



R. MERCIER, C. PANAIT, P. CUVILLIER, E. FARGEAS

(remi.mercier@edf.fr)

EDF - Direction Industrielle – Département Matériaux et Chimie (DMC)

Pole Analyses des Matériaux (AMA)

Laboratoire LIDEC – CNPE de Chinon – BP 23 – 37420 Avoine, France

MEB-FIB en milieu nucléaire

Journées pédagogiques du GN-MEBA 04-05/12/2023

Sommaire

1. Contexte
Nucléaire

2. De la pièce à
la lame mince en
milieu nucléaire

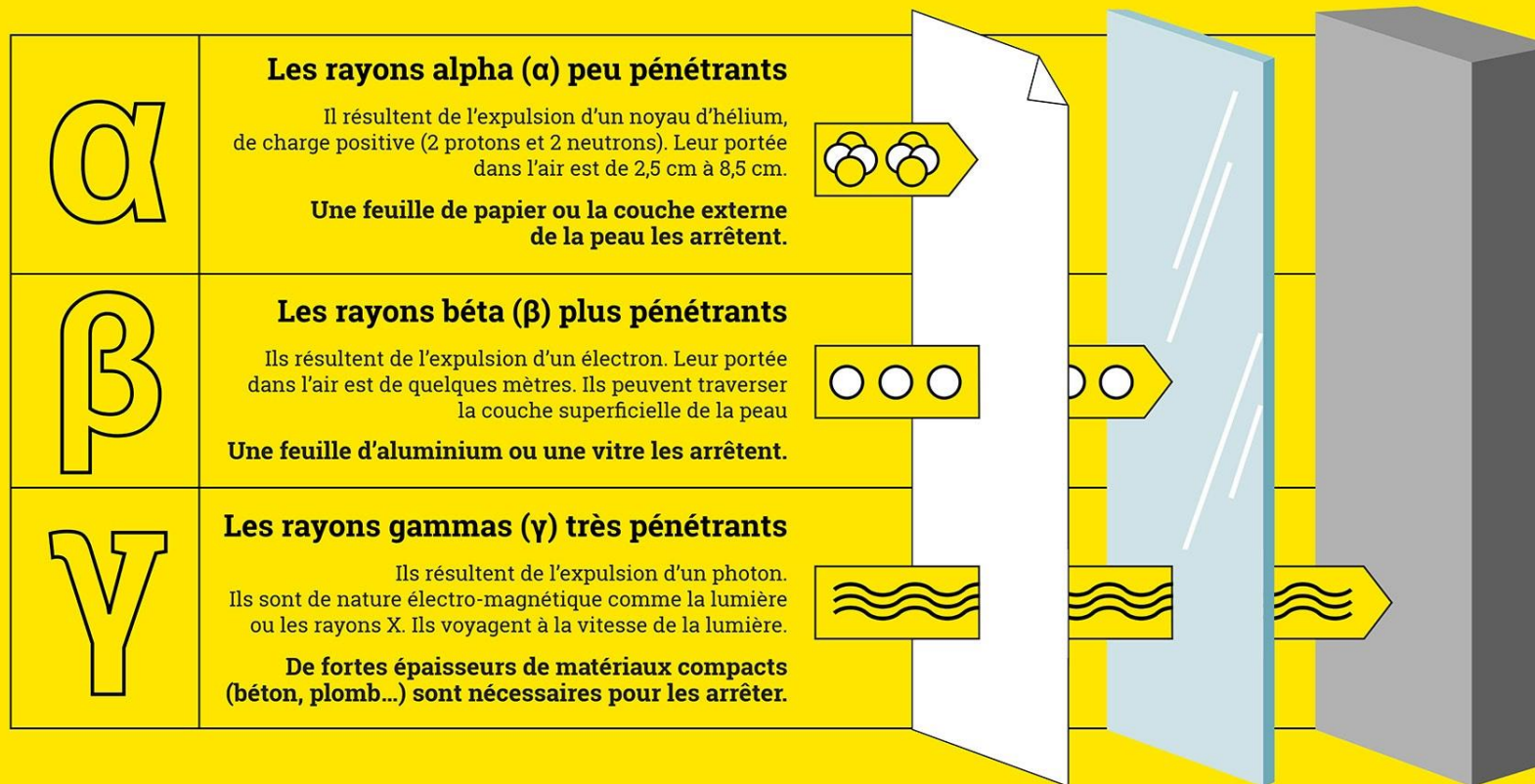
3. Autres
exemples
d'utilisation du
MEB-FIB

