phys. Letters.* ***79*** *(*2001) 18.

Zinkle 02 S.J. Zinkle, V.A. Skuratov, D.T. Hoelzer, On the conflicting roles of ionizing radiation in ceramics. *Nucl. Instr. Meth. Phys.* B **191** (2002) 758.

Selection d'articles relatifs au chapitre 1

Selection d'articles relatifs au chapitre 2

Selection d'articles relatifs à la nanostructuration par faisceau d'ion