

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



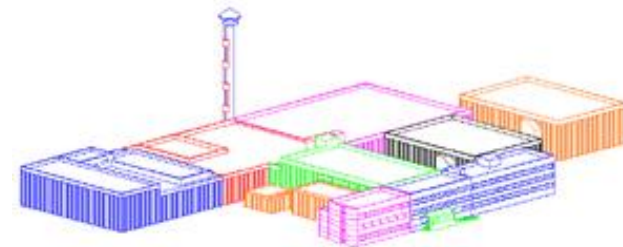
Analyses élémentaires par EDX et WDX sur un MEB FEG en environnement radioactif

G. JOUAN, J.R. SEVILLA

DEN/MAR/DTEC/SECA/LCC

Laboratoire de Caractérisation du Combustible

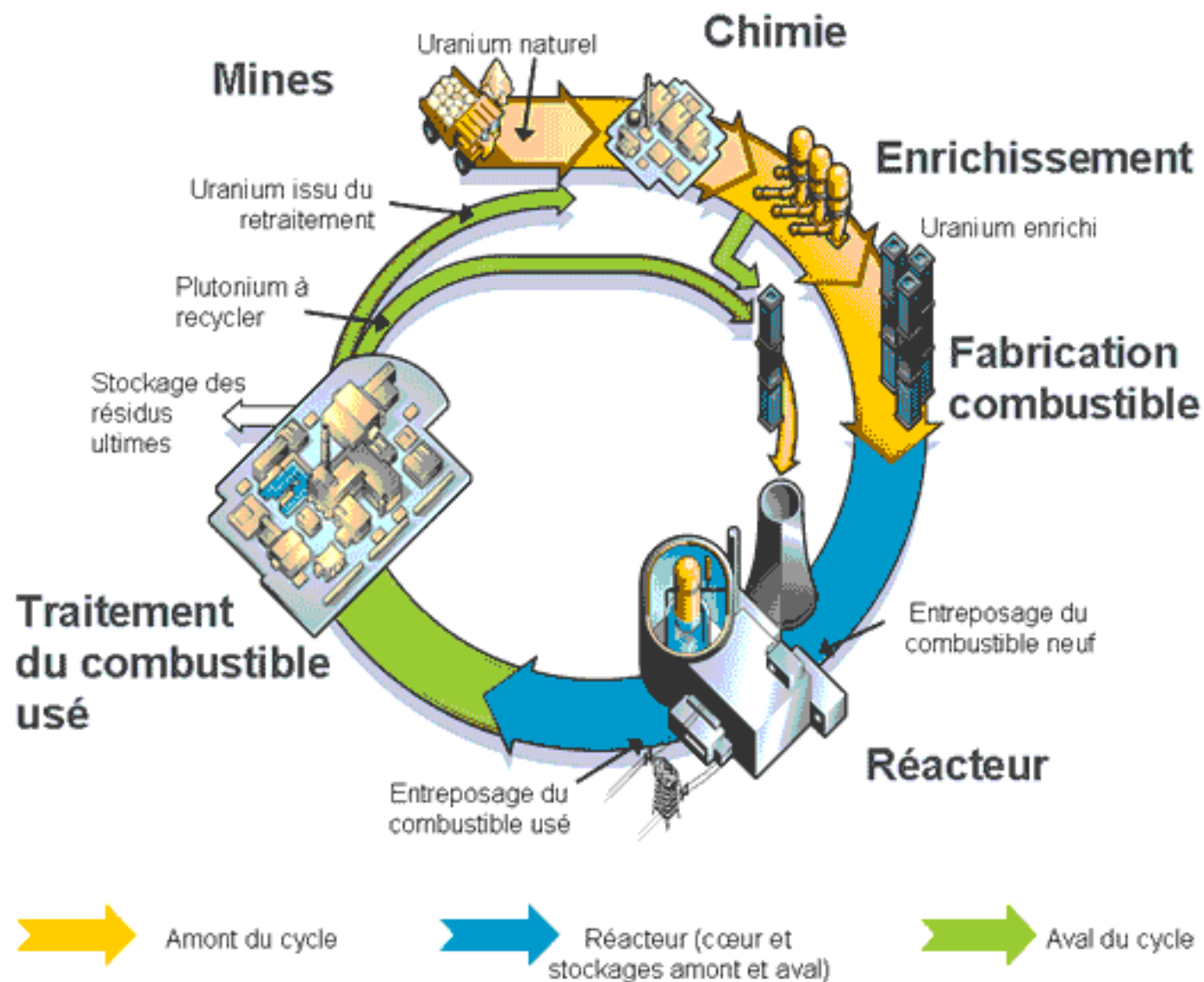
Chef de laboratoire : Christophe Valot



ATelier Alpha et Laboratoires ANalyse, Transuraniens et Etude de retraitement

19 000 m² sur 3 niveaux - 12 chaînes blindées - 17 laboratoires (250 BâG)

Cycle du combustible



1 nucléarisation

2 exemples de préparations et d'imagerie

3 la maintenance

4 configuration EDX particulière

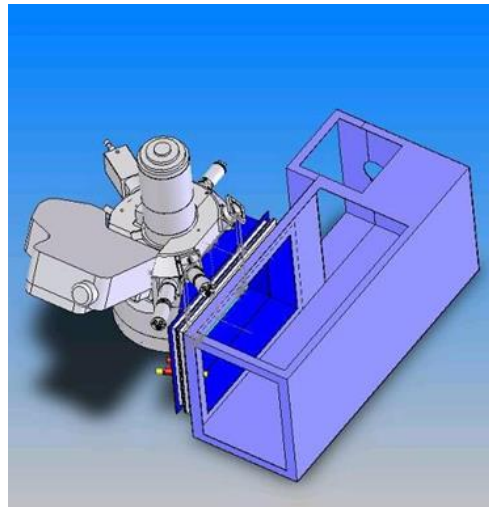
5 exemples de spectres/cartographies par EDX

6 apport du WDX sur les matériaux radioactifs pulvérulents

7 perspectives pour le LCC



Dédié aux poudres
radioactives

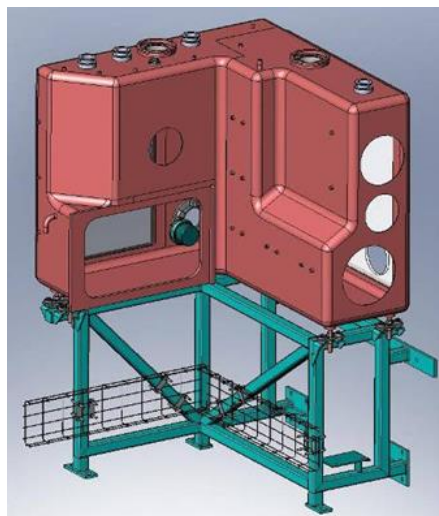


protection biologique
existante (20 mCi)



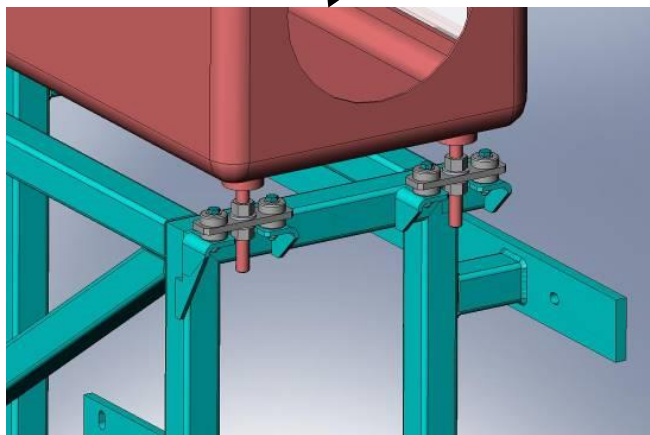
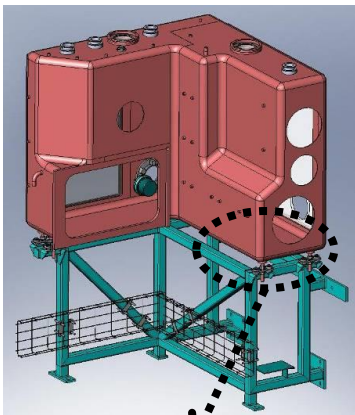
BàG adaptée

