



Apport du MEB-FIB à l'étude des matériaux du nucléaire



Plan de l'exposé

1 - Caractéristiques du MEB/FIB utilisé

2 - Exemples d'applications dans l'étude des mécanismes dégradations observés en REP

1 - Caractéristiques du MEB/FIB utilisé : Helios Nanolab (2007)

- Résolution MEB FEG <0,9nm
- Détecteur STEM, EDX
- AutoTEM : préparation de lames minces en automatique jusqu'à la transparence
- Autoprobe 200 + Rotation motorisée (reversed TEM prep)
- Imagerie 3D :
 - Contrastes usuels
 - EBSD
- Cross court V2 Cartographie des déformations et contraintes à échelle de la dizaine de nanomètres
- PC Off line de traitement de données pour l'analyse d'image Z 800 + carte graphique spécifique



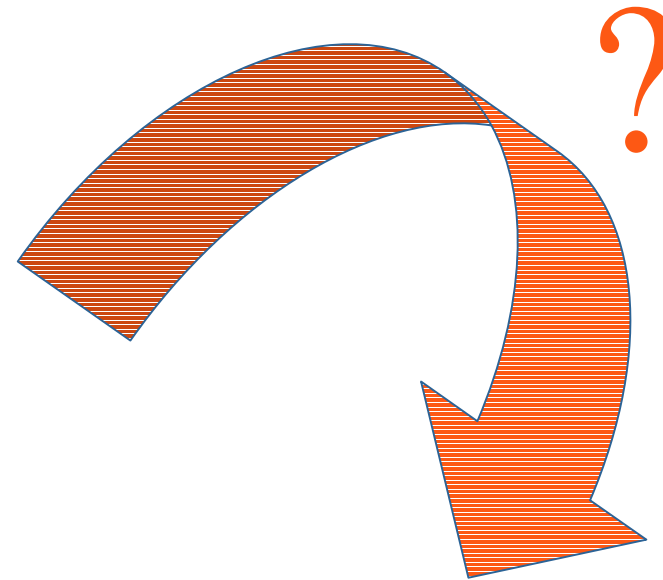
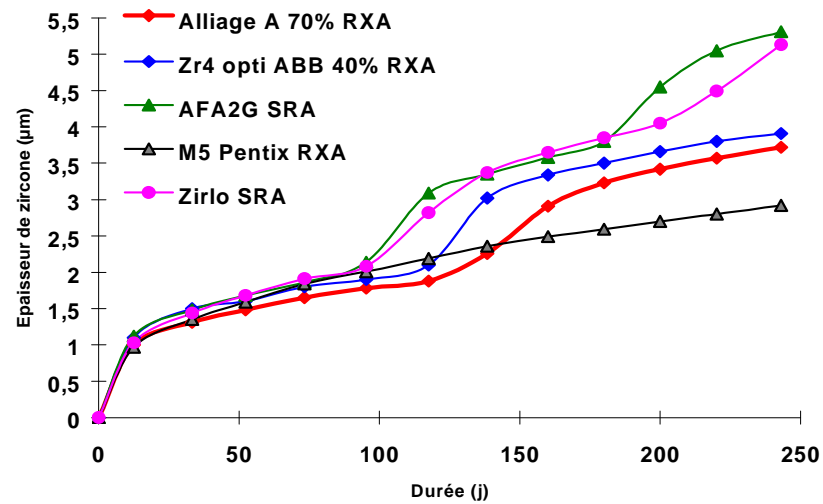


2 - Exemples d'applications dans l'étude des mécanismes dégradations observés en REP

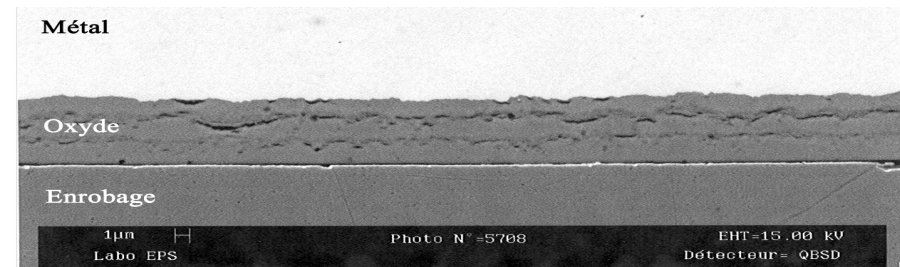
2 - Exemples d'applications dans l'étude des mécanismes dégradations observés en REP

- Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)
- Corrosion érosion A42 (acier faiblement allié)
- Etude de la répartition 3D de la cémentite dans un acier bainitique
- Mécanisme de formation des couches d'oxydes d'un acier inox sollicité en fatigue corrosion

2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)

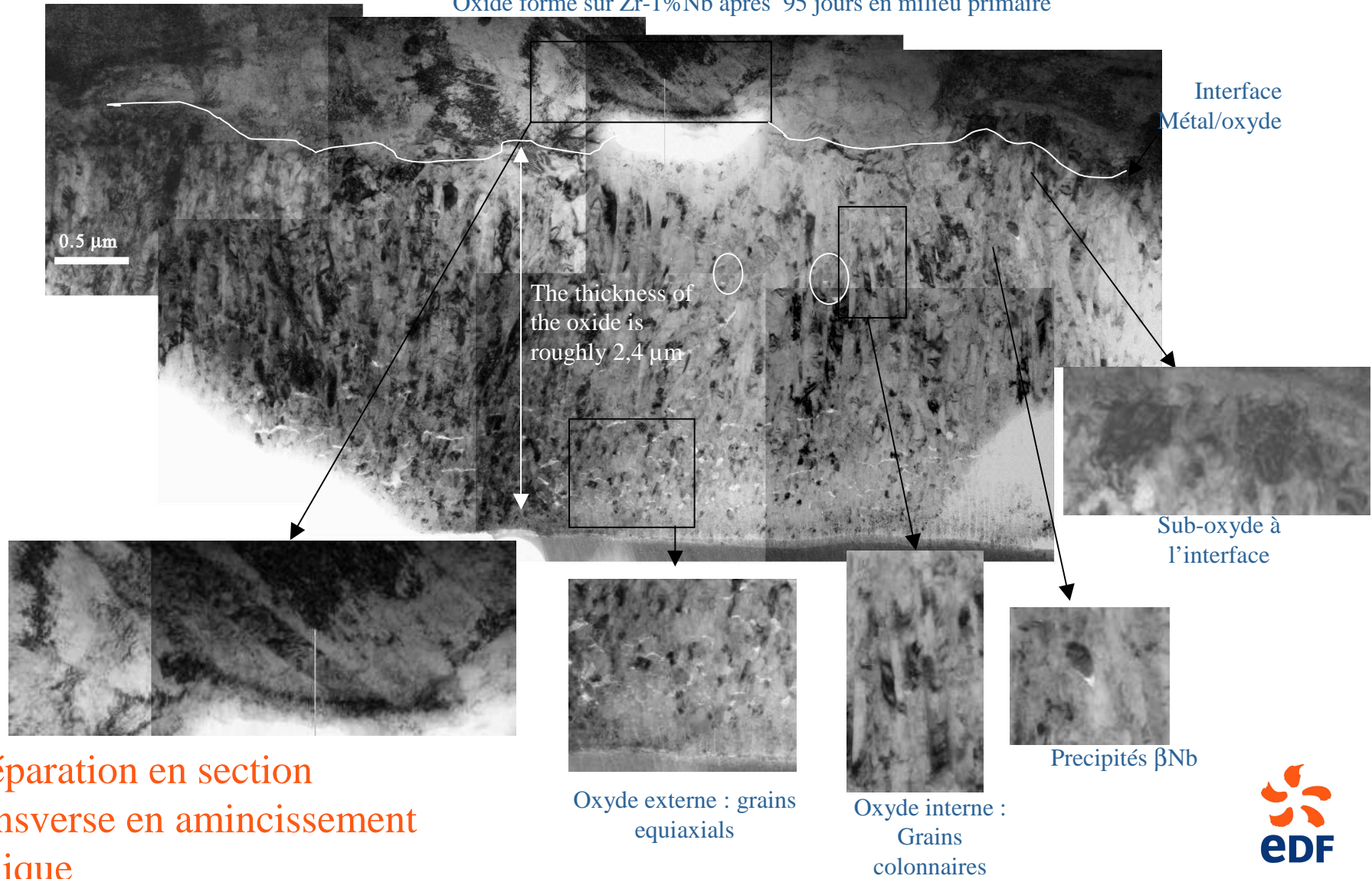


Pb : Polissage mécanique entraîne un “beurrage” ou le relâchement de contraintes internes...



