

Commission des Communautés Européennes
Centre Commun de Recherche
Etablissement de Karlsruhe

Installation d'un microscope électronique à balayage pour
examens de matériaux irradiés

M. COQUERELLE, P. KNAPPIK, Cl. PERRIER

Communication présentée à l'occasion de la
20e réunion du Groupe de travail
à Karlsruhe 21-22 Mai 1981

Institut Européen des Transuraniens

Mai 1981

SOMMAIRE

1. Introduction
2. Principes du conditionnement alpha, gamma
 - 2.1. Boîte à gants
 - 2.2. Protection biologique gamma
3. Modifications du microscope
 - 3.1. Blindage du détecteur
 - 3.2. Commande et contrôle des mouvements de la table goniométrique
4. Echantillon
 - 4.1. Préparation et métallisation de l'échantillon
 - 4.2. Transfert de l'échantillon
5. Etat d'avancement des travaux

1. Introduction

Dans le cadre du projet OFT (Oxide Fuel Transient), le laboratoire α, β, γ sera amené à fournir des données expérimentales sur le comportement des combustibles oxydes mixtes irradiés et soumis à des conditions de régime transitoire. Dans le cadre de ce projet, des irradiations sont prévues dans le réacteur HFR, à Petten et des simulations à température constante ou sous gradient thermique sur matériaux irradiés seront réalisées en cellule chaude. L'accent sera mis sur la caractérisation physico-chimique des produits de fission volatiles et leur distribution dans le combustible avant et après l'excursion de température. En particulier, il sera intéressant de voir si, dans le domaine des températures considérées, ces produits de fission seront maintenus en solution dynamique ou non.

Ce programme étant défini, il était évident qu'une grande partie des informations expérimentales seront acquises à partir de l'analyse de la microstructure de combustible. Notre laboratoire disposait déjà des techniques permettant les mesures de distribution de porosité par microscopie optique quantitative et par microscopie électronique à partir de répliques, c'est-à-dire avec une limite de résolution située vers 400 Å. Néanmoins, un élargissement de la gamme d'analyse apparut nécessaire et l'achat d'un microscope électronique à balayage fut décidé. Le rôle de cet instrument serait de compléter les informations acquises en microscopie optique sur les variations morphologiques subies par le combustible lors des excursions de température, en particulier, les relations entre le grain, le joint de grain et la porosité et son mode d'interconnexion.

Notre choix s'est porté sur le microscope JEOL- SM1-35C et cette option en faveur de la firme JEOL s'explique par le fait qu'après analyse du marché, elle était la seule firme pouvant livrer une électronique blindée garantissant en présence d'échantillons irradiés une qualité d'image et une résolution satisfaisantes (400 Å en présence d'un échantillon présentant une activité de 2 curies 1 MeV).

Ce rapport décrit le conditionnement alpha, gamma de ce microscope électronique à balayage et les solutions choisies pour résoudre les problèmes résultant de l'activité α, β, γ présentés par les échantillons à analyser.

2. Principes du conditionnement alpha, gamma

L'installation devra présenter un caractère de flexibilité et de simplicité maximum et sera conçue pour permettre l'examen d'échantillons obtenus généralement par fractographie, non décontaminés et susceptibles d'entraîner une contamination alpha, gamma lors des transferts et des analyses. Une hypothèse de base était, donc, d'admettre l'éventualité d'une contamination α, β, γ de la colonne du microscope.

Le design du conditionnement α, γ du microscope est régi par deux principes.

1. Etant donné les contraintes imposées par les règlements locaux de sécurité applicables lors de la manipulation de matériaux α, β, γ et qui conduisent à des limitations sévères, nous avons admis que la flexibilité maximum d'utilisation ne pouvait être assurée qu'en plaçant le microscope entièrement dans une boîte à gants. Ce choix s'accompagnait d'un avantage marquant sur le plan mécanique, car il évitait l'adaptation complexe d'un transfert α d'échantillon sur la chambre du microscope. Dans notre concept, l'échantillon sera placé sur la table goniométrique au moyen d'une pince.
2. Afin de maintenir le budget dans des limites acceptables notre souci constant a été d'éviter tout développement technique sophistiqué et d'utiliser au maximum les solutions techniques standard éprouvées dans notre laboratoire pour toutes les questions de transfert α (courant électrique haute et basse tension, fluides ou solides).

Les seules modifications à signaler de la version standard du microscope sont la commande et le contrôle des mouvements de la table goniométrique et le blindage du détecteur.