1

Contexte

Notion de radioprotection, Le LIDEC et nucléarisation d'un MEB-FIB

1. Risque radiologique contamination/irradiation



<https://www.orano.group/fr/decodage/tout-savoir-sur-la-radioactivite>

1. Risque radiologique contamination/irradiation

Risques	Parades	Protections
Contamination externe ou interne (dissémination de la matière radioactive)	Protection des surfaces Protection des voies respiratoire Isolement dans une enceinte étanche	Sur-tenue/gant vinyle Heaume ventilé Tenue étanche ventilée Cellule et boîte à gant étanches avec dépression
Irradiation (notamment rayonnement gamma)	Limité le temps d'exposition Limité l'activité (diminuer la taille d'échantillon) Distance Ecran	Matelas, tablier de plomb Cellule et boîte à gant blindées



boîte à gants



Tenue étanche ventilée

Cellules Haute activité :
Blindées et sous dépression



Tablier en Plomb

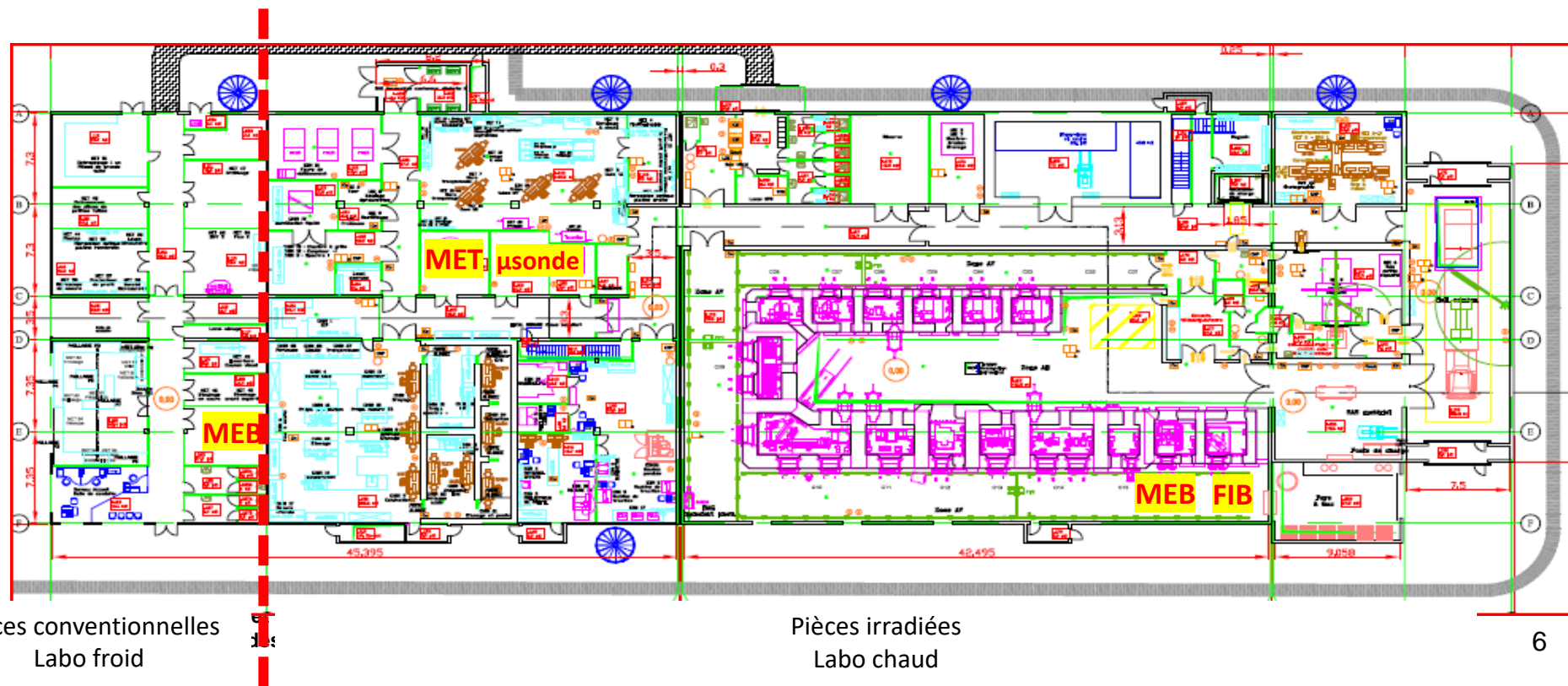
1. Le Laboratoire Intégré D'Expertise de Chinon (LIDEC)