2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)

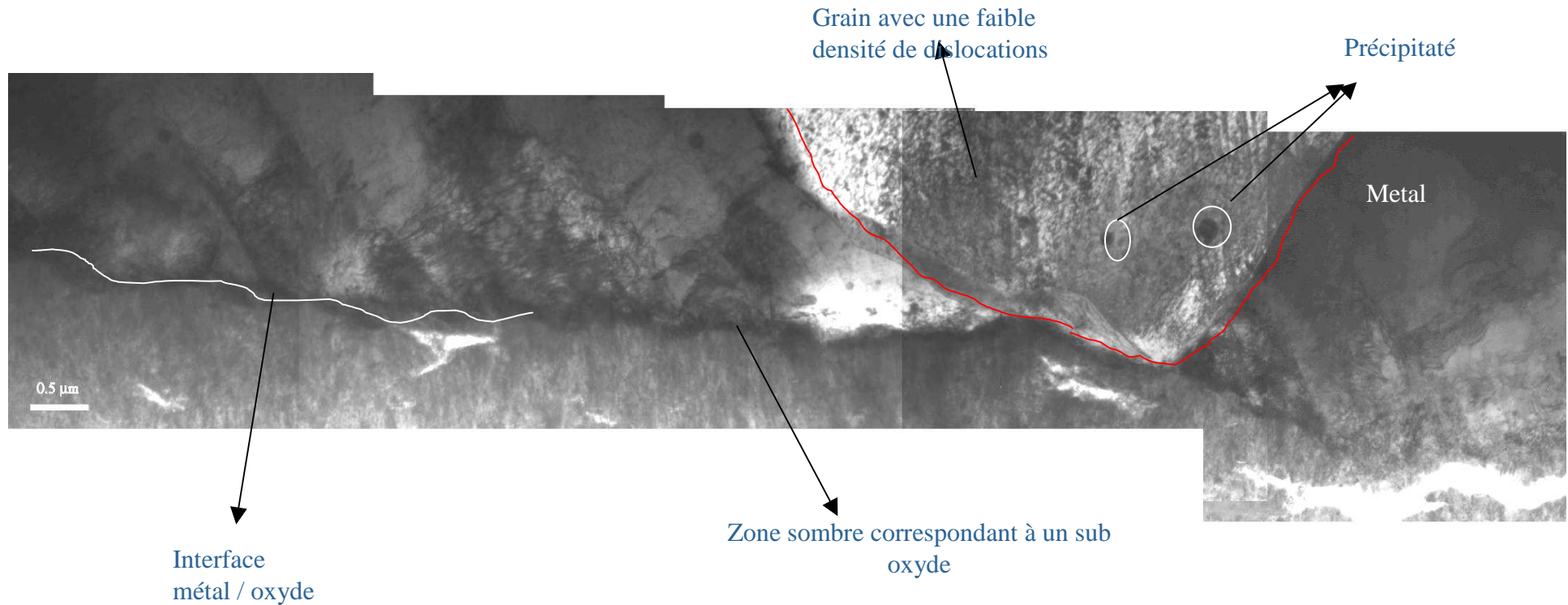
Oxide formé sur Zr-1%Nb après 95 jours en milieu primaire



Préparation en section transverse en amincissement ionique

2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)

Oxide développé sur du Zircaloy-4 après 120j en milieu primaire

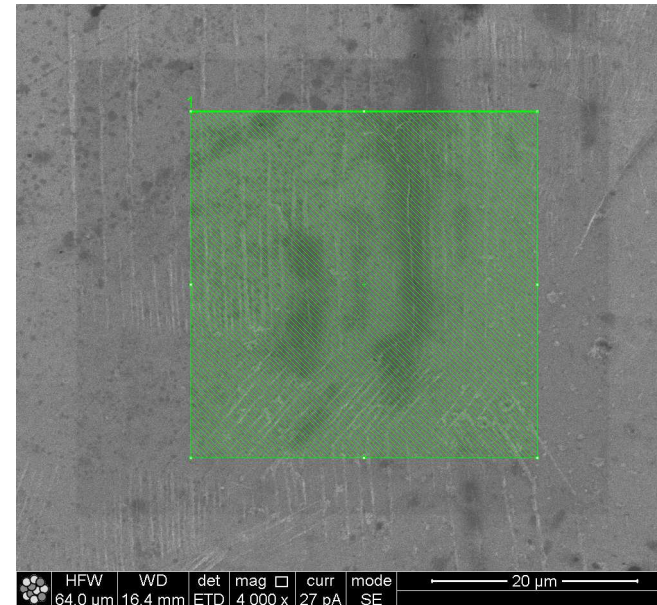
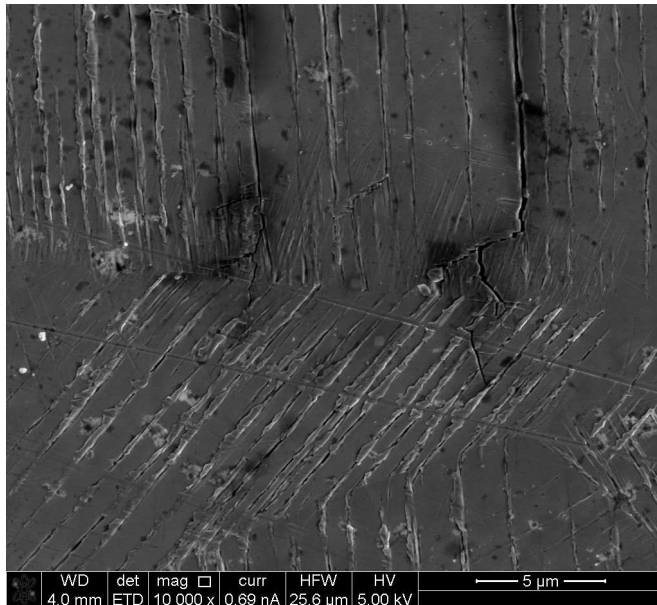


Préparation en section transverse en amincissement ionique

Fissures semblent être due au mécanisme de corrosion
→ Imagerie FIB 3D

2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)

- Un exemple de protocole (*comportement en fatigue des aciers inox..*) :

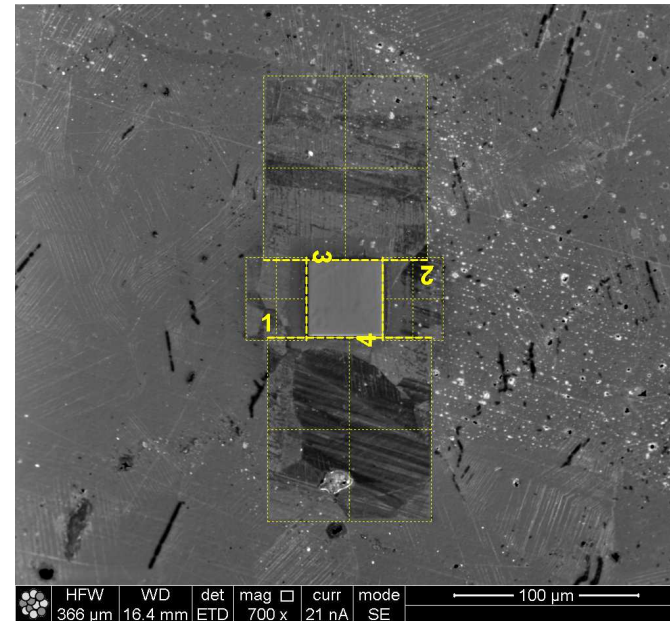
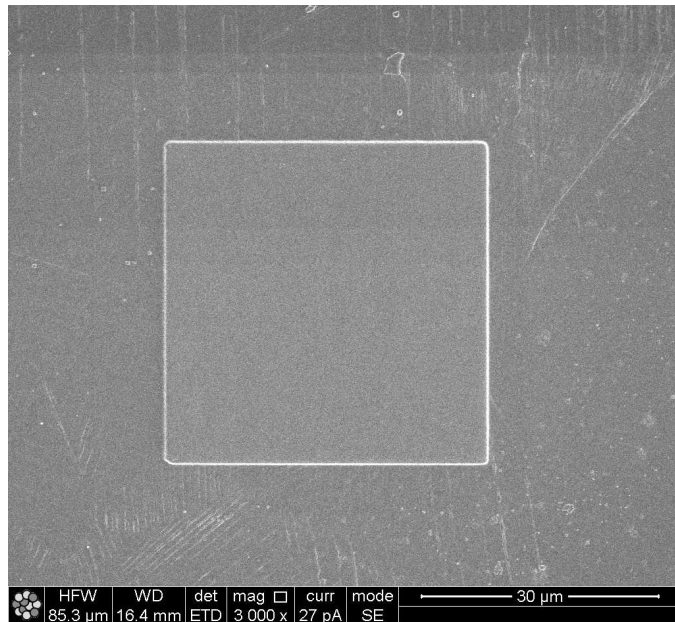


