

C. E. A. - D. M. E. C. N.  
DEPARTEMENT DE METALLURGIE  
DE GRENOBLE

SERVICE D'ETUDES RADIOMETALLURGIQUES  
LABORATOIRE DE TRES HAUTE ACTIVITE

UTILISATION D'UN M.E.B. POUR L'EXAMEN  
DE MATERIAUX RADIOACTIFS

---

Yves KAUFFMANN  
Michel PROUVE  
(Agents CEA)

*(Communication présentée à la Réunion Plénière de KARLSRUHE)  
21 - 22 Mai 1981*

CENTRE D'ETUDES NUCLEAIRES DE GRENOBLE  
85 X  
38041 GRENOBLE CEDEX (FRANCE)  
Tél. : 76/97.41.11

A

## R E S U M E

Le LAMA, implanté sur le site du CENTRE D'ETUDES NUCLEAIRES DE GRENOBLE, participe aux travaux des équipes de recherches sur les combustibles en procédant aux examens post-irradiatoires des crayons irradiés pour les programmes de recherche et de développement et de sûreté. Dans ce cadre, il s'est doté d'un microscope électronique à balayage.

Le microscope choisi devait répondre aux critères de compacité, pour trouver sa place dans une enceinte de plomb, et d'adaptation à la télé-manipulation. Les modifications qu'il a subies sont brièvement exposées ainsi que les équipements annexes de la cellule. Parallèlement, on a réalisé une interconnexion, par un petit château de transfert, entre les différentes cellules de prélèvement et de préparation des échantillons et la cellule du microscope.

Après deux années de fonctionnement, le bilan d'exploitation de ce microscope paraît satisfaisant. La radioactivité spécifique des échantillons ne peut être incriminée seule dans une perte de résolution à des grossissements supérieurs à X 10 000.

Le L.A.M.A., implanté au CENTRE D'ETUDES NUCLEAIRES DE GRENOBLE, à proximité des réacteurs-piscines SILOE et MELUSINE, s'est spécialisé dans les examens après irradiation de crayons combustibles irradiés, dans le cadre des programmes de recherche et de développement et de sûreté. Pour compléter les moyens d'investigation du laboratoire, une cellule de protection  $\beta - \gamma$  a été équipée d'un microscope électronique à balayage.

Dans une première partie de cette note, nous rappelons les critères qui nous avaient guidés dans le choix du microscope et de son mode d'exploitation. Puis, nous exposons les modifications apportées à l'unité de base pour le rendre apte à la télémanipulation et la mise en place d'équipements annexes pour l'examen d'échantillons radioactifs.

Nous avons maintenant l'expérience de deux années de fonctionnement ; paradoxalement, la principale limitation de la résolution du microscope ne provient pas de la radioactivité des échantillons.

## I - CHOIX DU MICROSCOPE

Le microscope devait répondre à des spécifications précises de performance, de compacité pour trouver sa place dans une enceinte pré-existante, d'adaptabilité à la télémanipulation et enfin de fonctionnement en télécommande. Une préoccupation financière nous a également guidés dans notre choix : le modèle, dans sa version commerciale, ne devait subir que des modifications mineures, réalisables par le laboratoire, pour le rendre apte au travail sur les matériaux radioactifs.

Notre choix s'est finalement fixé sur un microscope de table, dont l'implantation n'entraînait pas de modifications des infrastructures de la cellule d'accueil. Il s'agit du modèle *ISI SUPER II*, dont les caractéristiques essentielles annoncées par le constructeur figurent ci-dessous :

résolution (en électrons secondaires)	100 Å à 25 kV
grandissement	X 10 à X 160 000
haute tension : réglable par plots	2 kV, 15 kV, 25 kV
\ porte-objet largement dimensionné	
translation x et y	± 20 mm
\ déplacement électronique de la plage observée	± 20 μm
z	30 mm
inclinaison de la platine	- 10° à +70°
rotation	360°

## II - CELLULE DE PROTECTION DU MICROSCOPE

(photo, figure 1)

Nous avons réutilisé une cellule de plomb qui était disponible à la suite d'une fin d'étude. Il s'agit d'une enceinte de plomb dont l'épaisseur des parois est de 10 cm. Sa face avant est entièrement escamotable par translation sur une glissière latérale. Elle est équipée de deux télémanipulateurs. L'intérieur de l'enceinte est doublé d'un caisson en lucoflex, dont les dimensions utiles sont : 1,60 m x 0,85 m x 0,85 m , pour un encombrement approximatif du microscope de : 0,70 m x 0,70 m x 0,5 m.