DEN/DTEC/SECA/LCC

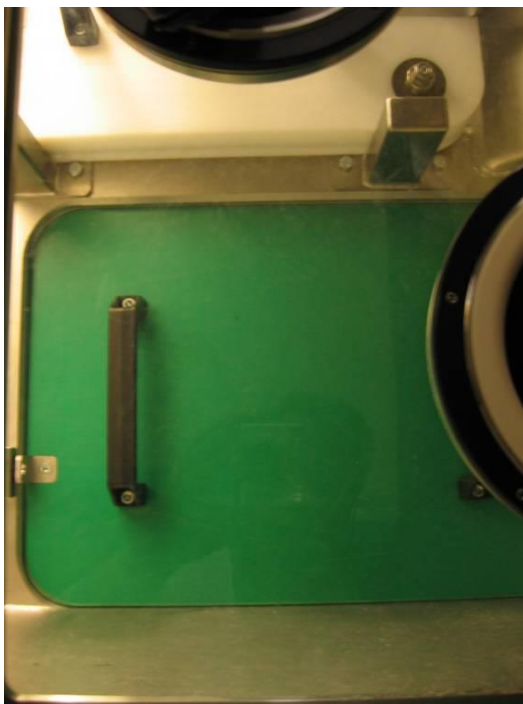


Minimisation des vibrations pour l'imagerie

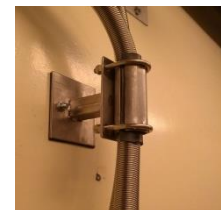
BàG sur Silent block



Plaque de scellement



Système de pompage déporté



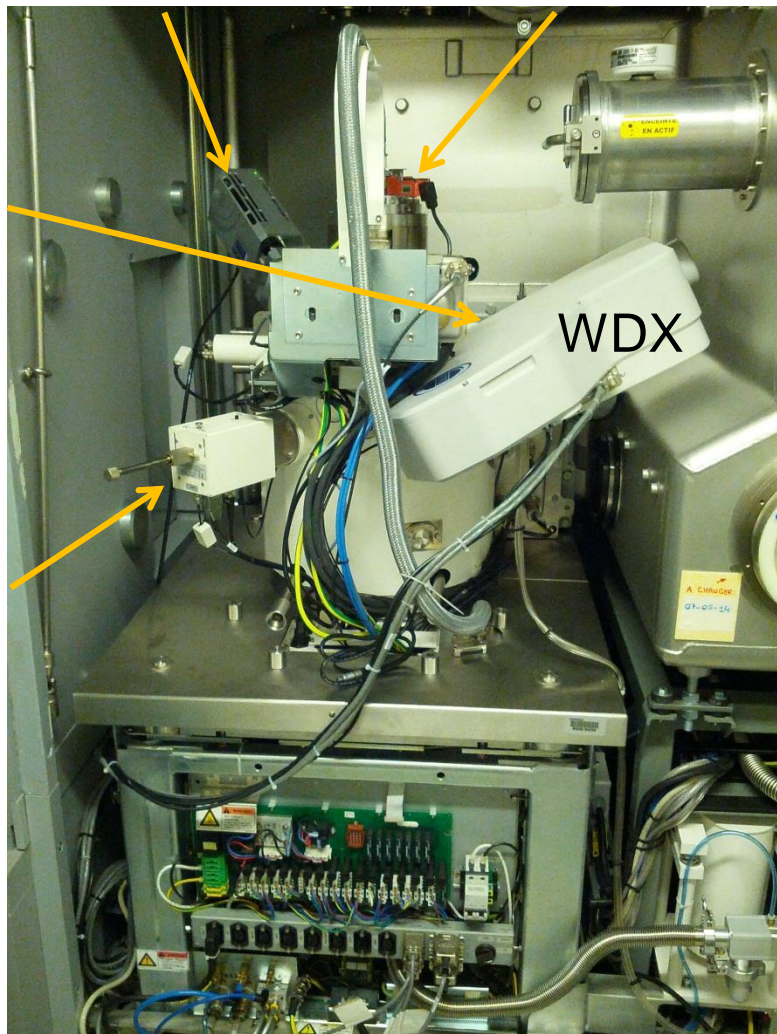
MEB FEG ZEISS SUPRA 55 WDS

EDX

INLENS

Everhart-Thornley

BSE



DEN/DTEC/SECALCC

Mise en actif en juillet 2010

1 nucléarisation

2 exemples de préparations et d'imagerie

3 la maintenance

4 configuration EDX particulière

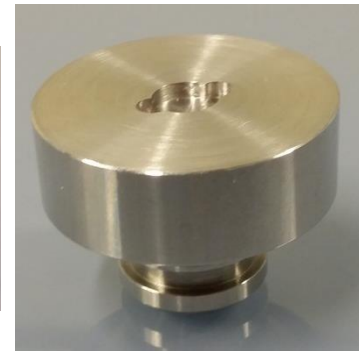
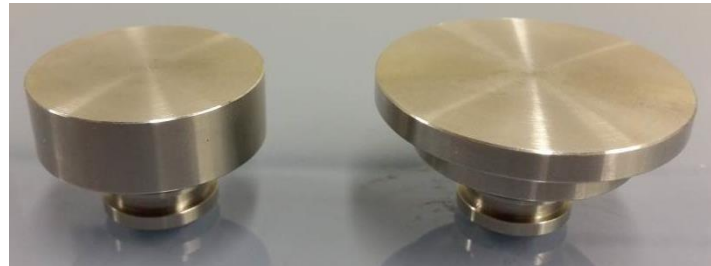
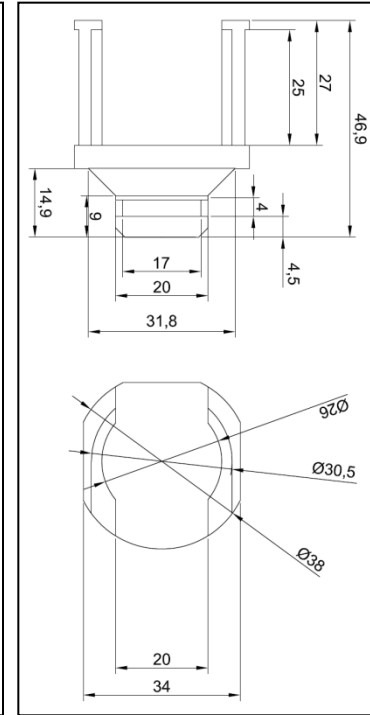
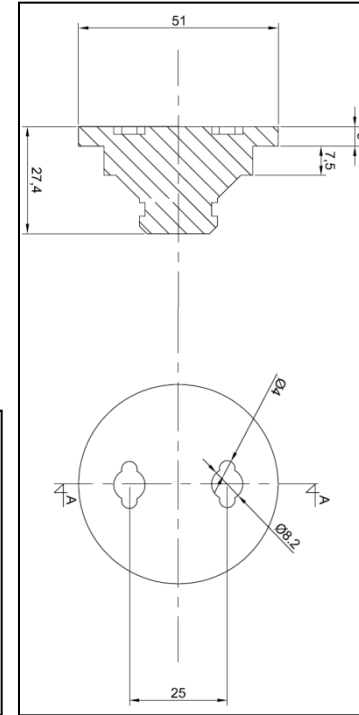
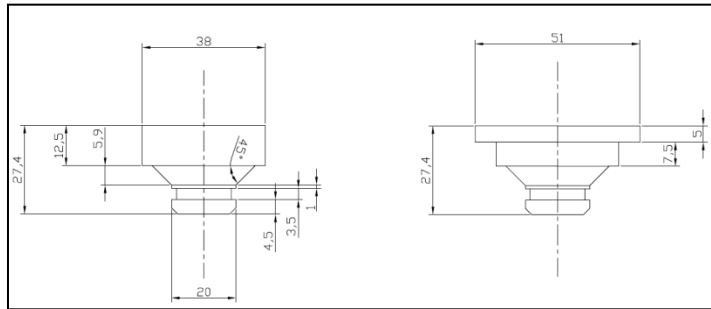
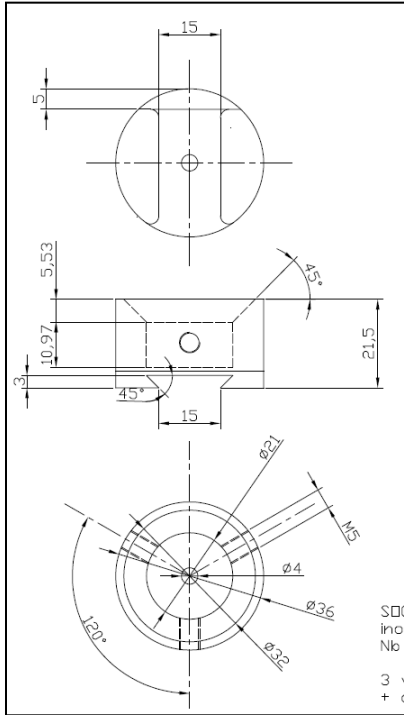
5 exemples de spectres/cartographies par EDX

6 apport du WDX sur les matériaux radioactifs pulvérulents

7 perspectives pour le LCC

Echantillons variés (supports adaptés)

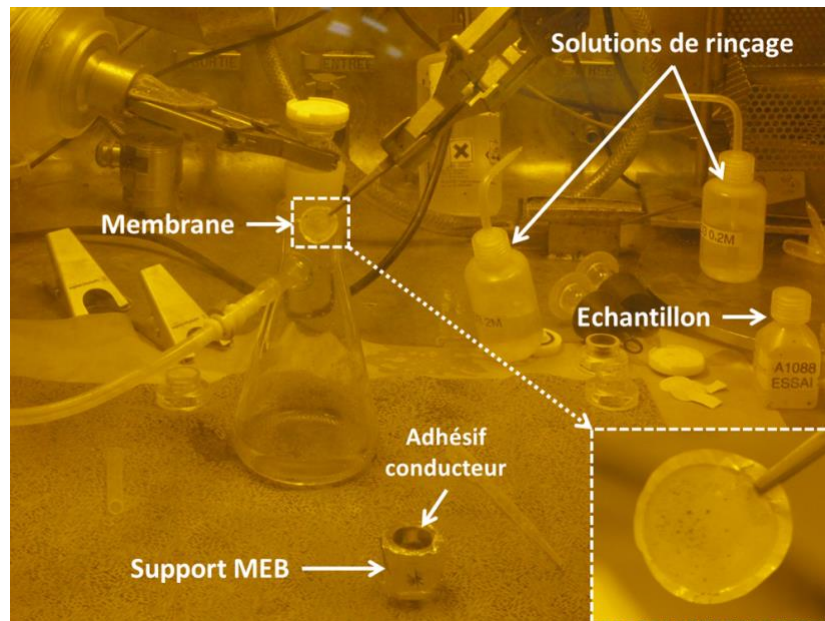
Emetteurs α - β - γ -neutrons
 Poudres
 Gels
 Éclats de pastilles
 Lames de fer
 Morceaux de tube
 Filtres
 etc