- Localisation de la zone d'intérêt

Dépôt protecteur de Pt

2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)

- Un exemple de protocole (*comportement en fatigue des aciers inox..*) :



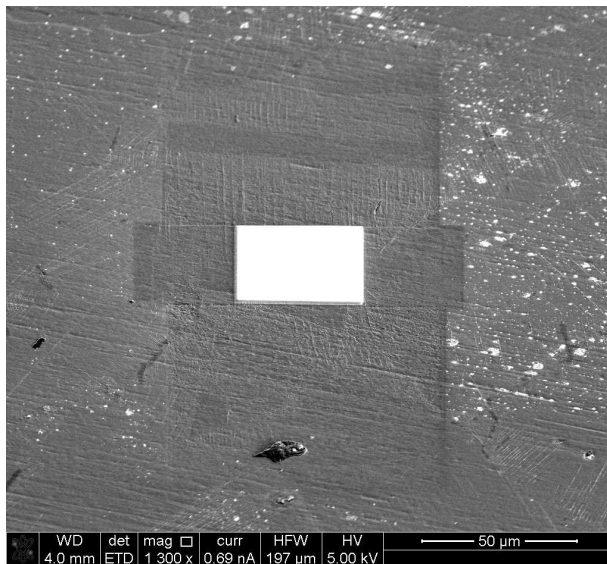
- Dépôt de platine

Usinage des pourtours à noter :

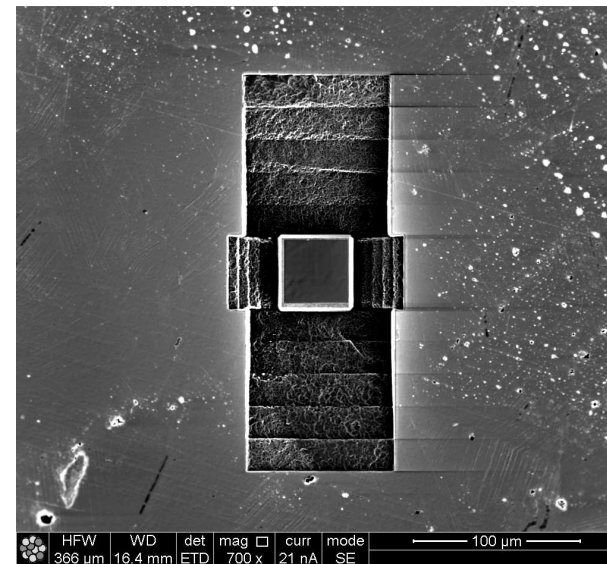
Rapport des volumes à dégager/volume analyser !!!

2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)

- Un exemple de protocole (*comportement en fatigue des aciers inox..*) :



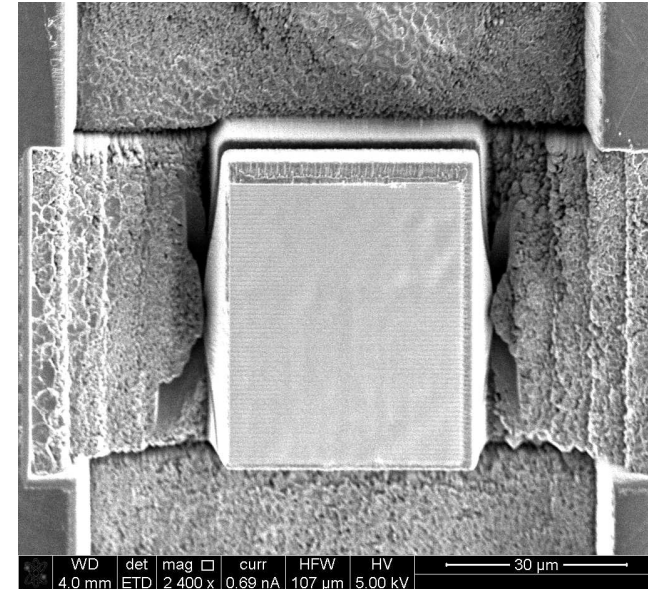
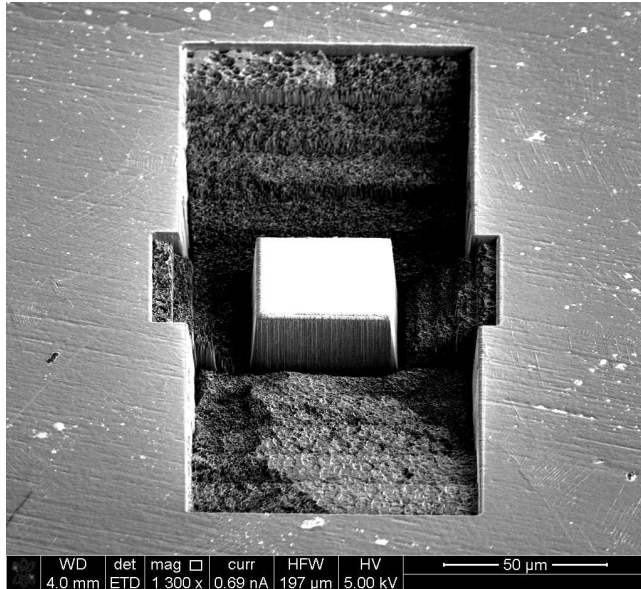
- Début d'abrasion



- Quelques dizaines d'heures plus tard... :

2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)

- Un exemple de protocole (*comportement en fatigue des aciers inox..*) :



- Si besoin découpe pour extraire le cube

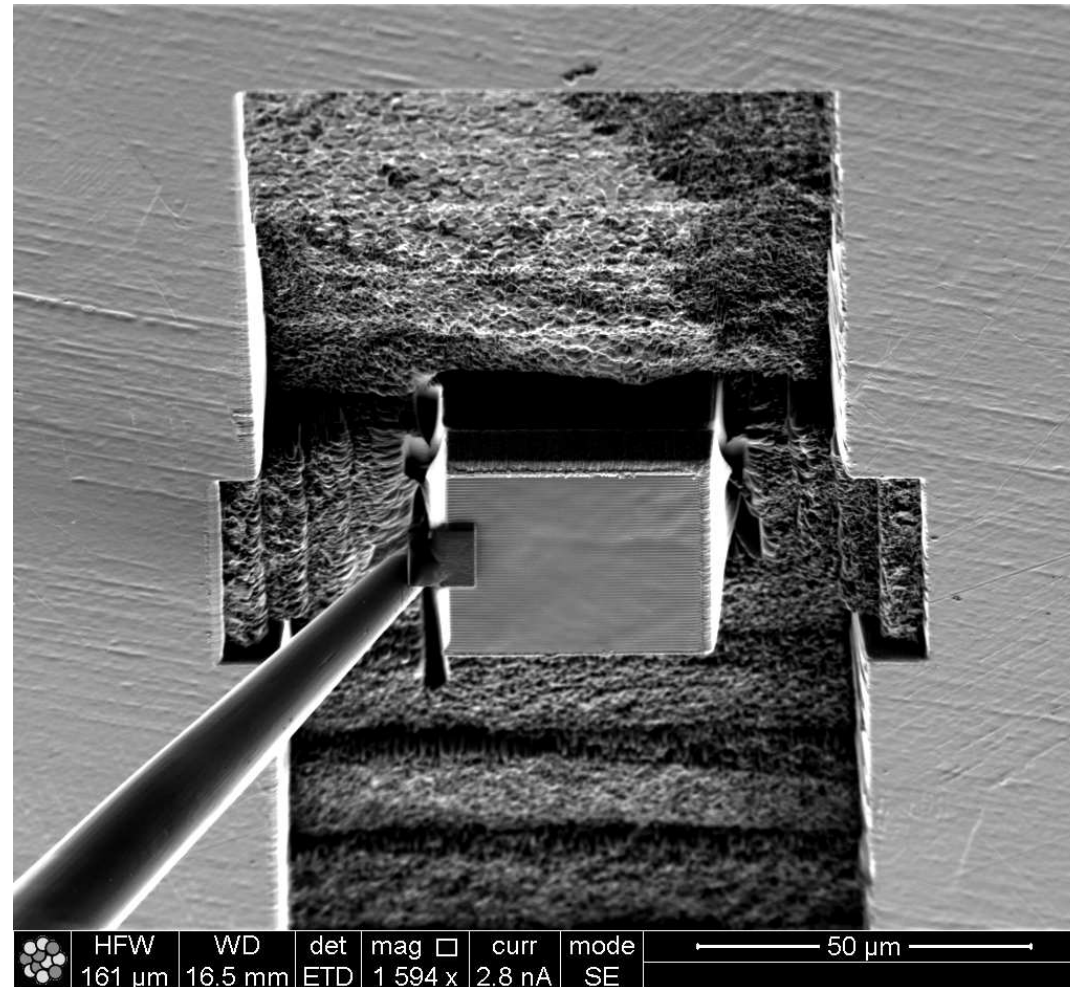
-

Usinage des pourtours à noter :

Rapport des volumes à dégager/volume analyser !!!