2.1. Boîte à gants - Protection alpha

L'ensemble du microscope est installé dans une boîte à gants étanche α (Fig. 1). Celle-ci comporte dans sa partie inférieure quatre consoles en équerre qui supportent le microscope (Fig. 2). En position médiane, une table sépare la colonne et la chambre du microscope, des accessoires vide, alimentation électrique, filtre et vannes qui sont placés dans la partie inférieure de la boîte (Fig. 2). Cette table sert aussi de plan de travail pour les manipulations d'échantillon.

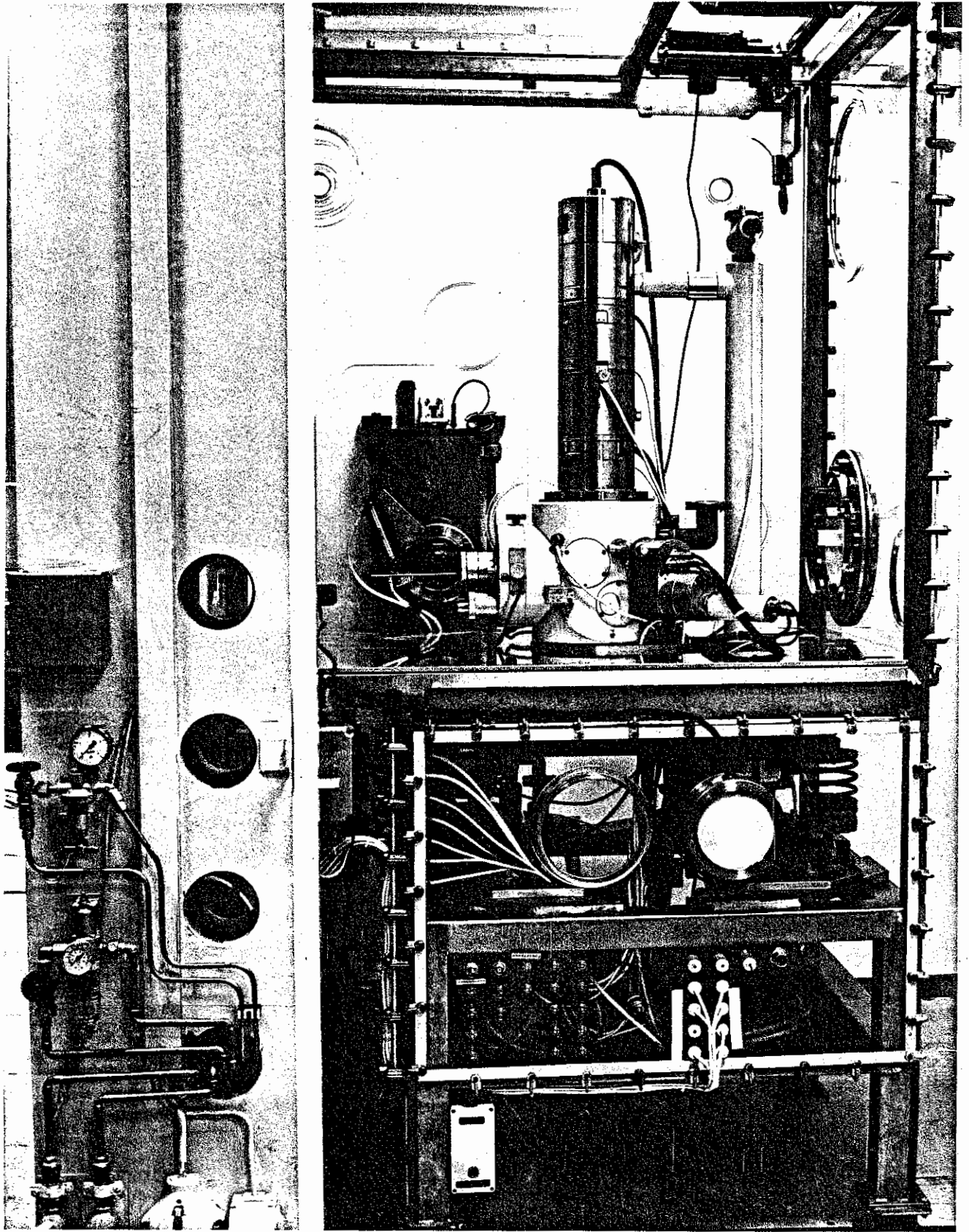


Fig. 1 Microscope électronique SEOL-JSM-35C monté en boîte à gants et entouré de la protection biologique gamma.