LIDEC – Laboratoire EDF spécialisé dans l'expertise des matériaux issus de son parc nucléaire :

- ✓ Réaliser les programmes de suivi du vieillissement des matériels sensibles ;
- ✓ Conduire des expertises sur les matériels ou les fluides issu de centrale nucléaire à court et moyen termes ;
- ✓ Enjeux : sûreté, disponibilité, optimisation de la maintenance, durée de fonctionnement ;

Laboratoire LIDEC chaud mise en exploitation en 2015 après + de 60 ans d'utilisation de l'Atelier des Matériaux Irradiés (AMI)

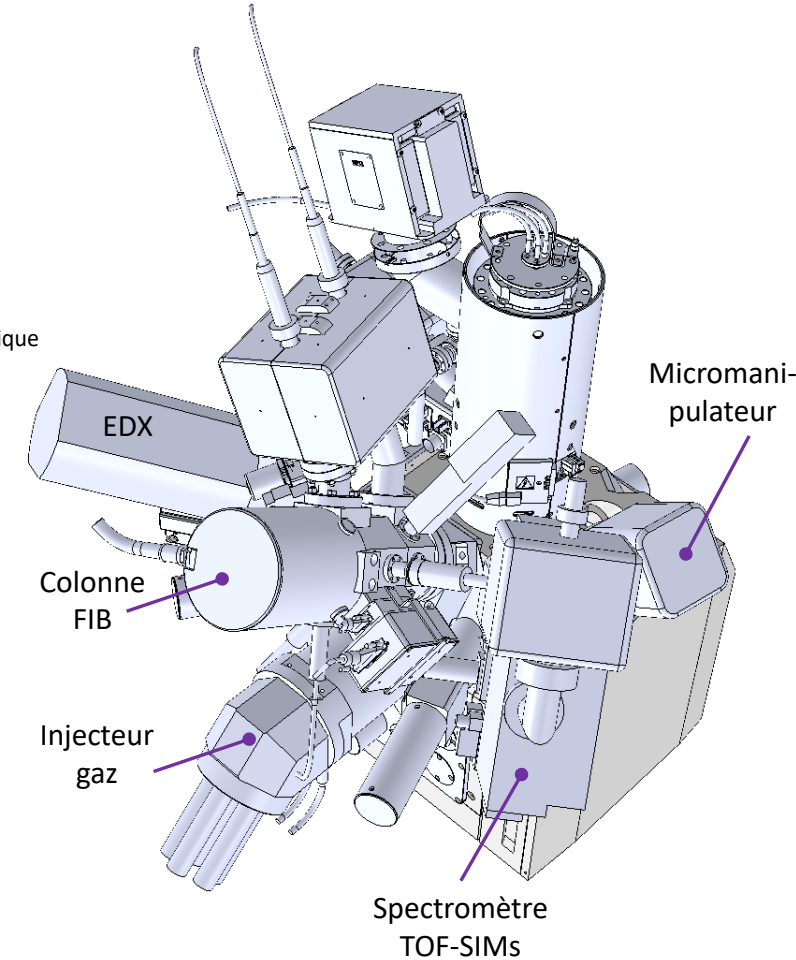
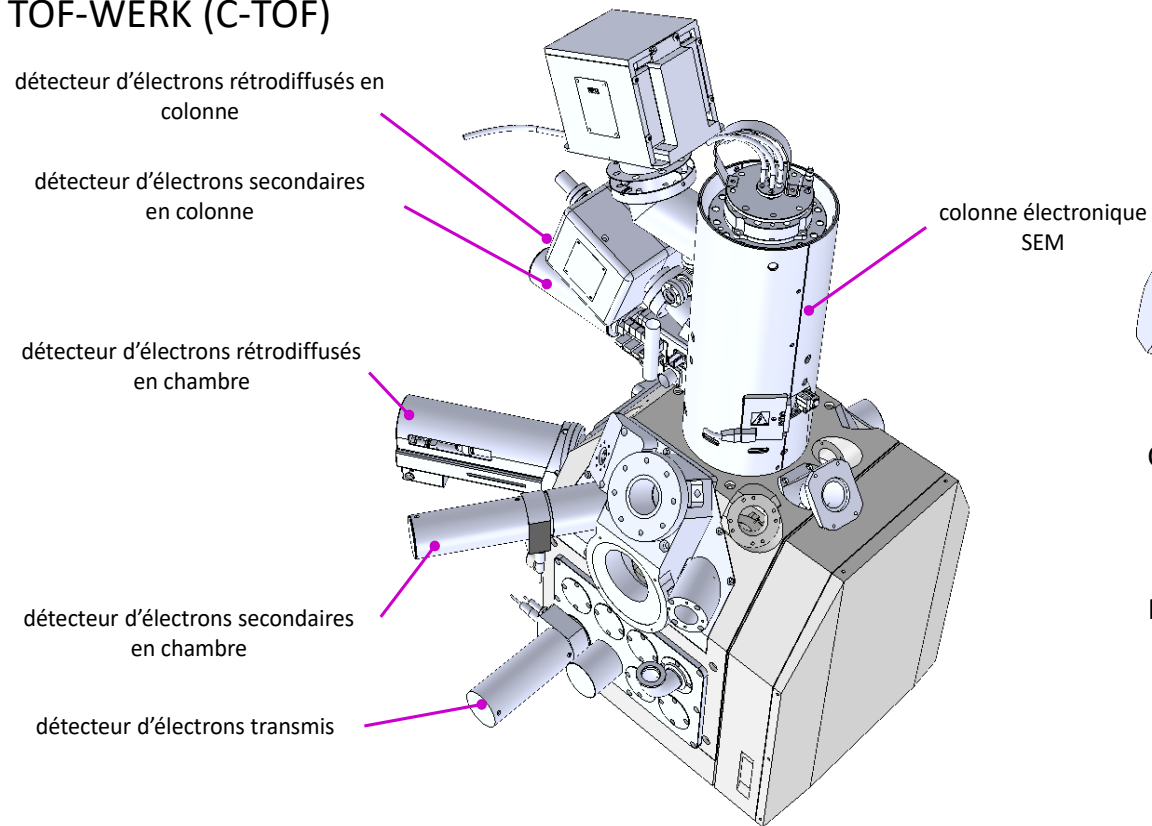
- ✓ Mise à plat des pratiques RP et anticipation du démantèlement : confinement de la contamination à la source et limitation de l'exposition des intervenants
- ✓ Renouvellement important des moyens d'expertises => Achat d'un MEB-FIB pour la préparation de lames minces MET