BàG



Caisson blindé



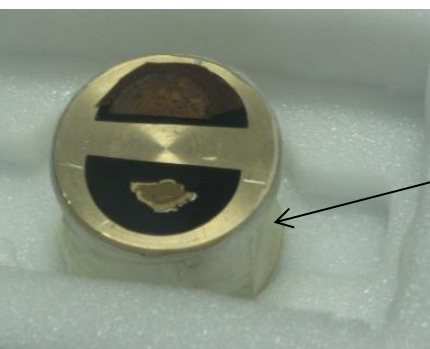
Tronçonneuse



Enrobage conducteur



Film de protection pour limiter la contamination dans la chambre



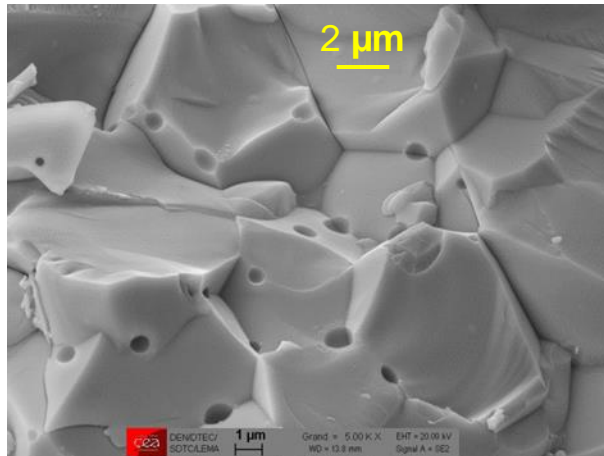
DEN/DTEC/SECA/LCC

cea Exemples de clichés

Everhart-Thornley

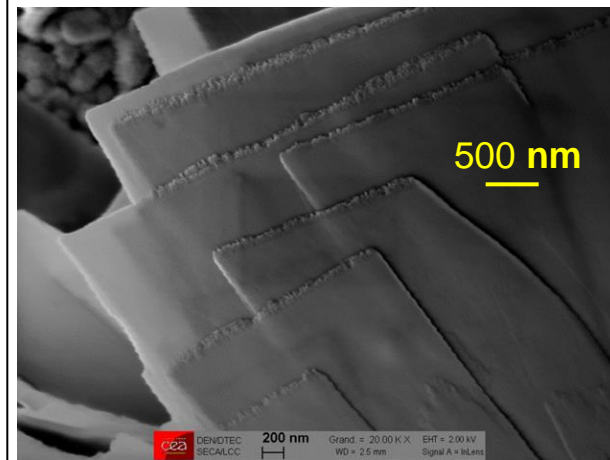


Lxiviation UO_2 en présence de Fe



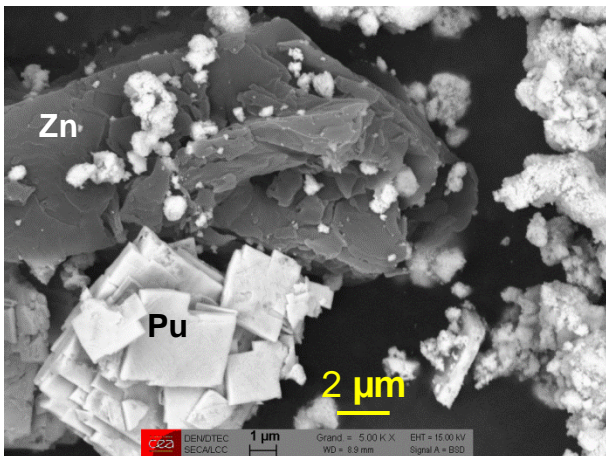
Pastille frittée d'U-Am O_2

InLens

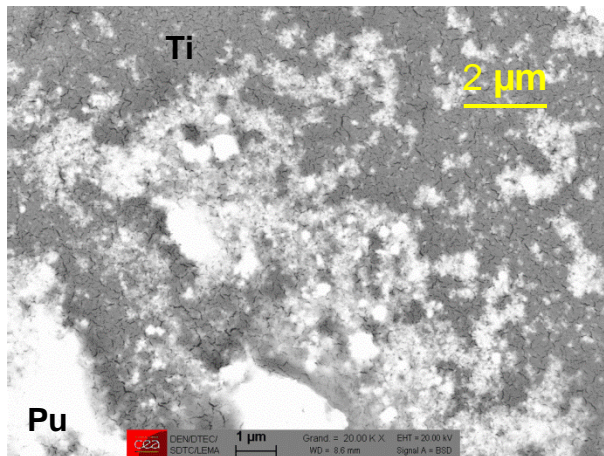


Lxiviation UO_2 en présence de Fe

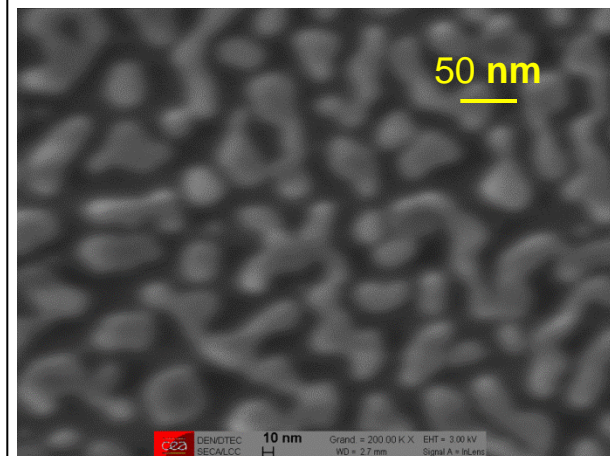
Electrons rétrodiffusés (contraste chimique)



Mélange PuO_2 /St-Zn



Dissolution de PuO_2 par sonochimie



Colloïde de Pu

1 nucléarisation

2 exemples de préparations et d'imagerie

3 la maintenance

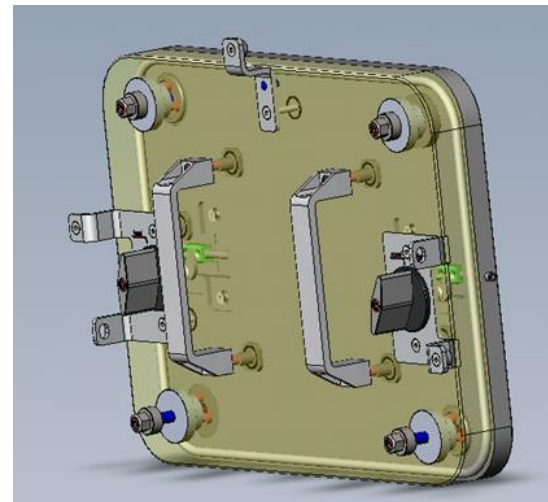
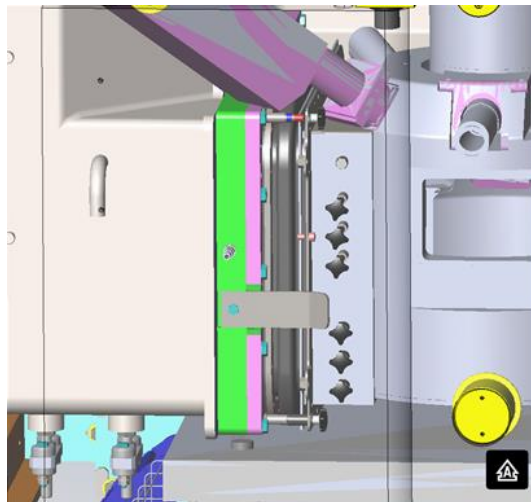
4 configuration EDX particulière

5 exemples de spectres/cartographies par EDX

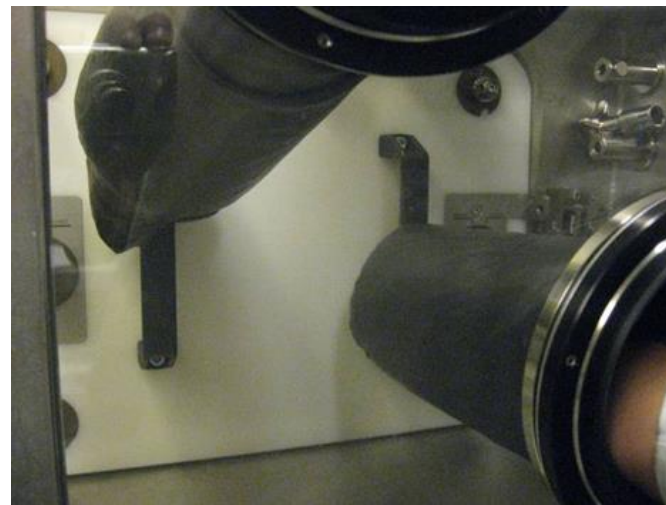
6 apport du WDX sur les matériaux radioactifs pulvérulents