Deux ronds de gants ont été réalisés dans le panneau avant, en plexiglass, du caisson, pour une intervention en faible activité, avec la face avant de l'enceinte en position ouverte.

Une plaque, qui supporte les passages étanches des conducteurs électriques et des fluides, a été aménagée sur le panneau arrière du caisson.

Un sas d'entrée et de sortie et un dispositif de transfert de petits échantillons complètent l'équipement de la cellule.

### III - MODIFICATIONS DU MICROSCOPE

Les modifications ont été étudiées et réalisées par le laboratoire. Elles consistent pour l'essentiel en :

- un prolongement des câbles qui relient le microscope à la console de commande et d'observation, et aux systèmes annexes. Nous avons mis à profit cette opération pour mettre en place des connecteurs au niveau de la traversée étanche du caisson. Le microscope peut être facilement déconnecté et extrait de l'enceinte.
- la motorisation de la platine par des micromoteurs : les commandes de translation x et y, de rotation et de hauteur, qui, à l'origine, étaient manoeuvrées manuellement, ont été motorisées et reliées à une télécommande en tout ou rien. La commande d'inclinaison a été munie d'un cabestan accessible au télémanipulateur (figure 2).
- une modification du porte-échantillon : sa fixation par un serrage à vis a été remplacée par un système à ressort (figure 3).
- un blindage extérieur du photomultiplicateur (1 cm de Pb).
- un blindage intérieur de la chambre.

### IV - EQUIPEMENT DE L'ENCEINTE BLINDEE

Pour des problèmes de maintenance tels que le remplacement du filament, le réglage du canon à électrons, ou le nettoyage de la colonne, le microscope doit rester d'un accès facile ; l'intérieur du caisson doit donc être maintenu à un niveau de contamination bas pour qu'une intervention se fasse sans trop de difficultés. Pour maintenir l'installation propre, nous avons décidé de réduire au maximum la manipulation des échantillons dans le caisson, en ne conservant que les fonctions indispensables :

- collage de l'échantillon sur son support.
- dépôt d'or ou de carbone par pulvérisation cathodique (les deux opérations sont faites dans une même enceinte sous vide, grâce à deux

têtes pivotantes).

- attaque ionique.

- cuve de nettoyage aux ultrasons.

En contrepartie, nous avons mis en place une interconnexion avec nos autres installations de préparation ou de prélèvement d'échantillons, grâce à un petit chateau de transfert facile à manipuler (figure 4).

## V - DEMARRAGE DU MICROSCOPE EN ACTIF ET PERFORMANCES

Les modifications des câbles électriques ont été à l'origine de deux difficultés : au niveau de l'image, les courants induits dans les conducteurs du photomultiplicateur et des bobines provoquent des signaux parasites. Pour les éliminer, nous avons à la fois séparé les chemins de câbles et blindé les conducteurs, avec un bouclage de la mise à la terre. Nous avons également dû faire face à une détérioration assez systématique de composants électroniques. Après leur remplacement, l'installation a donné toute satisfaction.

Quant aux performances du microscope, nous nous sommes heurtés à une limitation qui n'est pas directement liée au caractère radioactif des échantillons : aux grossissements supérieurs à X 40 000, le microscope est sensible aux vibrations. D'après une analyse faite au niveau du plancher du caisson, le spectre des vibrations est caractérisé par des très basses fréquences, inférieures à 10 Hz, et très difficiles à filtrer. Leur origine est sans doute à rechercher dans l'installation de soufflage placée dans le laboratoire.

L'effet de la radioactivité est illustré sur la figure 5, représentant une fracture examinée à gauche en l'absence de rayonnement et à droite avec une source radioactive de 5 mCi placée dans la chambre.

## CONCLUSION : BILAN ET PERSPECTIVES

Au bout de deux années de fonctionnement, nous avons constaté une légère baisse de la résolution, due vraisemblablement à un vieillissement général, peut être plus accentué sur le scintillateur et le guide de lumière, sans que cette baisse soit gênante dans notre domaine d'utilisation du microscope.