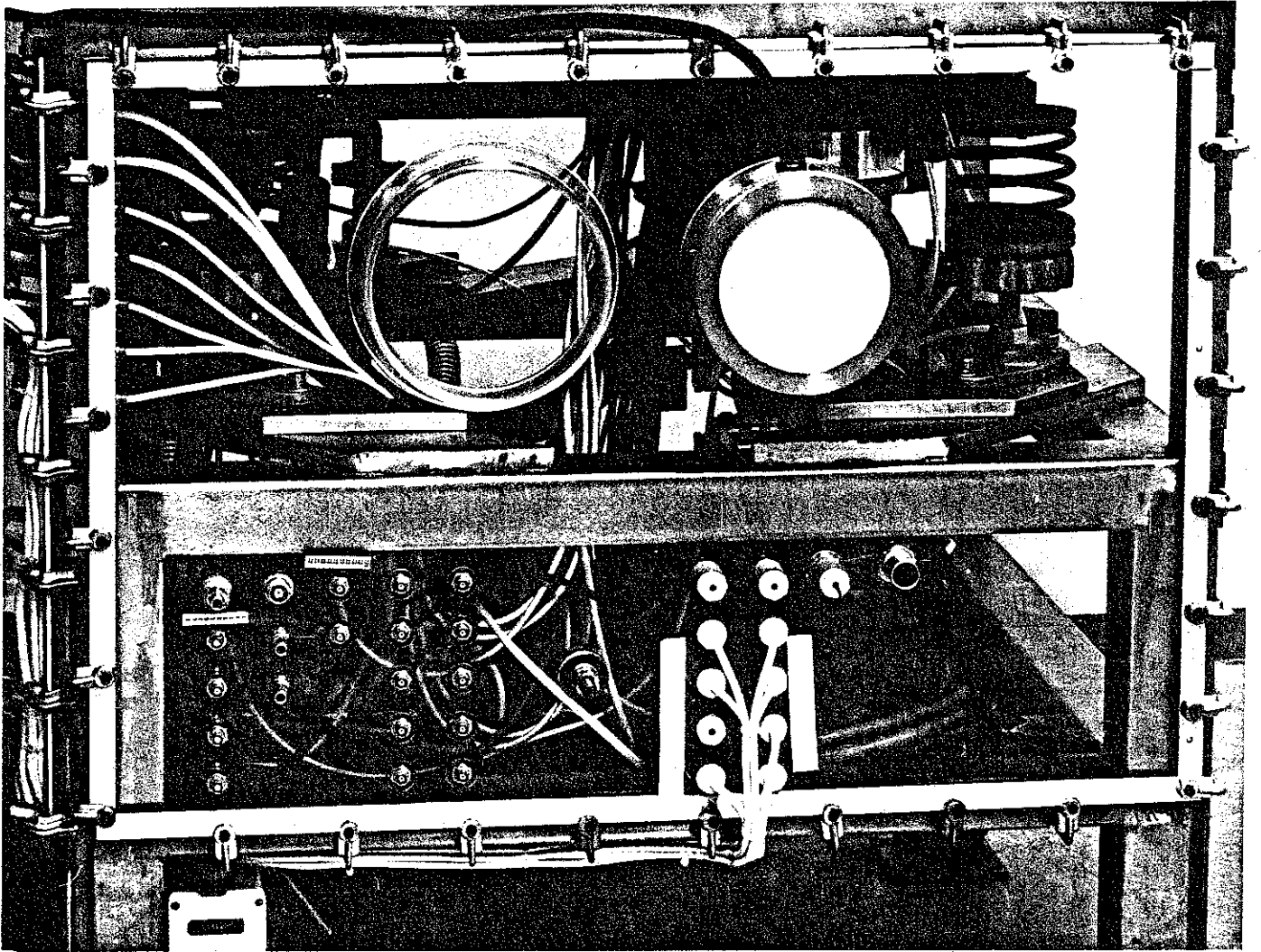


Fig. 2 Partie inférieure de la boîte à gants avec les consoles supportant le microscope

Dans la partie supérieure, un pont roulant facilite les manipulations de démontage de la colonne, en cas de nécessité de décontamination. Cette opération se déroule dans une deuxième boîte à gants située dans le voisinage du microscope et les transferts nécessaires se font par la paroi arrière de la boîte à gants du microscope, par un système double couvercle La Calhène.

2.2. Protection biologique gamma

La protection biologique gamma était, en conséquence, déterminée par le choix du conditionnement alpha. La boîte à gants sera entourée de 2 murs latéraux mobiles de 15 cm d'épaisseur. La face avant de la protection gamma est constituée d'un mur de briques en Pb de 10 cm d'épaisseur, muni de deux hublots et de deux pinces. Le microscope étant adossé à la face arrière d'une cellule chaude du laboratoire α, γ , le problème de la paroi arrière ne se posait pas.