7 perspectives pour le LCC

Maintenance : déconnexion MEB/BàG



Déconnexion sans rupture de confinement



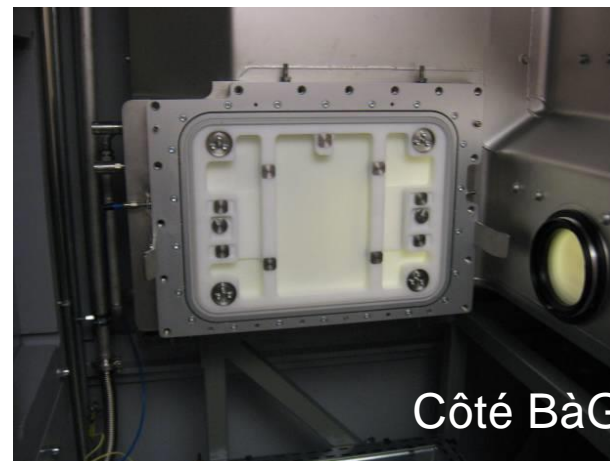
Joint gonflable

Maintenance : déconnexion MEB/BàG



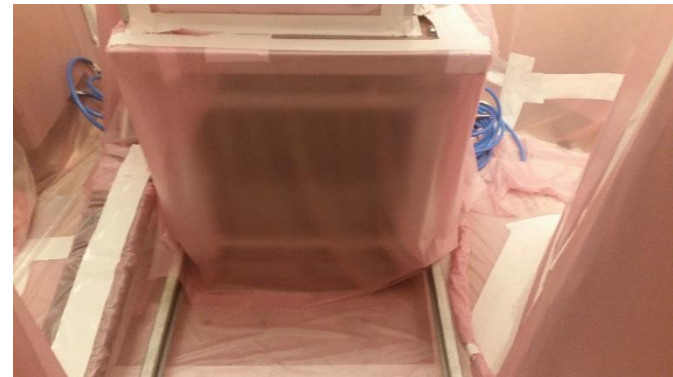
Mise en place de rails

déconnexion





Confinement
de la
contamination



MAR95

Tenue active
+ Air respirable

Tenue active

Tenue universelle



Aduction d'air

Tenue ventilée

Contamination

Oxford Instruments



Carl Zeiss



1 nucléarisation

2 exemples de préparations et d'imagerie

3 la maintenance

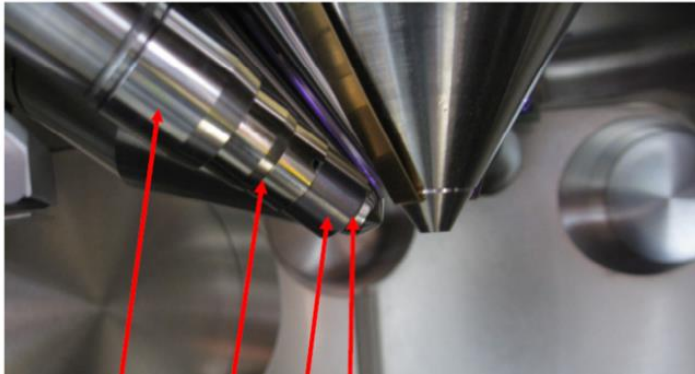
4 configuration EDX particulière

5 exemples de spectres/cartographies par EDX

6 apport du WDX sur les matériaux radioactifs pulvérulents

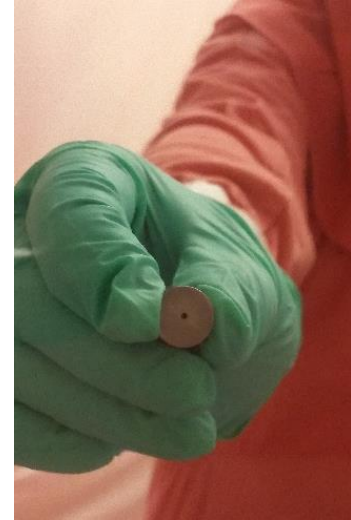
7 perspectives pour le LCC

Configuration du détecteur EDX pénalisante



SDD Xact
Vitrus
Collimator
Be window
8 - 12 - 25

Fenêtre Be
+
Eloignement du détecteur important
+
Collimateur de 0,5 mm (2 mm en standard)



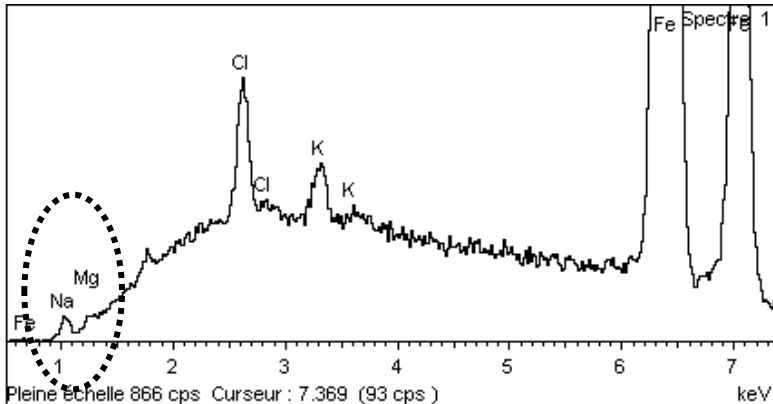
1^{er} élément mesurable : Na

+

Très peu de coups collectés
EHT : 15 kV mini
diaphragme 240 μ m



Faible résolution spatiale
Temps de comptage important
Destruction des échantillons sous le faisceau



cea Modifications en 2016 !

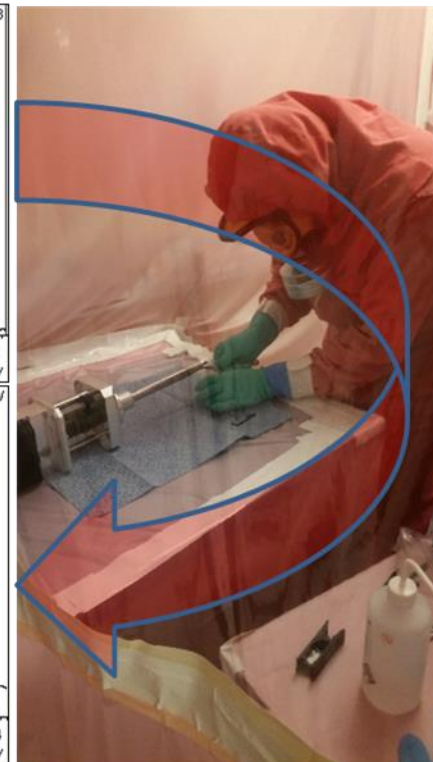
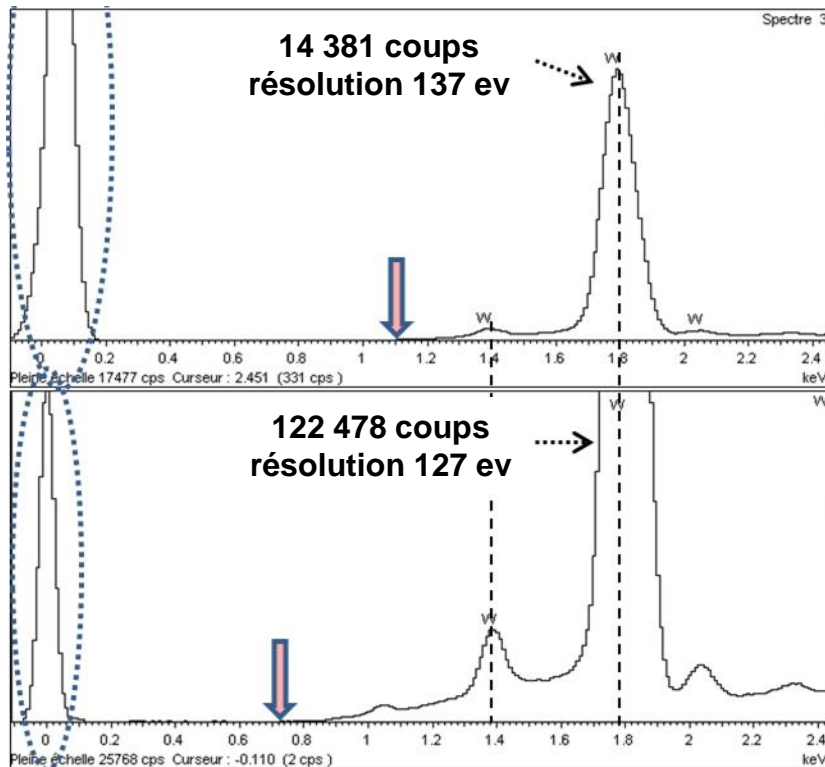
- Be : 25 μm
- EDX éloigné
- Puce ayant 4 ans

- Be : 12 μm
- EDX moins éloigné
- Puce neuve



Calibration indispensable !

DEN/DTEC/SECA/LCC



MAC55 Standards

Standards maison pour les actinides
nouvel étalon Pu très bientôt !

1 nucléarisation

2 exemples de préparations et d'imagerie

3 la maintenance

4 configuration EDX particulière

5 exemples de spectres/cartographies par EDX

6 apport du WDX sur les matériaux radioactifs pulvérulents

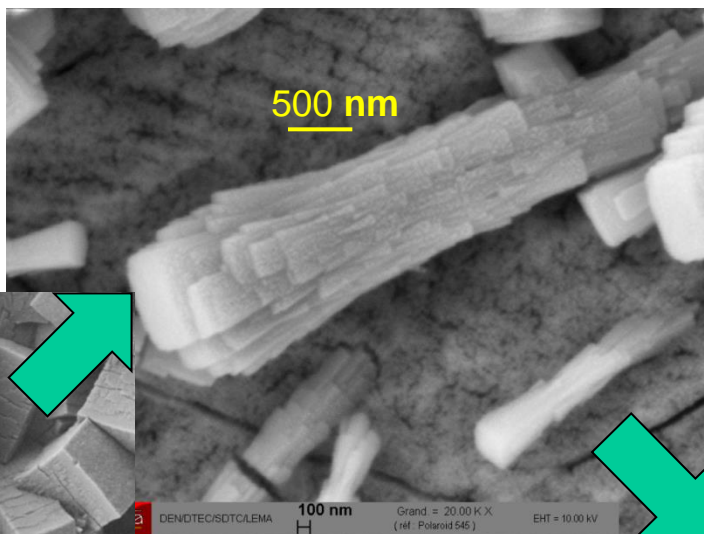
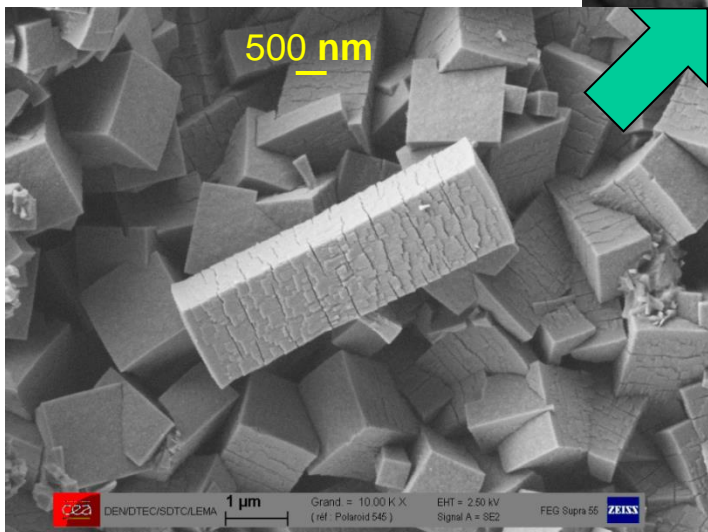
7 perspectives pour le LCC

Exemples d'analyses EDX sur des précipités

Dissolution du combustible usé → précipités Mo/Zr se forment
Inhibition de cette croissance !?