Depuis, l'installation a été équipée d'une micro-analyse par émission X à sélection d'énergie, que nous exploitons pour l'instant dans sa version d'analyseur qualitatif. Nous prévoyons en outre de remplacer les micromoteurs de la platine par des moteurs "pas à pas".

---

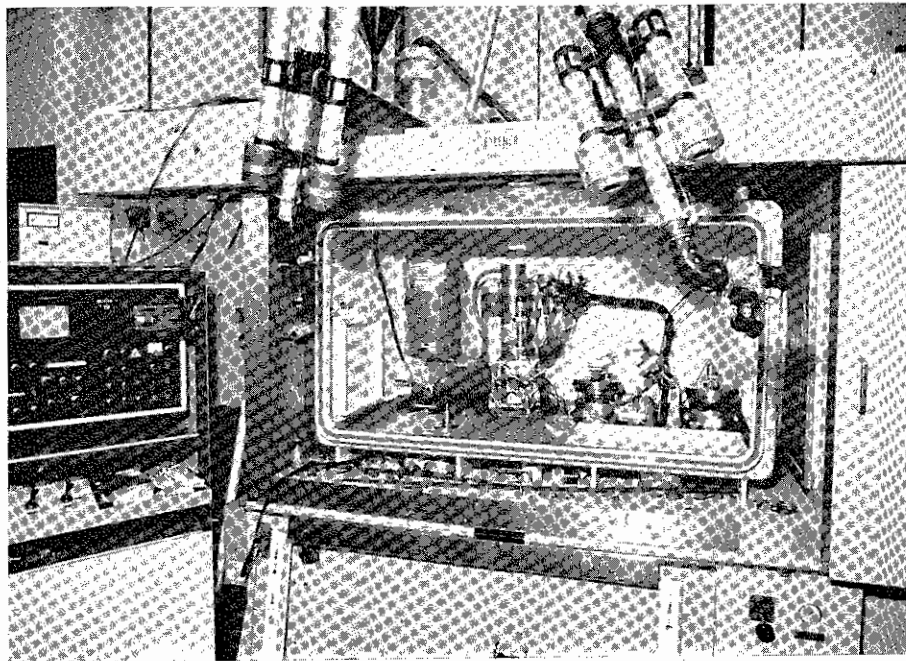


Figure 1 - PHOTO D'ENSEMBLE

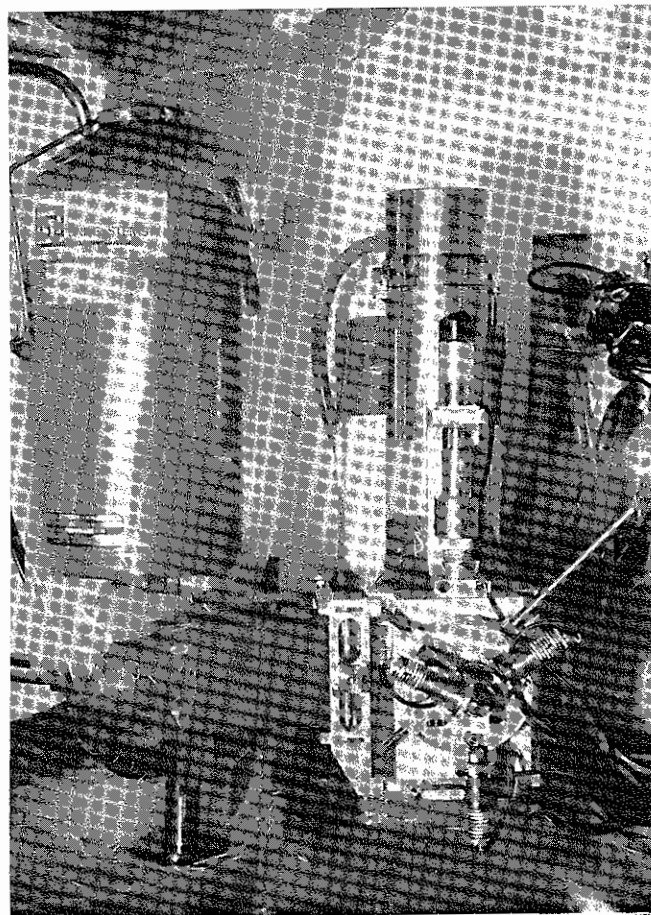


Figure 2 - MOTORISATION DE LA PLATINE



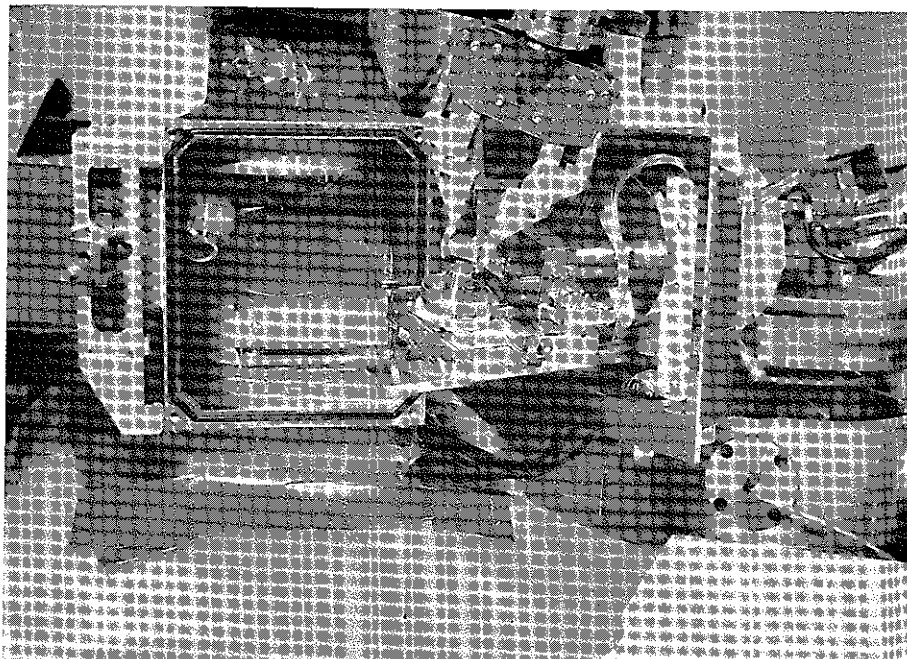


Figure 3 - SYSTEME DE FIXATION DU PORTE-ECHANTILLON

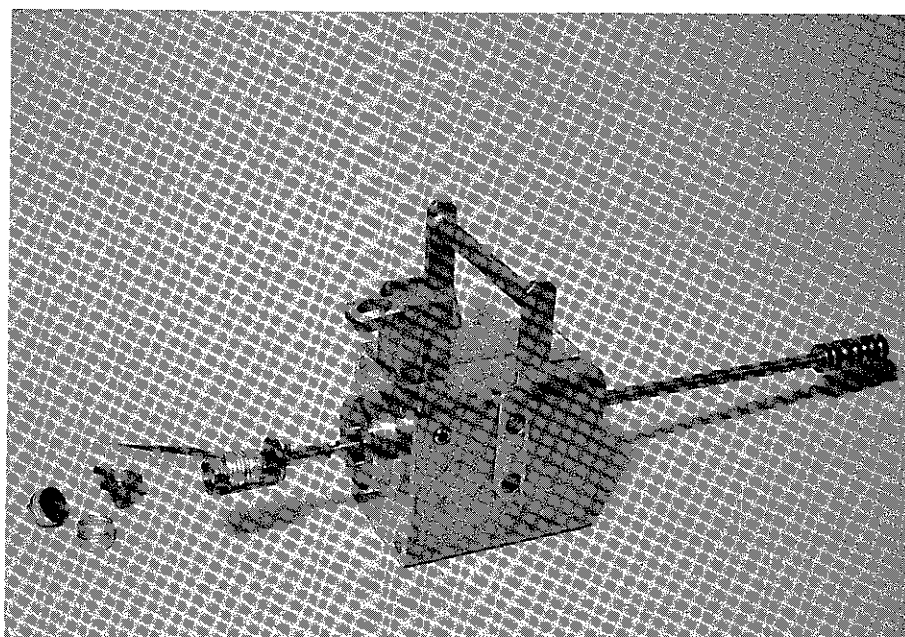