1. Nucléarisation d'un MEB-FIB

MEB-FIB LYRA3 GMH de TESCAN et équipé de :

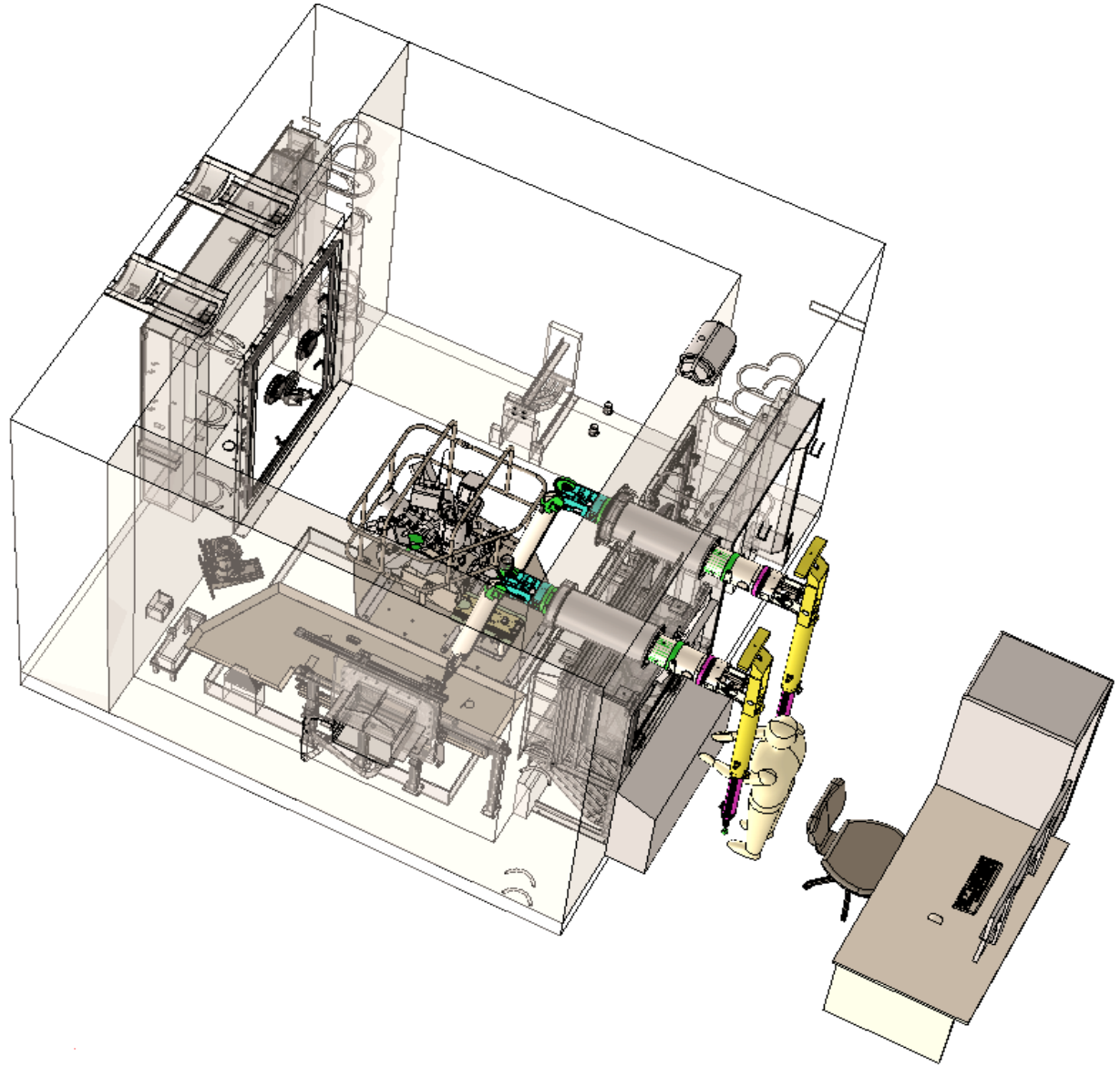
- Détecteurs SE, BSE rétractable, SE + BSE dans la colonne, STEM, SI
- Micromanipulateur d'Oxford Instrument (OP400)
- Multi-injecteur de gaz (5) d'Orsay Physics
- Spectromètre EDXS d'Oxford Instruments (X-max 50 mm²)
- Spectromètre TOF-SIMS de TOF-WERK (C-TOF)