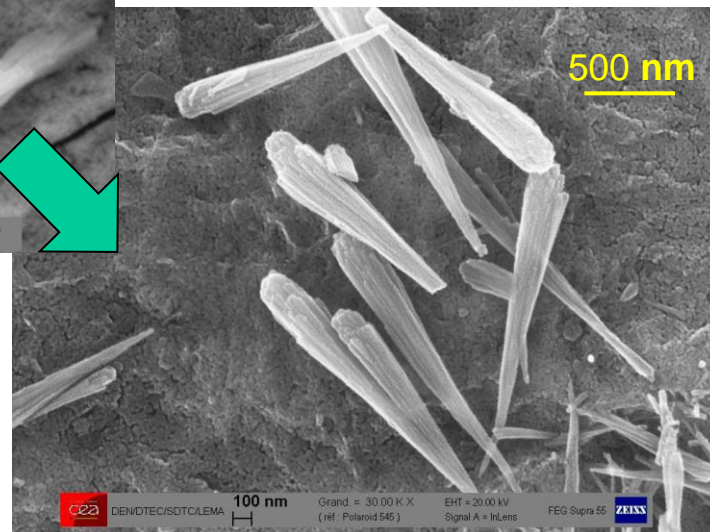
Exemple après 22h (expériences pour 29h et 35h)

Sans inhibiteur

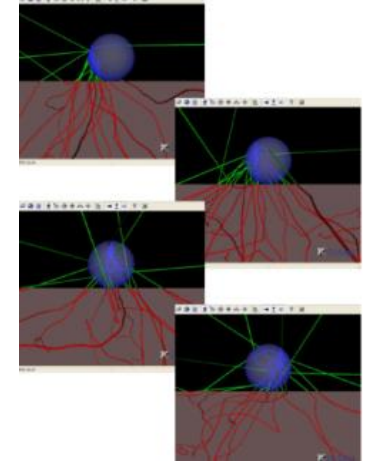
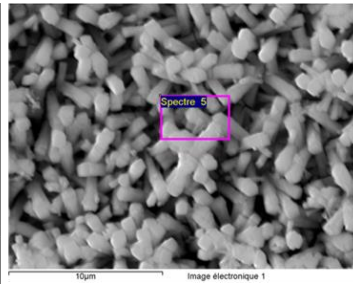
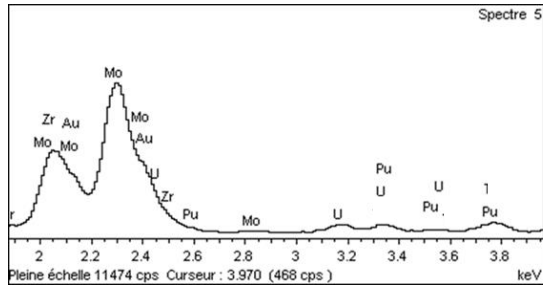


Inhibiteur au début

Inhibiteur pendant



Exemples d'analyses EDX sur des précipités



Before 29h	Zr *	Mo*	M *	U*	Pu*
average	29.8	59.8	5.4	4.3	0.8
SD	1.79	1.59	0.91	1.12	0.23
RSD	6.0%	2.6%	17.7%	24.9%	30.9%
Trough 22h	Zr *	Mo*	M *	U*	Pu*
average	37.6	55.0	4.5	2.1	0.9
SD	7.14	7.07	0.91	0.49	0.32
RSD	17%	14%	22%	21%	30%

18 spectres



35 spectres



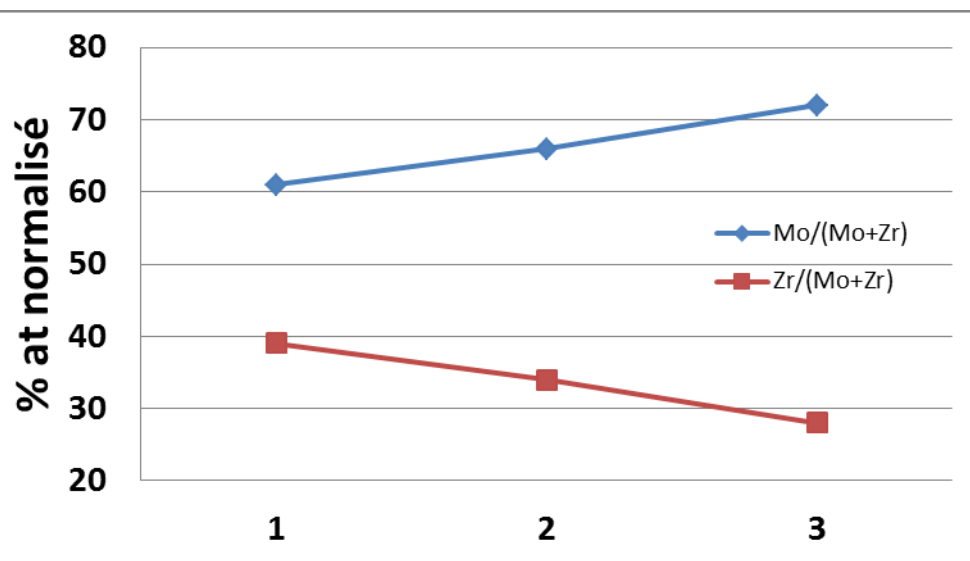
Nombre de spectres dépendant de la microstructure
 A ajuster en fonction des échantillons !

Exemples d'analyses EDX sur des précipités

- Influence du temps trempé sur la composition des précipités négligeable

%at*	Mo	Zr	M	Mo/(Mo+Zr)	Zr/(Mo+Zr)	(Mo+M)/(Mo+Zr+M)
à la fin	56	36	6	61%	39%	63
au début	58	30	5	66%	34%	68
Sans	70	27	0	72%	28%	72

* (% approximatifs)



- Substitution de M au Mo ?

Rayon ionique proche

Coordinance octaédrique pour les deux

- Analyses complémentaires nécessaires (DRX monocristal ?)

1 nucléarisation

2 exemples de préparations et d'imagerie

3 la maintenance

4 configuration EDX particulière

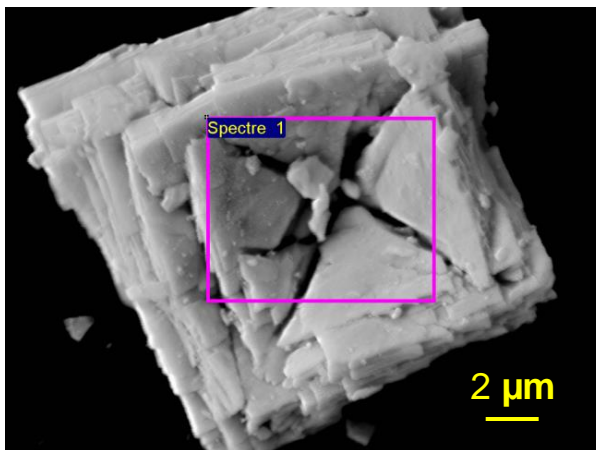
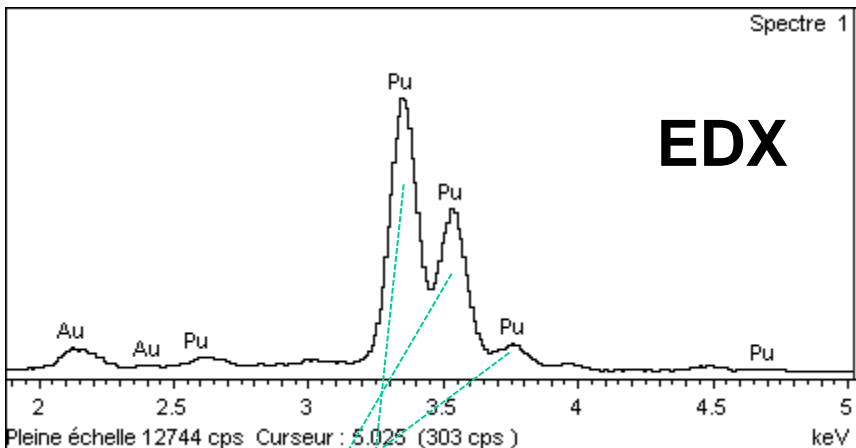
5 exemples de spectres/cartographies par EDX

6 apport du WDX sur les matériaux radioactifs pulvérulents

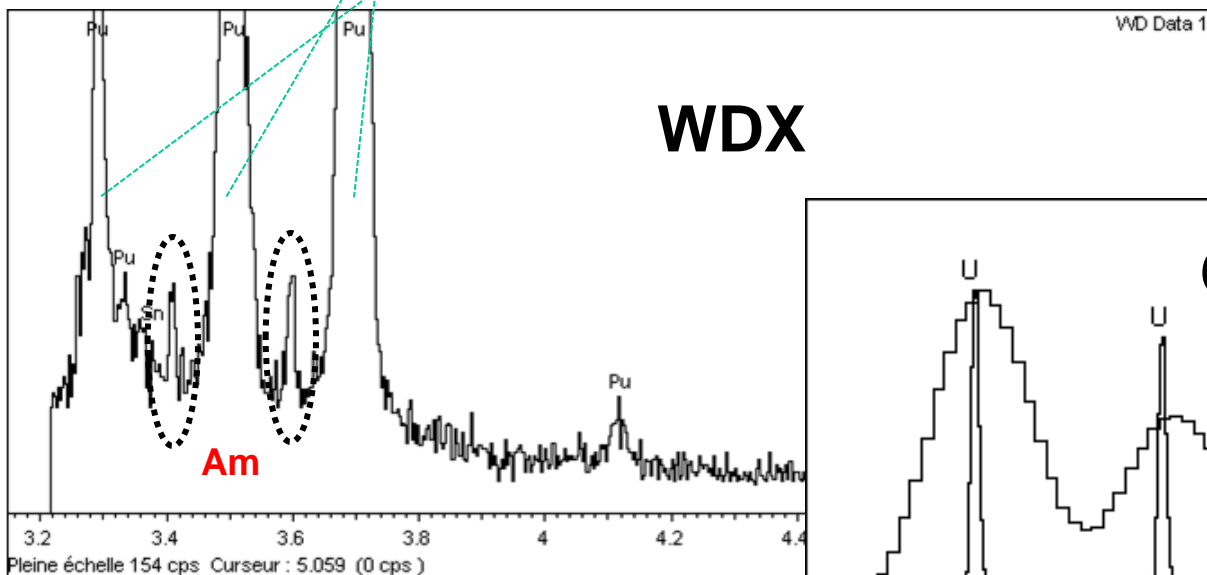
7 perspectives pour le LCC

Séparation des actinides (Am par exemple)