3. Modifications du microscope

3.1. Blindage des détecteur

En raison de l'émission β, γ des échantillons analysés, une interaction potentielle de ces radiations avec l'électronique du détecteur se situe à deux niveaux : d'une part, les β émis par l'échantillon peuvent interférer avec les électrons secondaires responsables de la formation de l'image et, d'autre part, les gamma peuvent entraîner des dégâts de l'électronique, en particulier, perturber le fonctionnement du photomultiplicateur. Ces différentes interactions conduisent à une augmentation de bruit de fond et à une altération de la qualité et de la résolution de l'image. Il s'agit, donc, de les limiter dans la mesure du possible.

Etant donné que la trajectoire des électrons secondaires est incurvée, un blindage peut donc être placé entre l'échantillon et le collecteur; son rôle est d'absorber le plus possible les β et γ de haute énergie. Cette solution technique a été développée par JEOL et nous la décrivons ci-après.

Un blindage en Pb est placé d'une part, à l'intérieur de la chambre du microscope entre l'échantillon et le collecteur et, d'autre part, à l'extérieur de la colonne, entourant le scintillateur. Le design du blindage est conçu de façon à réduire l'activité γ d'un facteur 10^3 , tout en maintenant une efficacité de collection des électrons secondaires d'un niveau comparable à celui d'un détecteur conventionnel. Ce but est atteint par l'insertion d'électrodes au niveau du collecteur. Une possibilité technique supplémentaire permettant d'améliorer le signal donné par électrons secondaires sera obtenue en variant la tension positive sur le collecteur. L'efficacité de ce système sera testée en fonction de la géométrie du porte-échantillon blindé dans les mois qui viennent. Dans

son design actuel, le détecteur doit pouvoir effectuer des analyses sur des échantillons présentant une activité maximum de 4 curies 1 MeV, avec une résolution de 400 Å.

3.2. Commande et contrôle des mouvements de la table goniométriques

Tous les mouvements de la table goniométrique x,y,z, la rotation et l'inclinaison seront télécommandés par des micromoteurs dont les déplacements sont contrôlés par des transducteurs potentiométriques.

4. Echantillon

4.1. Préparation et métallisation de l'échantillon

Les échantillons seront obtenus par fractographie et fixés sur un porte-échantillon disposant d'un mors mobile; une décontamination de l'échantillon n'est pas prévue et seule, une attaque ionique sera, selon la nature de l'information désirée, effectuée avant la métallisation.

Cette opération pourra être réalisée par sputtering ou évaporation d'une feuille d'or, au moyen de deux dispositifs.

Le premier n'est rien d'autre que le canon à ions que nous utilisons pour l'attaque cathodique des échantillons métallographiques. Dans le cas présent, l'échantillon métallographique est substitué par une feuille d'or qui est bombardé par des ions argon. Un porte échantillon supplémentaire a été installé, selon une orientation adéquate vis-à-vis de la feuille d'or, pour permettre la métallisation de l'échantillon.

La même opération peut être effectuée dans une cloche à évaporation de la firme Polaron conçue pour le travail en cellule chaude.

4.2. Transfert de l'échantillon

Une solution basée sur une connexion directe entre les cellule de préparation de l'échantillon et le microscope électronique a été écartée pour des raisons de coûts d'investissement. Le transfert se fera à l'aide d'un château en Pb qui transportera l'échantillon à analyser, posé dans une nacelle, de la cellule de stockage à la cellule de microscopie électronique. Après fixation du château sur la protection γ du microscope, la nacelle est introduite dans la boîte à gants au moyen d'un système double couvercle La Calhène.

5. Etat d'avancement des travaux

La version standard du microscope JEOL- JSM-35C a été réceptionnée début juillet 1980. Le détecteur et son blindage nous sont parvenus fin mars 1981.

A l'heure actuelle, le conditionnement α, γ et l'installation du microscope électronique en cellule sont en voie d'achèvement. La construction du laboratoire qui est associé au microscope est aussi terminée.

En ce qui concerne le microscope, des problèmes se sont posés lors de la réception des micromoteurs et de l'électronique associée qui commandent les mouvements de la table goniométrique. Un nouveau concept a dû être élaboré et le montage des nouveaux micromoteurs est prévue pour juillet 1981.

Le test de qualité d'image, en présence de matériaux irradiés sera effectué en août 1981.