1. Nucléarisation d'un MEB-FIB

Nucléarisation du MEB-FIB réalisée par Newtec Scientific pour installation en cellule haute activité => objectifs :

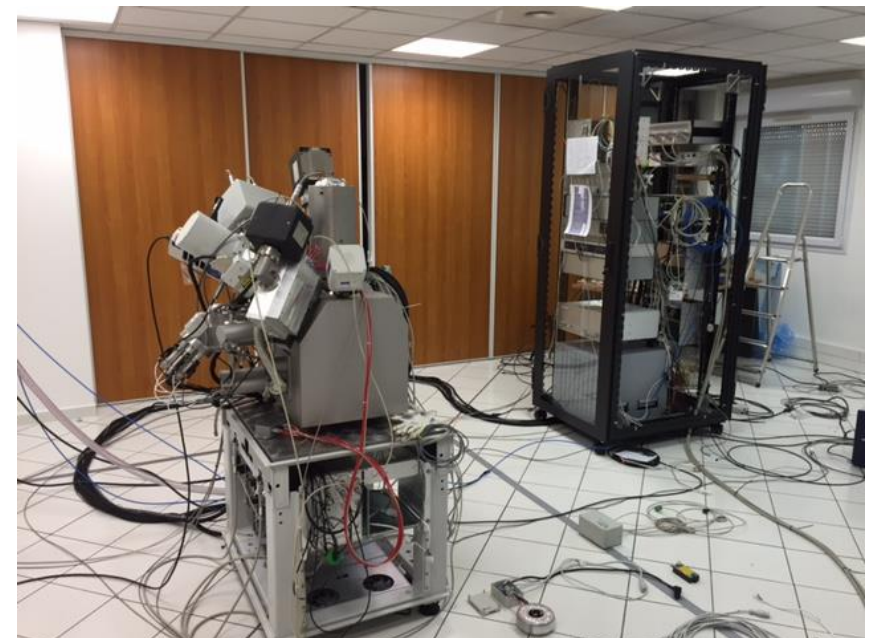
- Fonctionner dans un environnement contraint : cellule blindée ;
- Insertion d'échantillons fortement irradiants aux bras télémanipulateur, cellule fermée ;
- Limiter le risque de perte d'échantillons au sol ;
- Limiter le vieillissement par irradiation des éléments sensibles du microscope ;