Figure 4 - CHATEAU DE TRANSFERT DE PETITS ECHANTILLONS

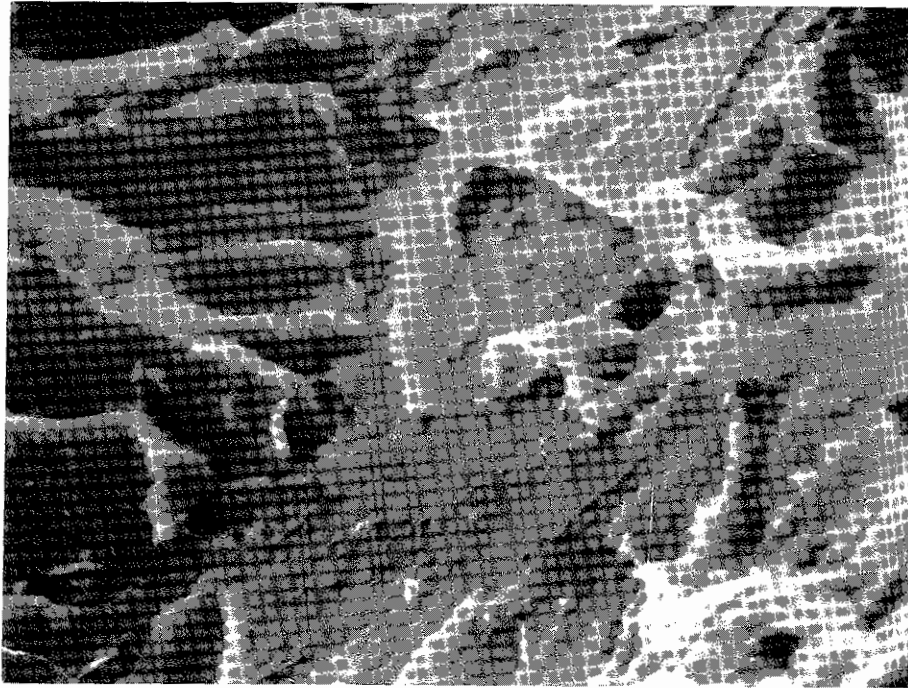


PHOTO M.E.B. - FRACTURE SANS SOURCE

G : 2 000

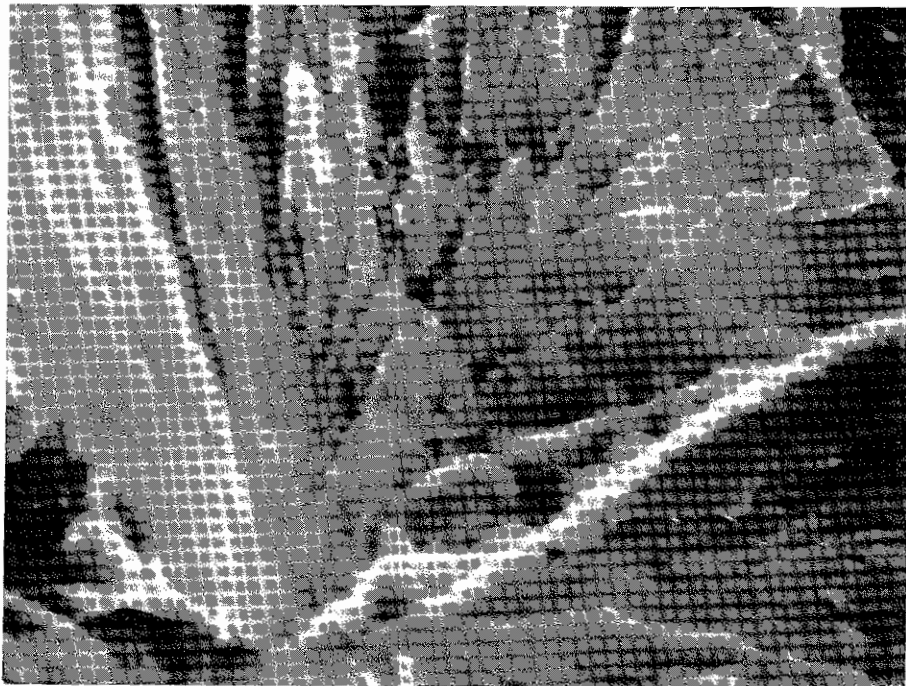


Figure 5 - FRACTURE AVEC SOURCE : 5 mCi

G : 2 000

Resolution