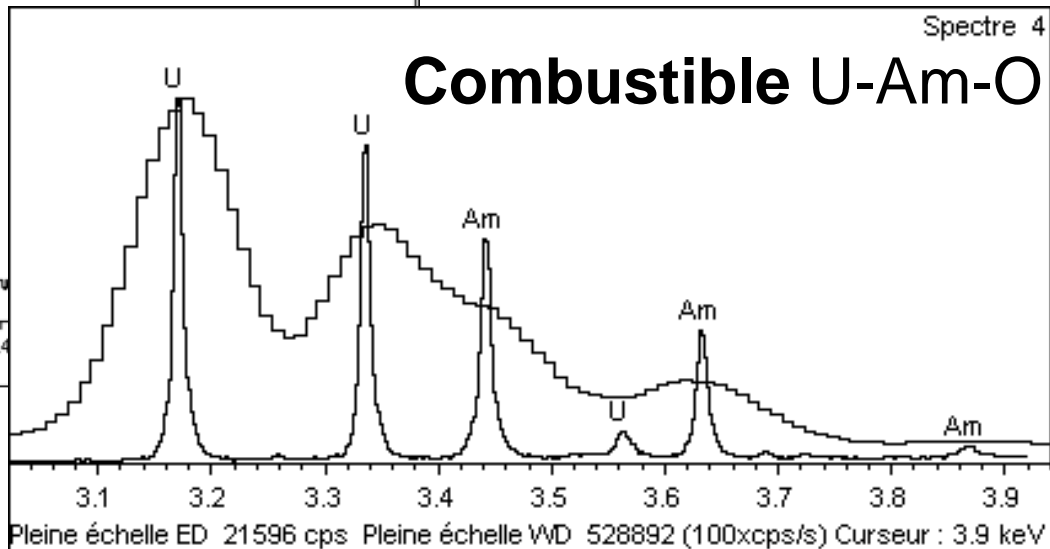
EDX



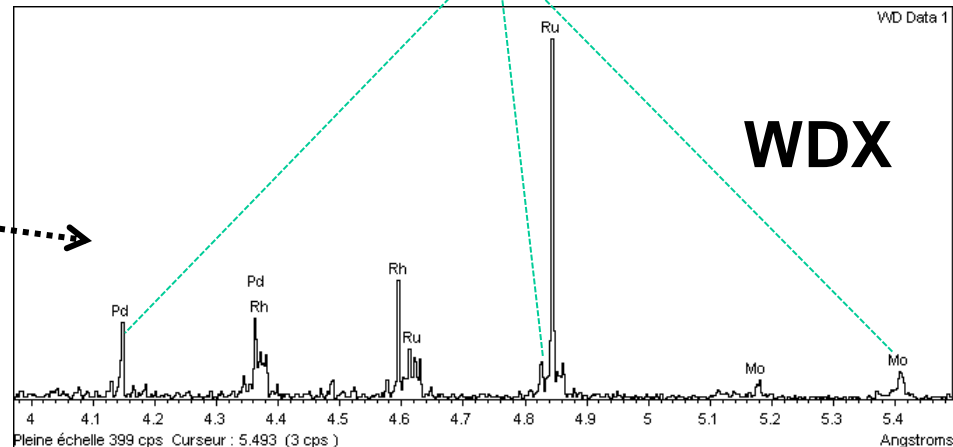
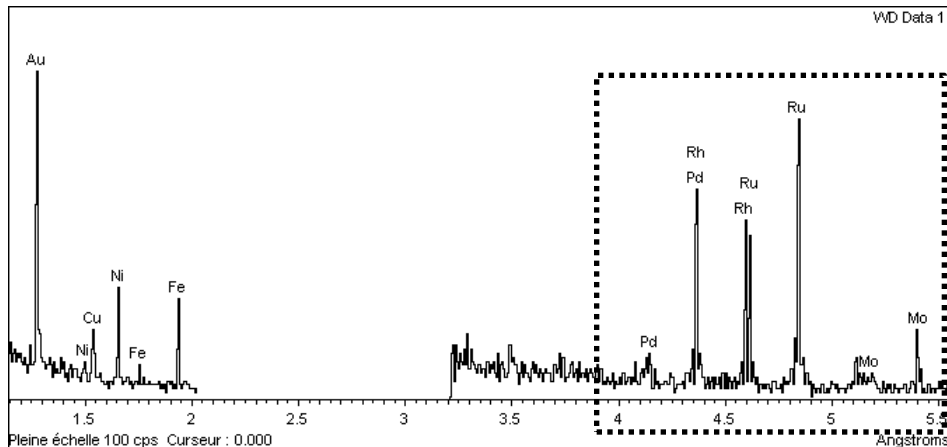
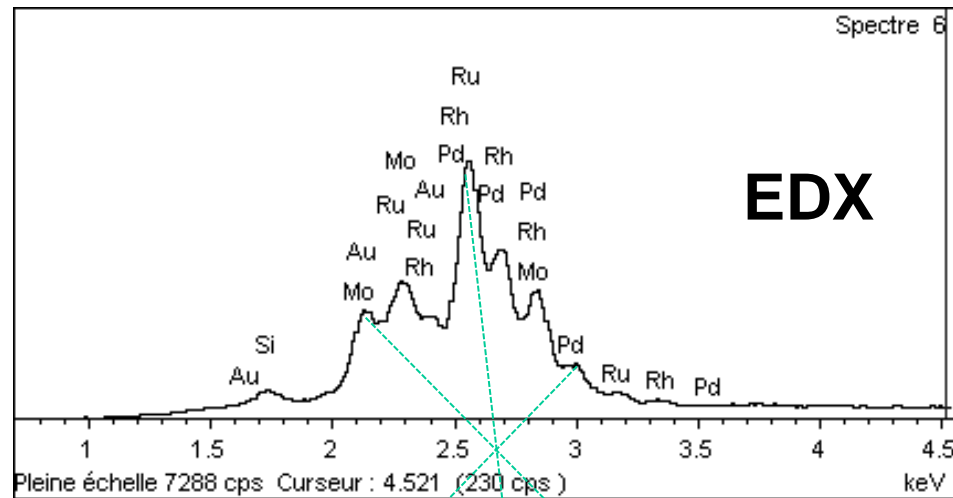
WDX