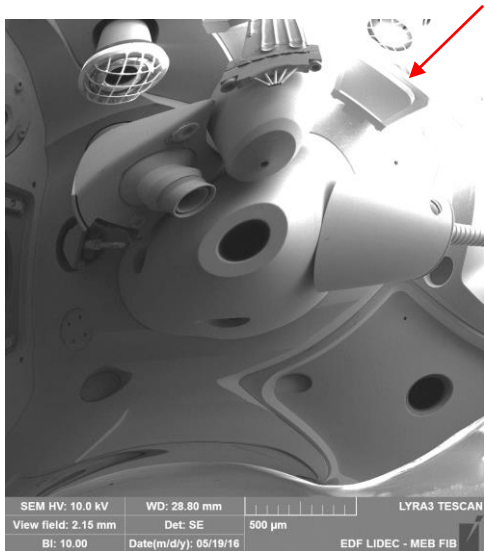
1. Nucléarisation d'un MEB-FIB

Nucléarisation du MEB-FIB: Principales modifications (1/2):

- ❑ Sortie de tous les éléments possibles de la cellule pour :
 - Diminuer l'apport calorifique de l'électronique en cellule ;
 - Permettre une maintenance plus aisée (possibilité d'échange standard pour tout ce qui est hors cellule) ;
 - Diminuer l'encombrement dans la cellule ;
 - Diminuer la quantité de déchet nucléaire au démantèlement ;
- Allongement et requalifications des câbles électriques ;
- Mise en place d'une baie électronique et poste de pilotage en zone avant de la cellule ;
- ❑ Protection du détecteur EDXS lorsqu'il est rétracté (plaque en dénal)

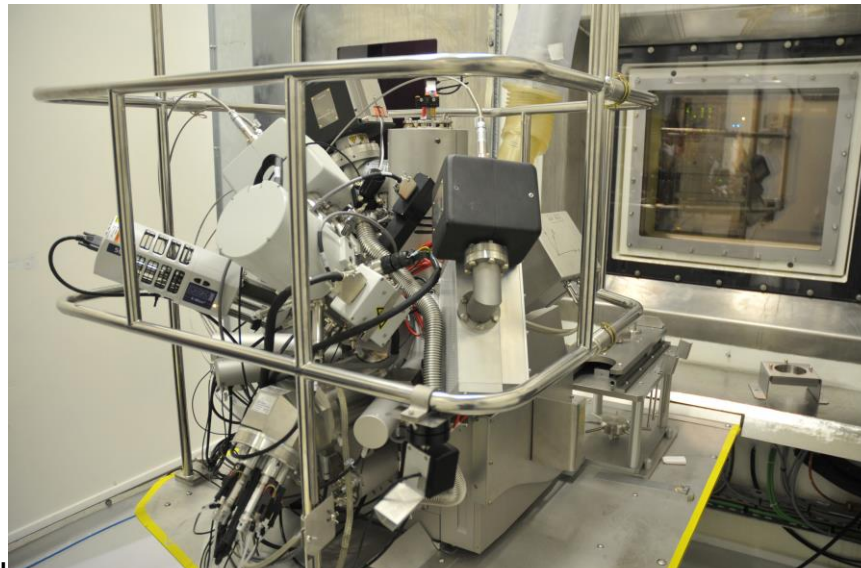


Chez Newtec Scientific



SEM HV: 10.0 kV WD: 28.80 mm LYRA3 TESCAN
View field: 2.15 mm Det: SE 500 µm
BI: 10.00 Date(m/d/y): 05/19/16 EDF LIDEC - MEB FIB

Vue intérieure des pièces polaires par effet miroir



Vue du MEB-FIB (à l'intérieur de la cellule HA)