2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)

- Un exemple de protocole (*comportement en fatigue des aciers inox..*) :



2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)

Réglage des conditions d'acquisition d'image.....

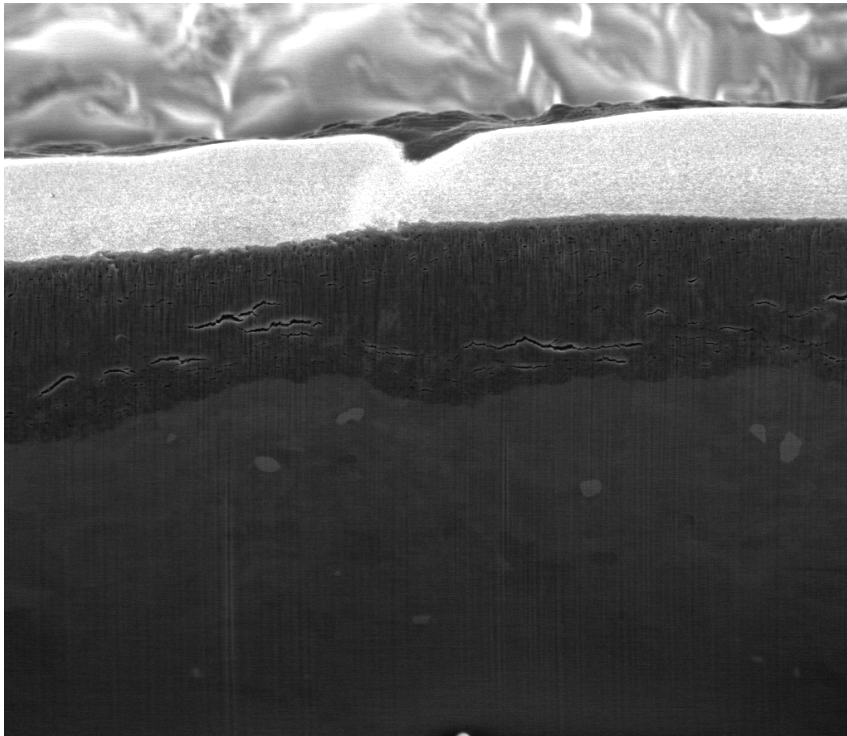


Image avec la meilleure résolution/contraste
Mais non facilement seuillable par analyse

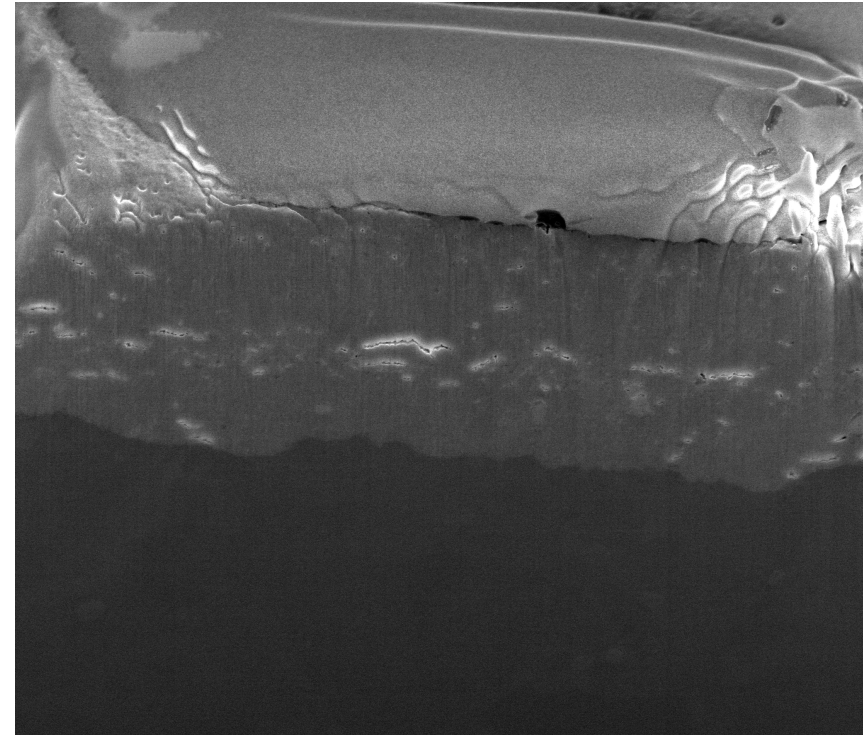
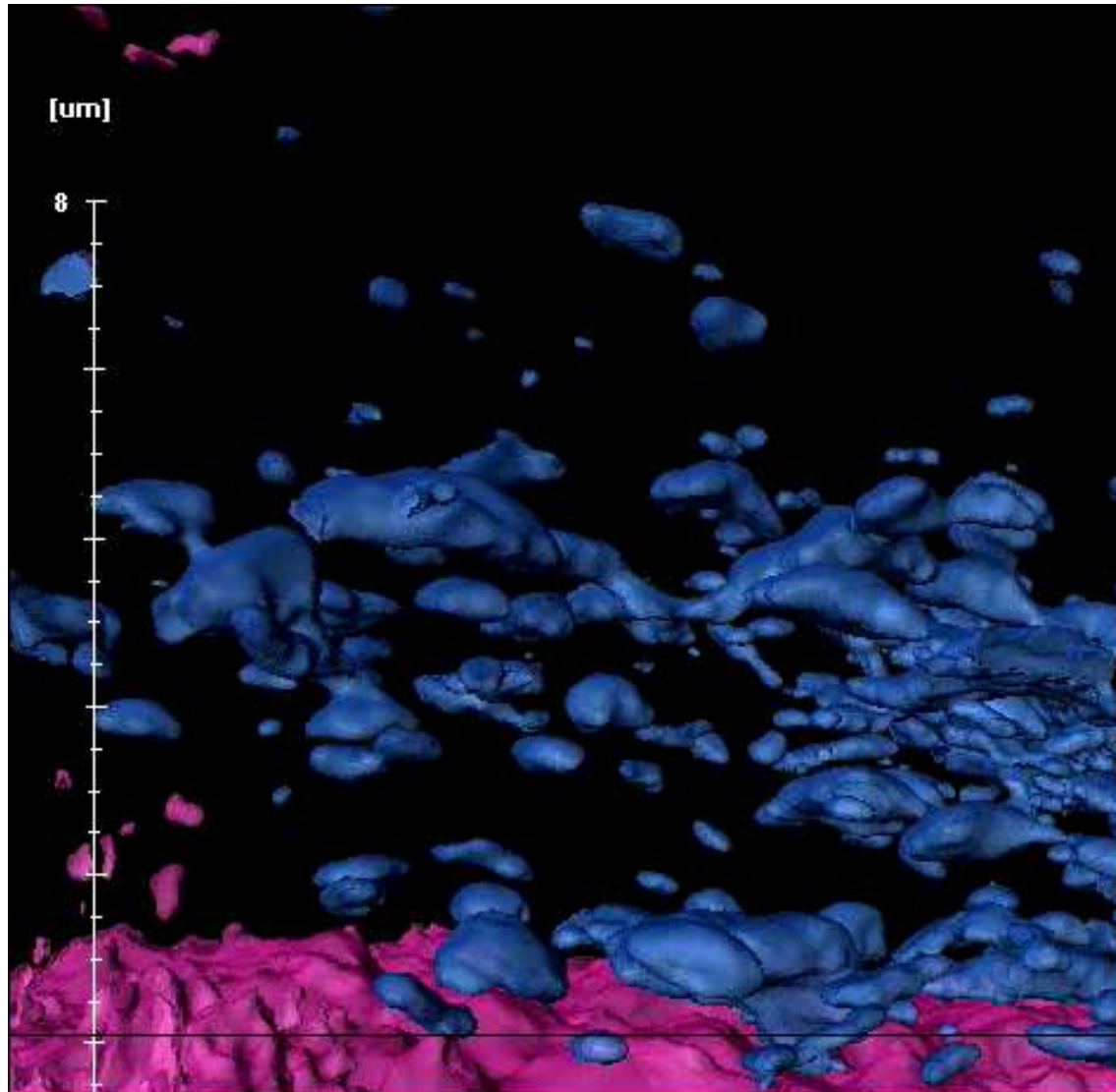


Image avec effets de charge
d'image facilement seuillable

2 - Mécanisme de formation de la couche d'oxyde sur les alliages de Zr (hydrures & zircone)



2 - Corrosion érosion A42 (acier faiblement allié)

Question de fond depuis les années 60..:

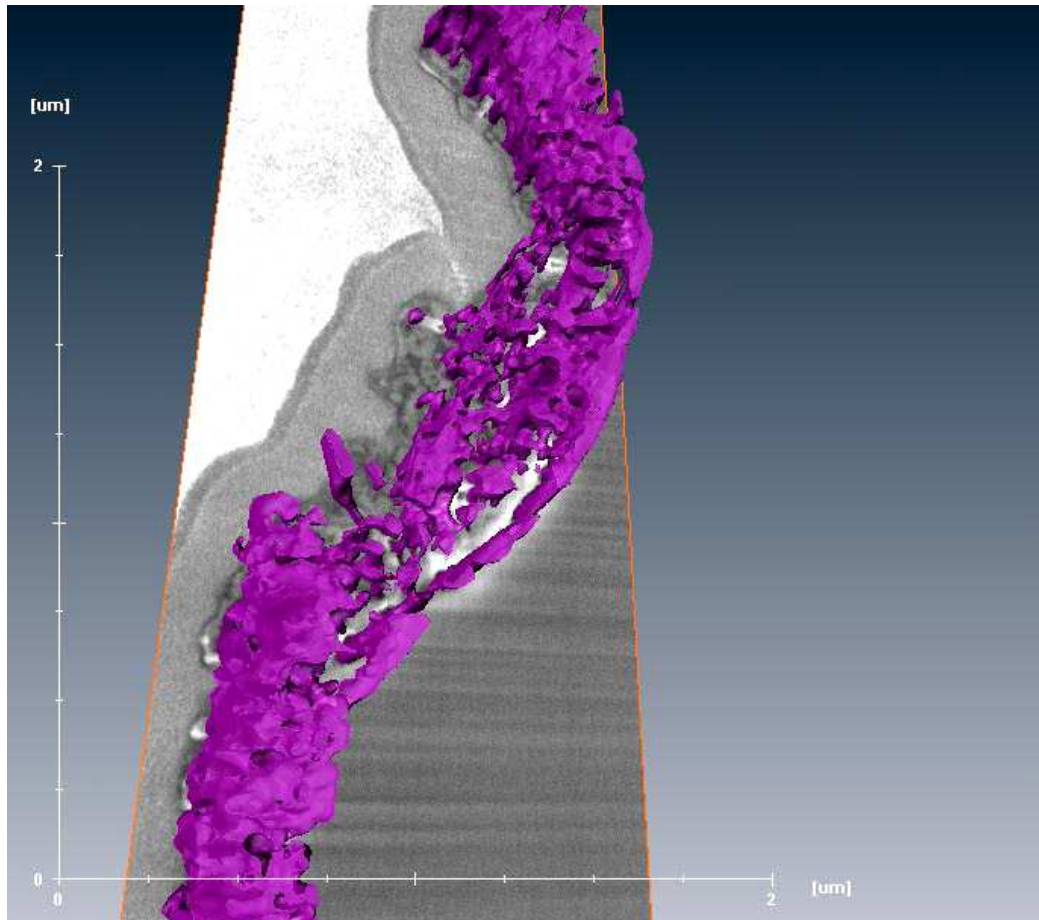
- Quel est le caractère protecteur des oxydes formés sur ces alliages ??

-Y a t il contact entre le milieu et le métal?

- Aucune technique d'observation testée depuis n'a pu expliquer..

→ Et l'imagerie 3D par FIB?

2 - Corrosion érosion A42 (acier faiblement allié)



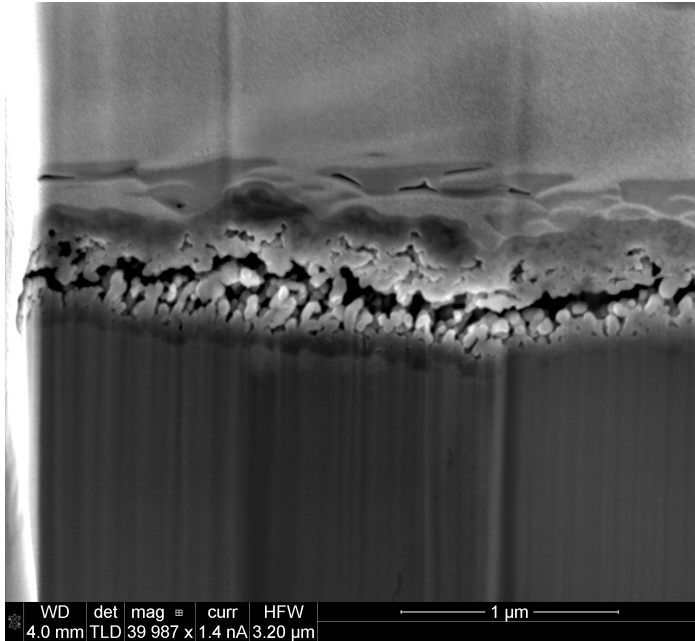
Présence de porosités nanométriques

Contact du milieu avec le métal..

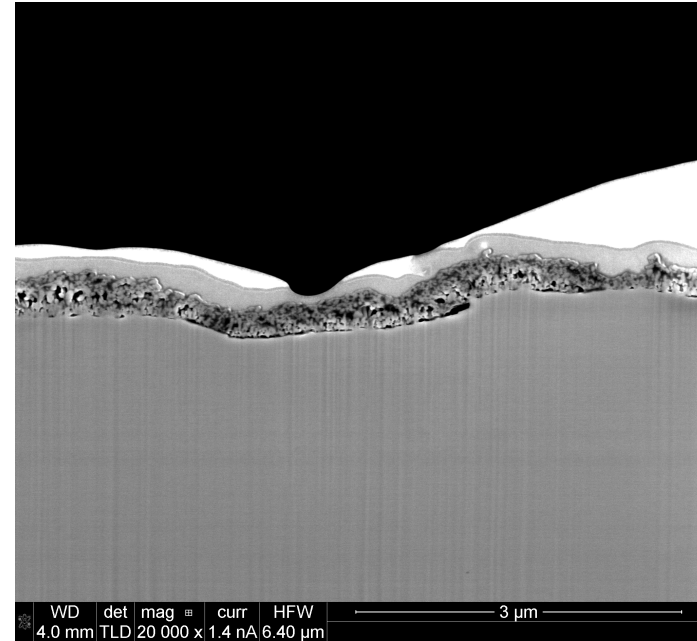
À noter : Effet de drappé..

ET effet de seuillage...

2 - Corrosion érosion A42 (acier faiblement allié)



Corrosion de l'alliage A42 (circuit secondaire avec une chimie 1)



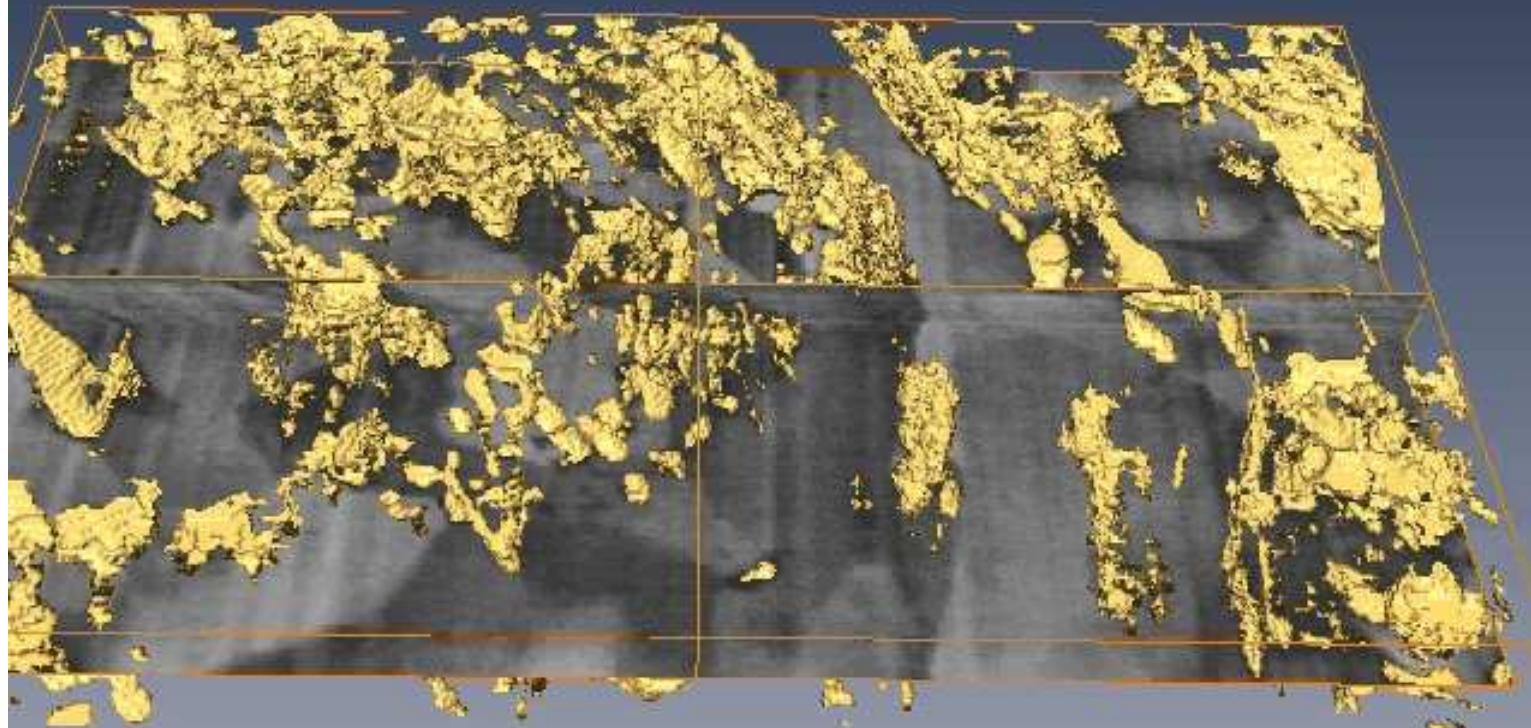
Corrosion de l'alliage A42 (circuit secondaire avec une chimie 2)