Combustible U-Am-O



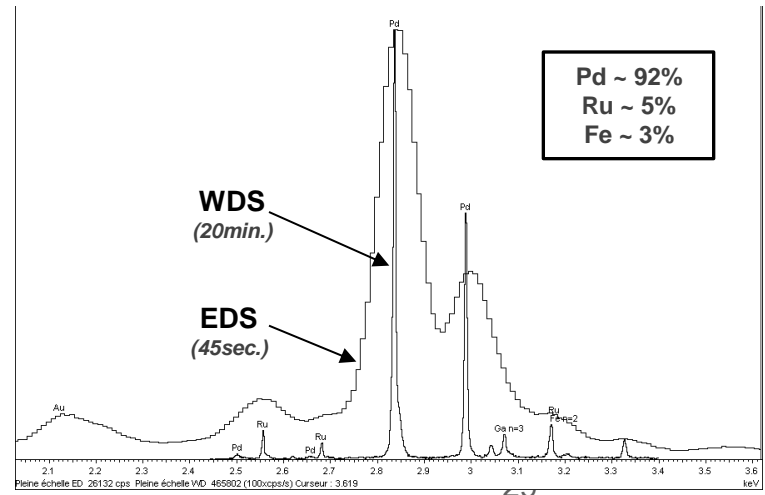
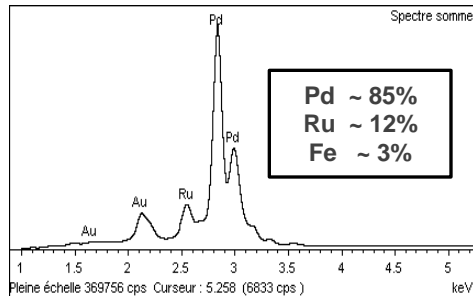
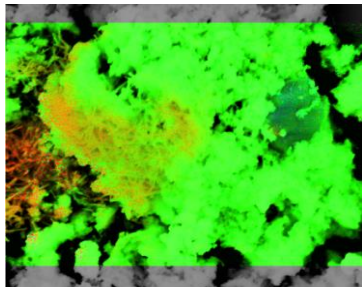
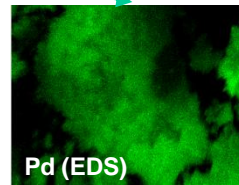
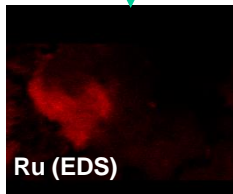
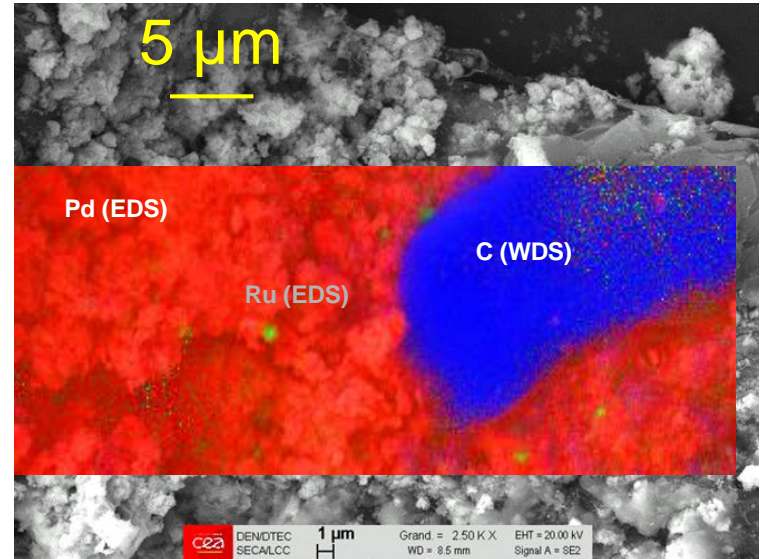
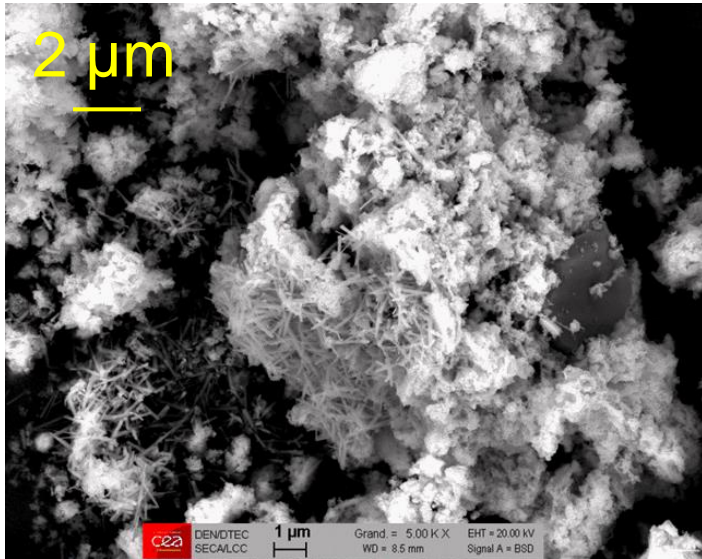
Exemples sur des résidus de dissolution de combustibles irradiés



Cartographie d'éléments légers par EDX/WDX

Détection de traces

Pf historiques dissous puis calcinés à 450°C sous air



1 nucléarisation

2 exemples de préparations et d'imagerie

3 la maintenance

4 configuration EDX particulière

5 exemples de spectres/cartographies par EDX

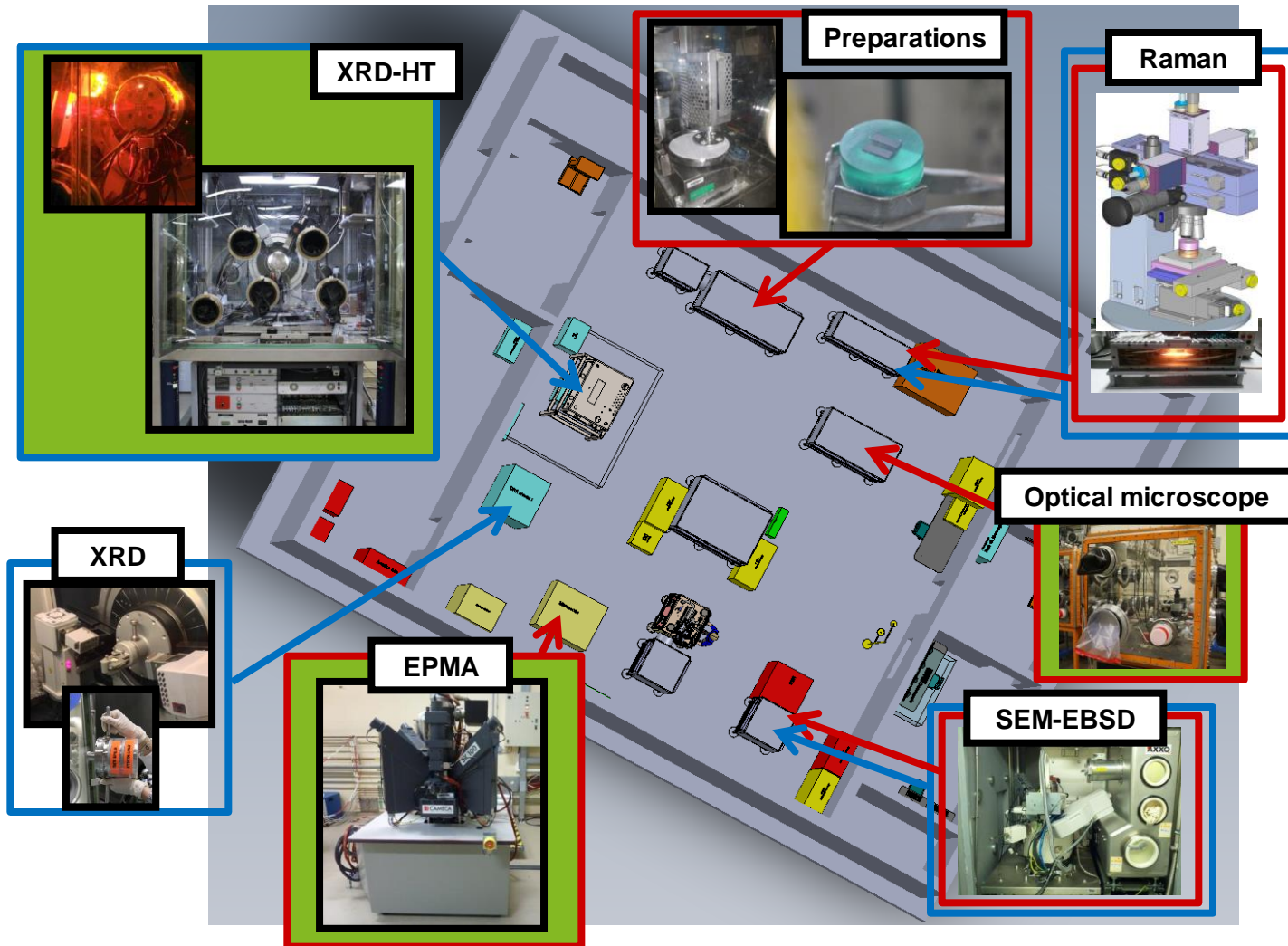
6 apport du WDX sur les matériaux radioactifs pulvérulents

7 perspectives pour le LCC

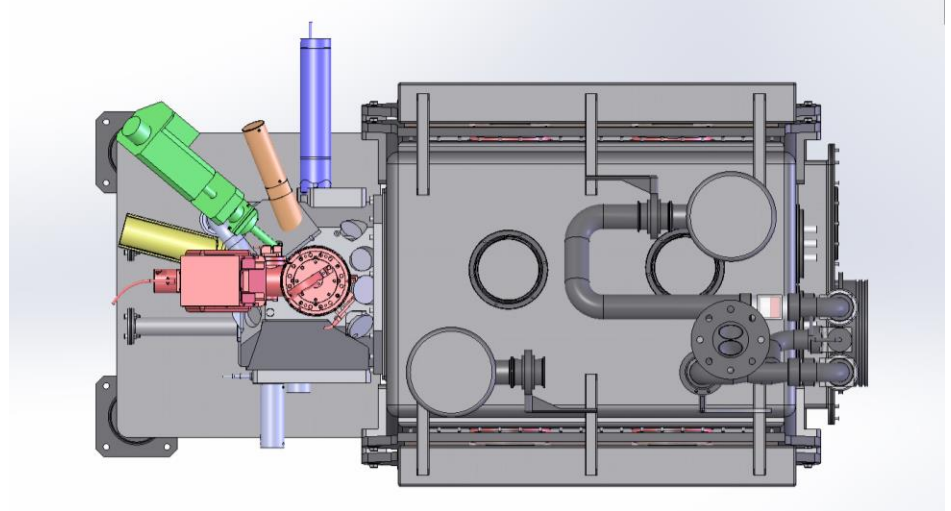
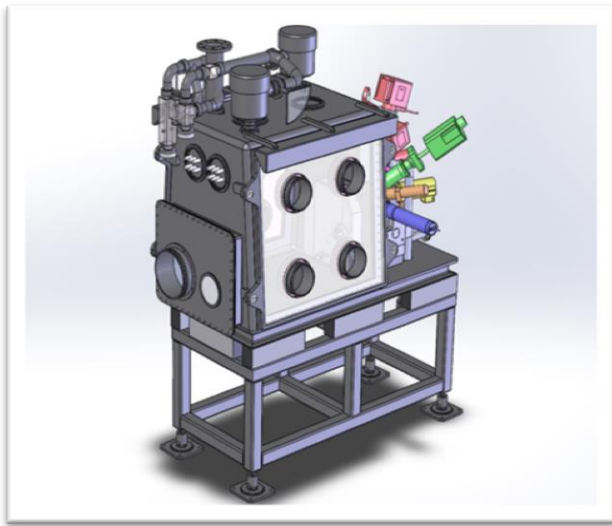
LCC : laboratoire L26 (fin 2017)