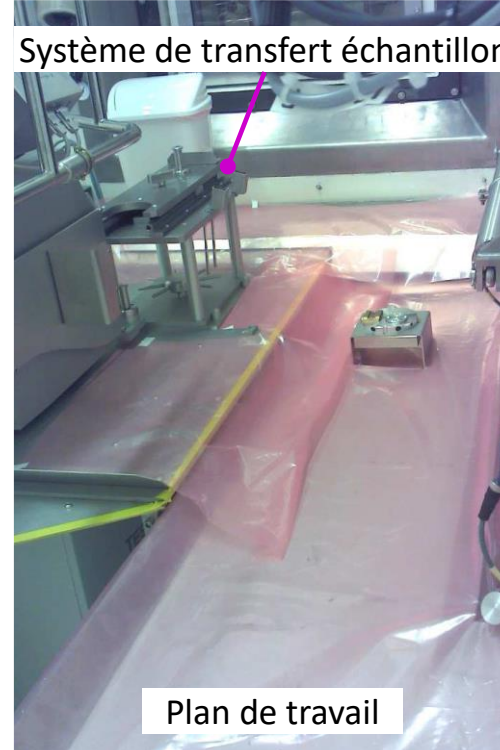
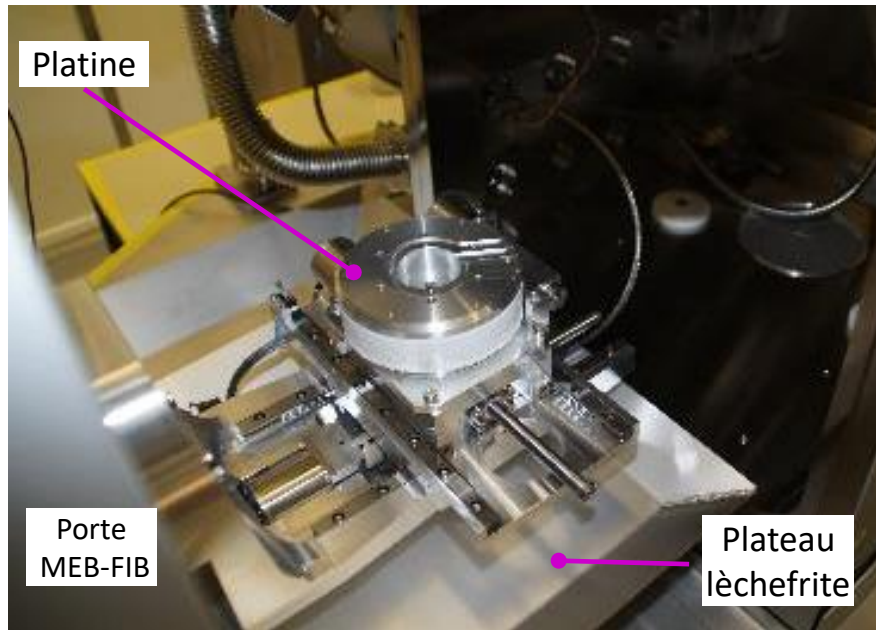


Vue du poste de pilotage (à l'extérieur de la cellule HA)

1. Nucléarisation d'un MEB-FIB

Nucléarisation du MEB-FIB: Principales modifications (2/2):

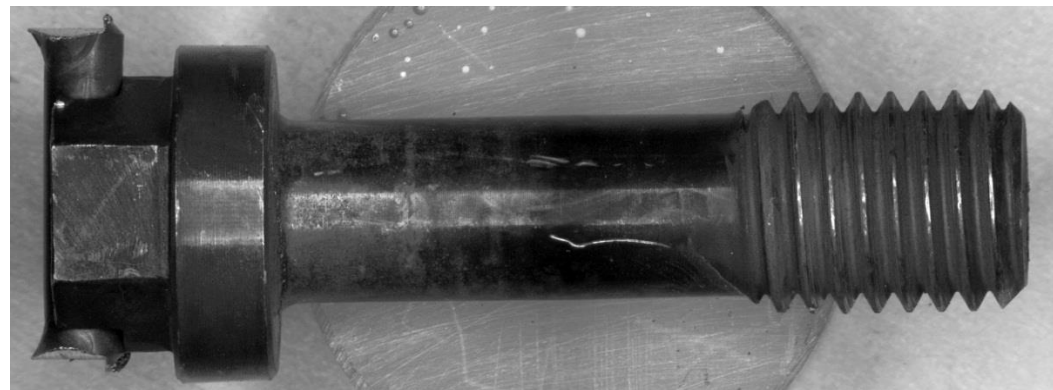
- ❑ Mise en place d'une cage de protection des éléments sensibles contre le risque de faux mouvements des bras télémanipulateurs
- ❑ Installation de plans de travail avec rebords autour du microscope et d'une poignée sur la porte
- ❑ Transfert d'échantillon par un dispositif mécanique manipulé au bras télémanipulateur et aide à l'insertion semi-automatique par une interface homme/machine « Boîte à boutons (BAB) »
- ❑ Mise en place d'un plateau lèchefrite sous la platine microscope (récupération plus aisée en cas de chute d'échantillon)