→ Caractère protecteur de la couche d'oxyde diffère suivant la chimie du milieu

2 - Etude de la répartition 3D de la cémentite dans un acier bainitique

- Pb : contraste chimique proche au contraste cristallins sur tout les détecteurs..
- Cémentite à un pouvoir diffractant très faible..
→ impossible d'utiliser l'EBSA comme « filtre »..

2 - Etude de la répartition 3D de la cémentite dans un acier bainitique



~ 100*50*5 μ m

2 - Etude de la répartition 3D de la cémentite dans un acier bainitique

- La meilleur solution reste :
 - Attaque chimique
 - Dépôt de carbone
 - Dissolution de la matrice
 - Etude sur réplique extractive

2 - Etude de la répartition 3D de la cémentite dans un acier bainitique

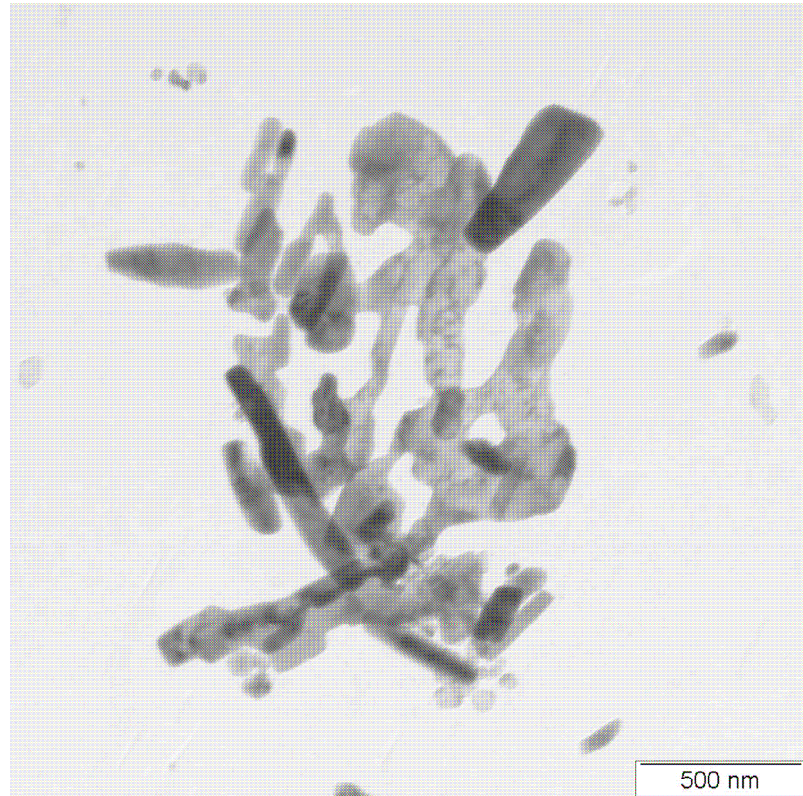
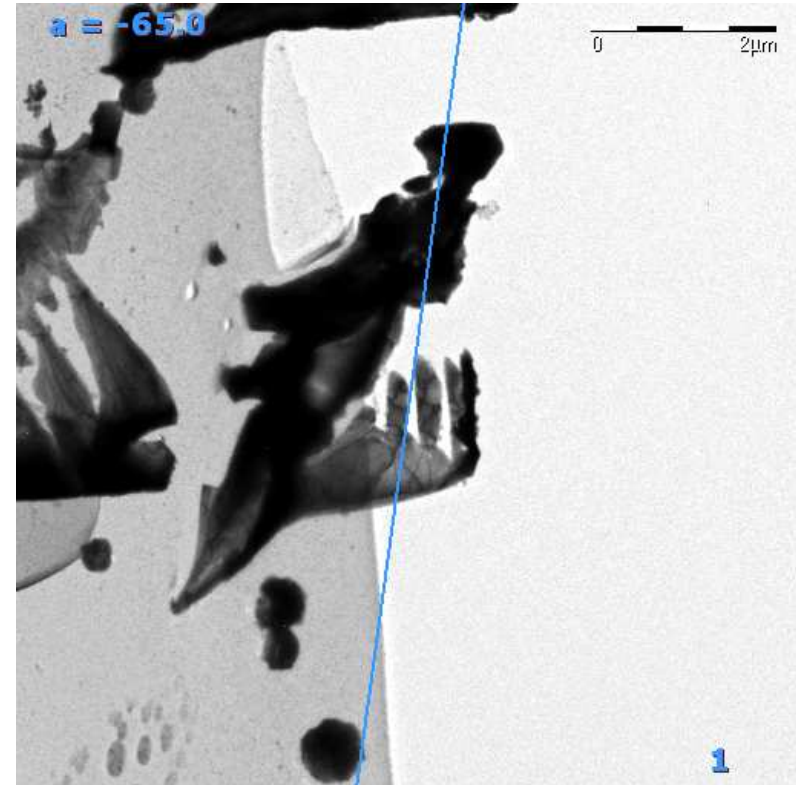


Image MET sur réplique

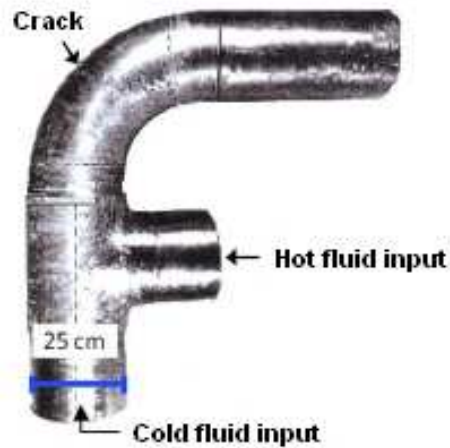


Série tiltée au met Ti(CN)

Geometrie 3D complexe..

Analyse bidimensionnelle des distributions.... fausse

2 - Mécanisme de formation des couches d'oxydes d'un acier inox sollicité en fatigue corrosion