L26 \approx 130 m²

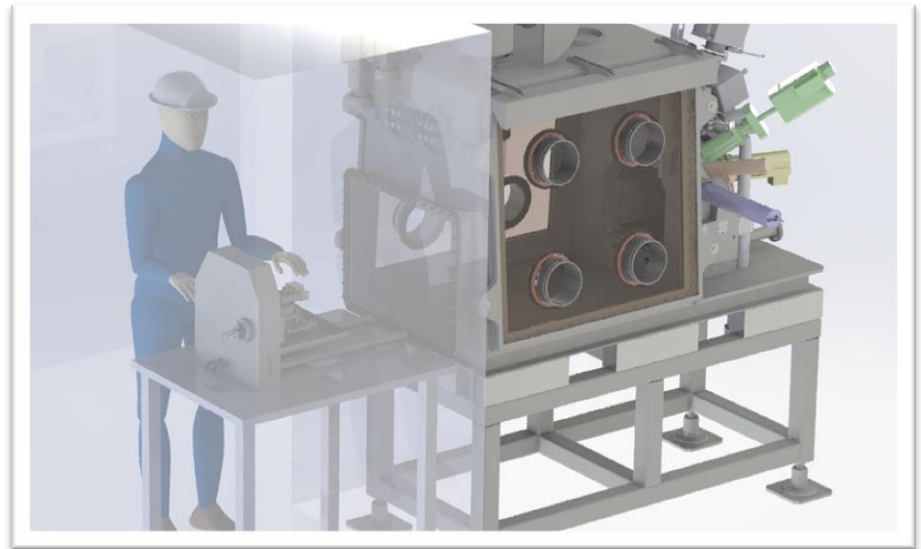
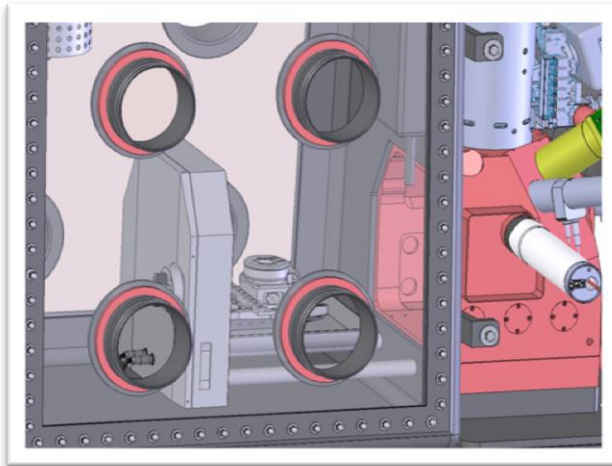
12 agents



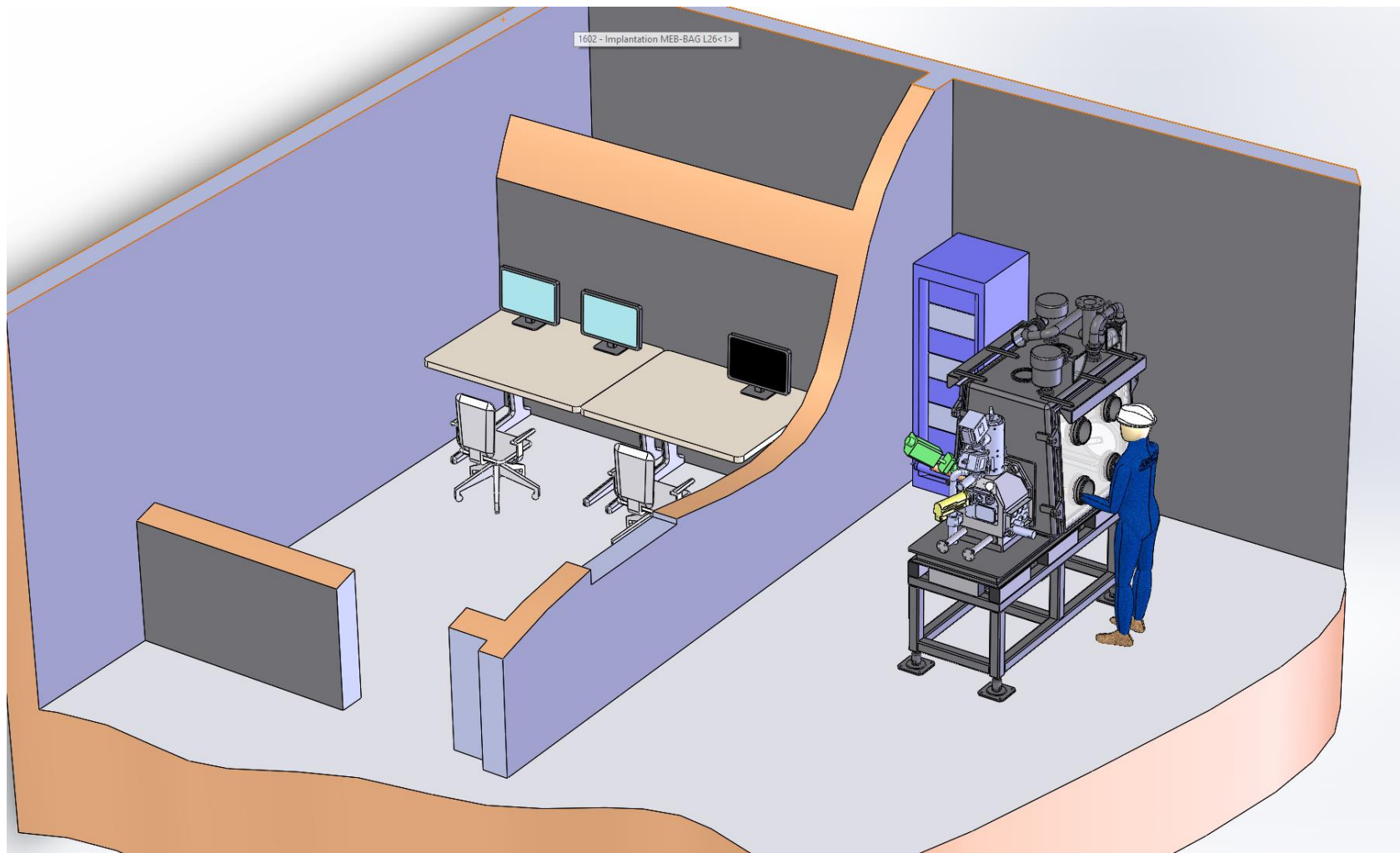
Futur MEB EDS/EBSD du L26



Tescan MIRA 3 GM / EDAX

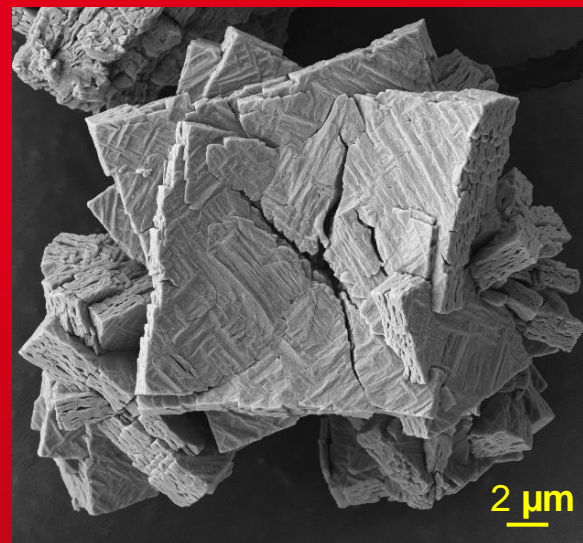


Futur MEB EDS/EBSD du L26





oxalate de Pu



Merci de votre attention

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
Centre de Marcoule | 30207 Bagnols-sur-Cèze cedex
T. +33 (0)4 66 79 40 68
Etablissement public à caractère industriel et commercial | RCS Paris B 775
685 019

Gauthier JOUAN

DTEC/SECA/LCC

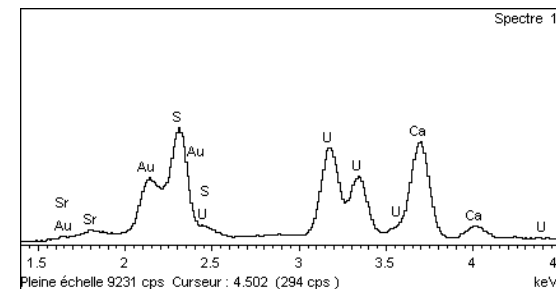


Métalliseur Polaron SC7640 à l'or



Limites en imagerie (surtout en InLens)

Recouvrements de raies caractéristiques avec celles de l'or fréquents en EDX !



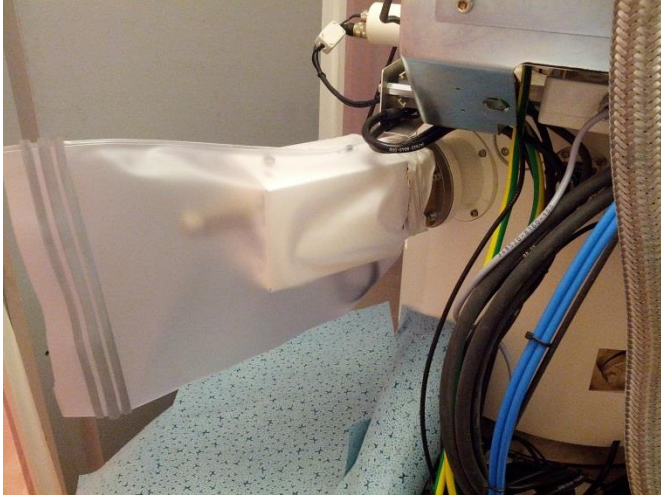
absorption importante des raies X
d'énergie faible avec Au



Métallisation limitante pour les analyses WDX

Maintenance : quelques exemples

Remplacement du bloc diodes BSE



Réglage du frein magnétique



Remplacement du Vitus



Remplacement du multitrous



Exemples d'analyses EDX sur des précipités

Dissolution du combustible usé → précipités Mo/Zr se forment

Exemple après 22h (expériences pour 29h et 35h)

Standards conditions

1 μm

Additive before dissolution

1 μm

Additive through dissolution

1 μm

500 nm

500 nm

500 nm