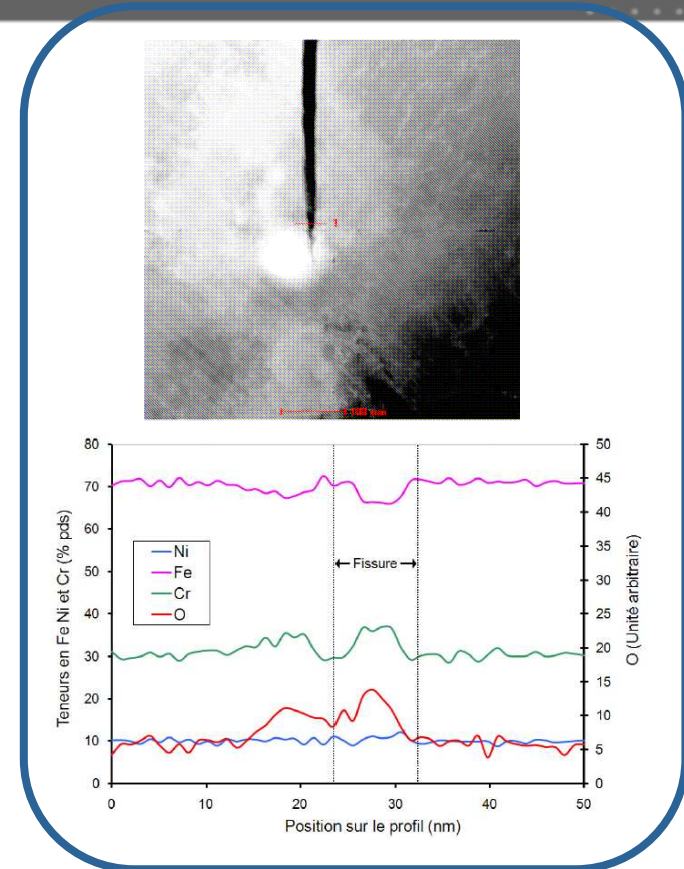


Matériaux 304L

Pression 27 bars

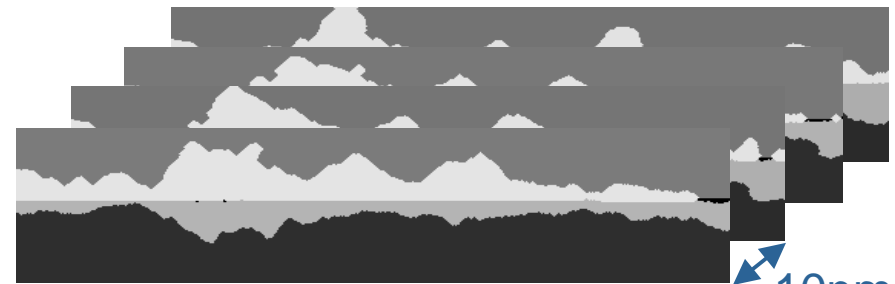
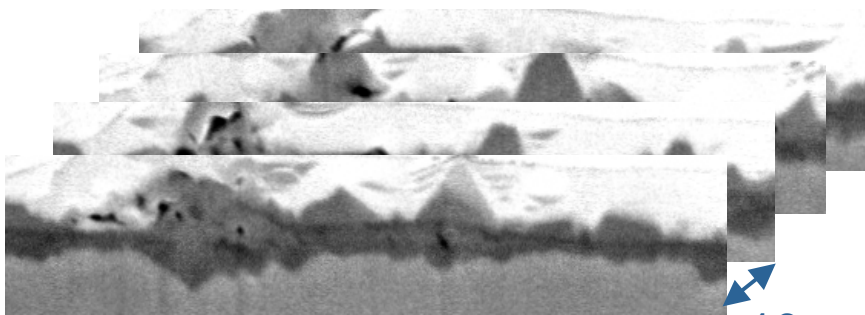
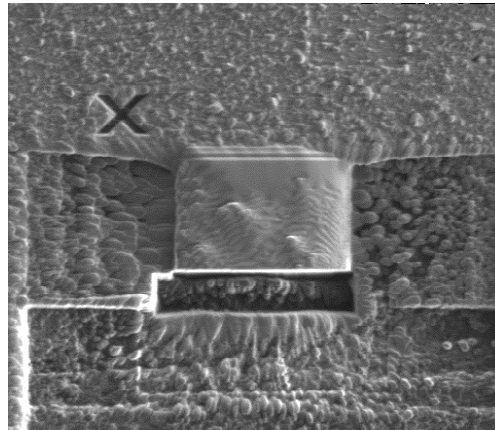
Température 40°C à 180°C

En service : 3800 heures dont 1500 au delà de 180 °C



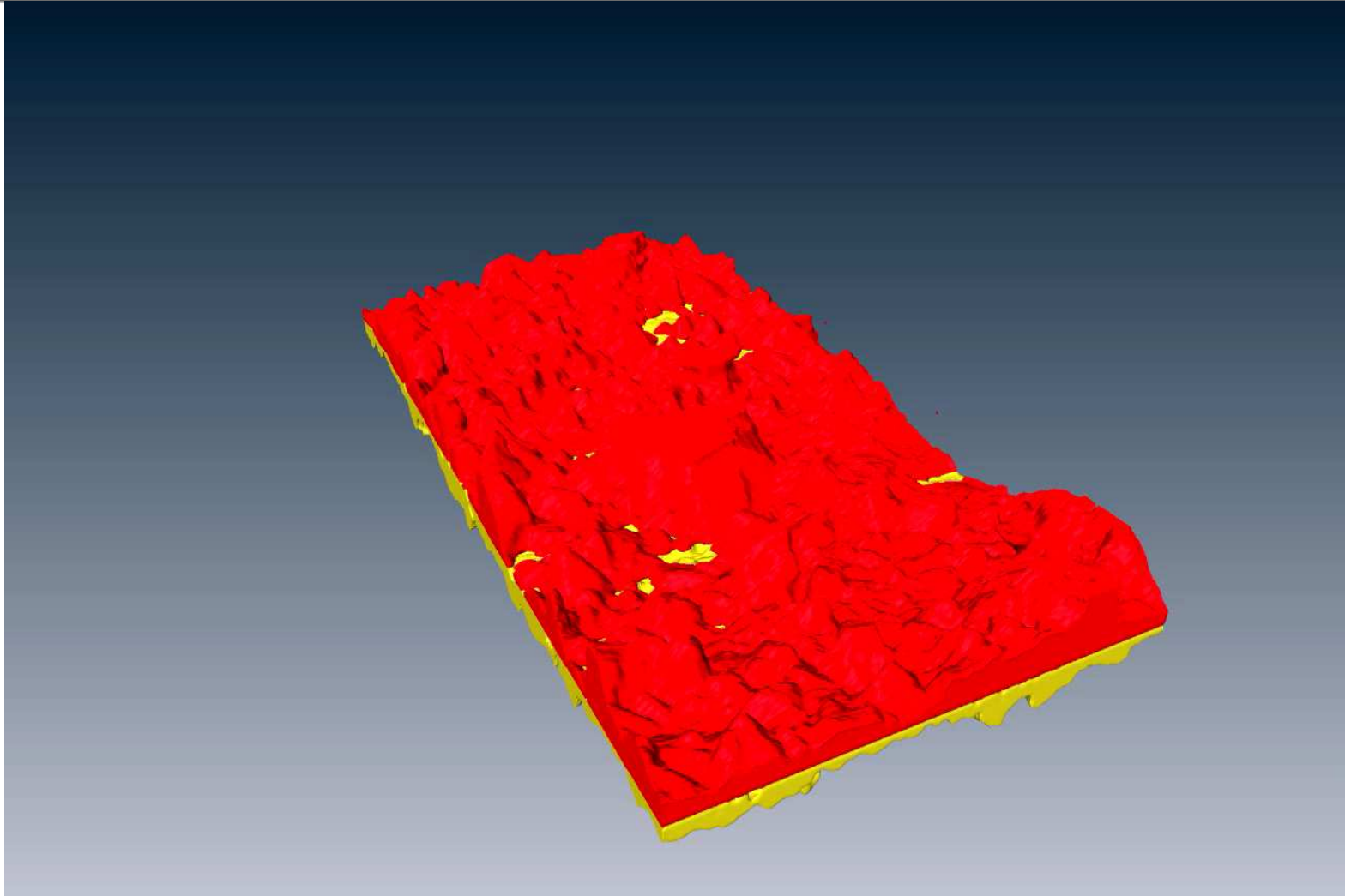
« Un mécanisme de fatigue corrosion est un autre mécanisme possible pour expliquer la dégradation du RRA de Civaux » Anais Garcia (2006-2009)

2 - Mécanisme de formation des couches d'oxydes d'un acier inox sollicité en fatigue corrosion



amira[®] 5

2 - Mécanisme de formation des couches d'oxydes d'un acier inox sollicité en fatigue corrosion



2 - Mécanisme de formation des couches d'oxydes d'un acier inox sollicité en fatigue corrosion

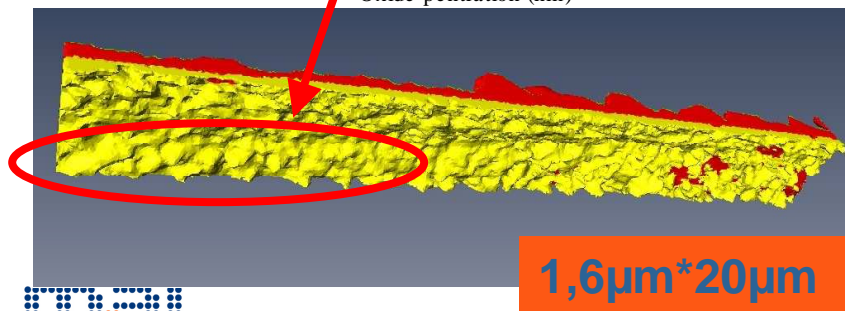
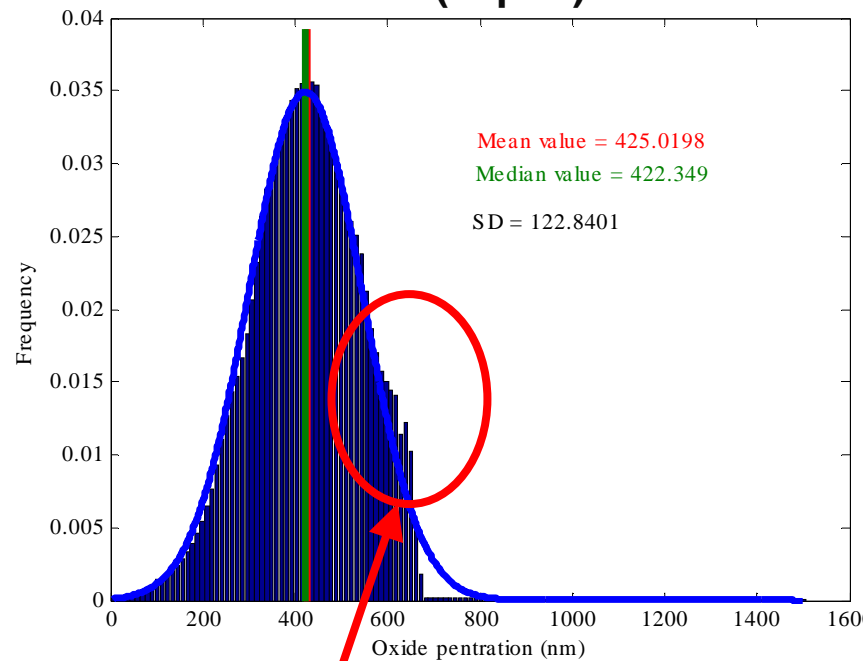
Topographie des interfaces



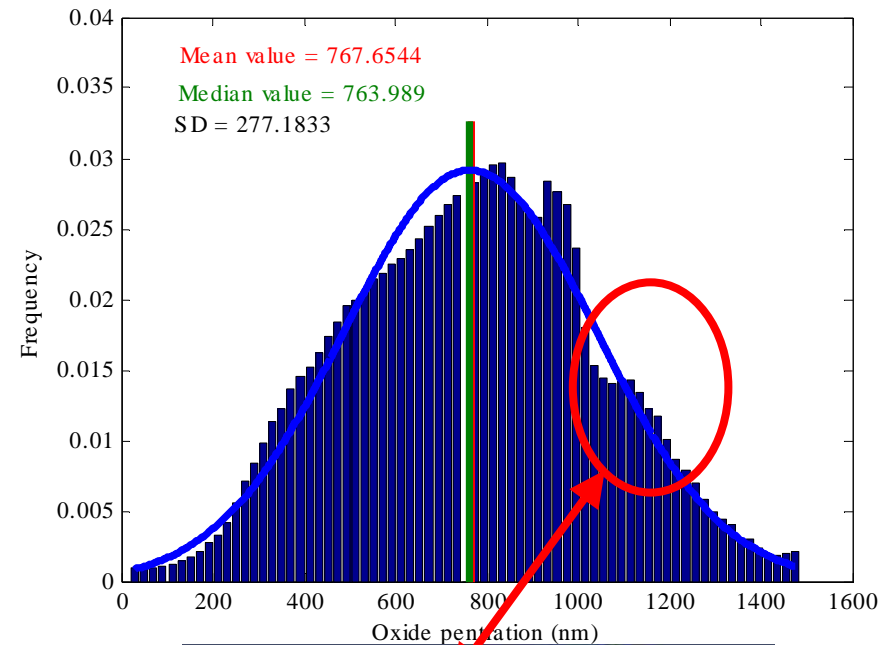
Variation des interfaces = substructure de déformations = cellules de dislocations

2 - Mécanisme de formation des couches d'oxydes d'un acier inox sollicité en fatigue corrosion

$d\varepsilon/dt = 410^{-3} \cdot s^{-1}$, $\Delta\varepsilon = 5.10^{-3}$ Primaire
REP ($32\mu m^2$)



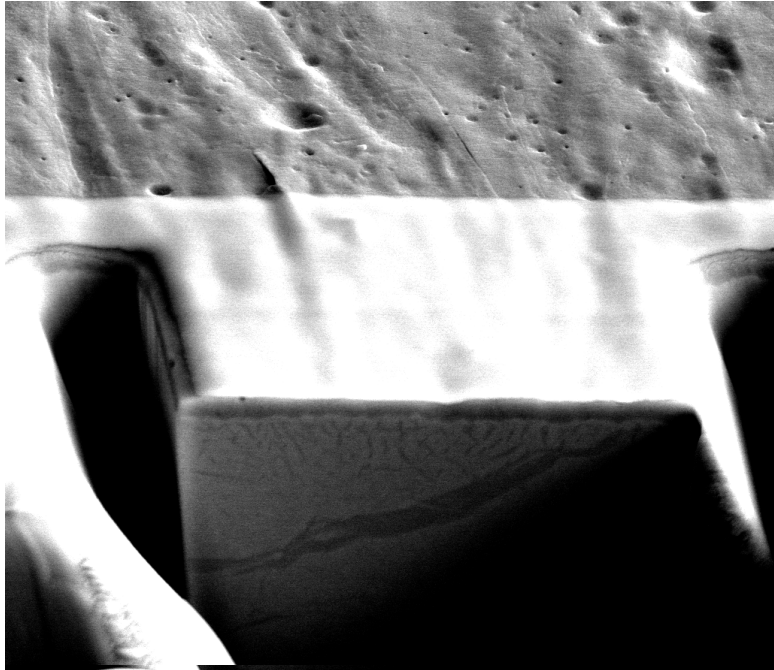
$d\varepsilon/dt = 410^{-5} \cdot s^{-1}$, $\Delta\varepsilon = 5.10^{-3}$
Primaire REP ($180\mu m^2$)



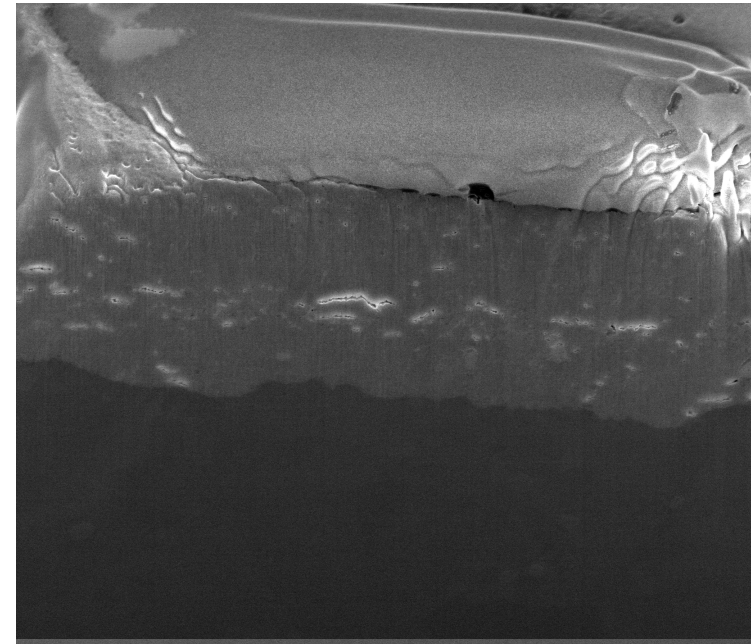
Mais attention...



MAIS.....

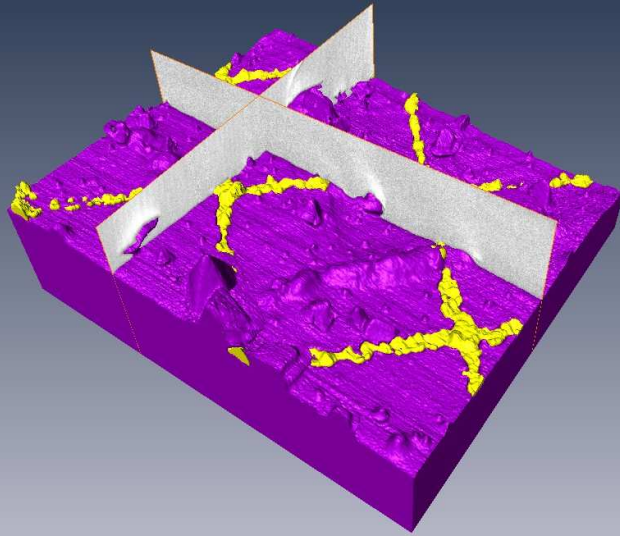


Nature des contrastes?
Hydrures ou pas hydrures?
Plus pb d'ombrages.. À droite
Et pb de redéposition à gauche



Variation des conditions
d'imageries, parasites, ...
ET réglages image pour avoir
un bon seuillage par
forcement un belle image SEM!!

Merci...



Effet de la prédéformation et
de l'orientation
cristallographique sur la
corrosion d'un alliage base
nickel (Alliage 690)