2

De la pièce à la lame mince en milieu nucléaire

- Parcours d'une vis d'interne au LIDEC
- Avantages de la préparation FIB



2. Parcours d'une vis d'interne au LIDEC

20 mSv : limite annuelle pour un travailleur du nucléaire

Etapes du processus de réalisation de l'expertise et des lame mince MET sur matériau fortement irradiant (35 mSv/h à 50 cm)

1. Arrivée de la pièce d'expertise par transport nucléaire dans un château blindé et accostage en zone arrière pour transfert en cellule de stockage



Conteneur et château en plomb



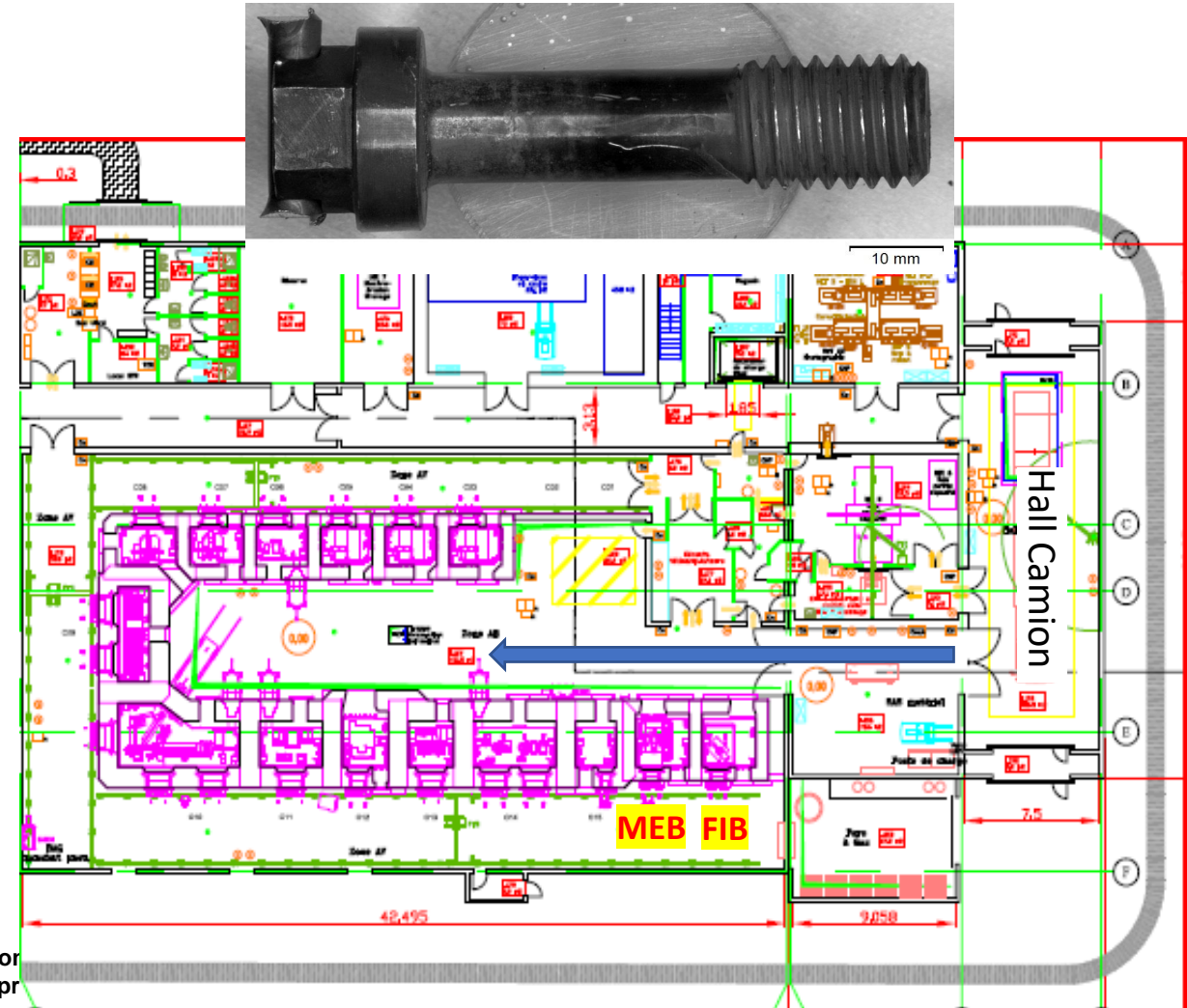
Zone arrière des cellules - transport du conteneur



Levage du conteneur pour accostage sur la cellule



Accostage du conteneur sur la cellule et transfert de l'échantillon

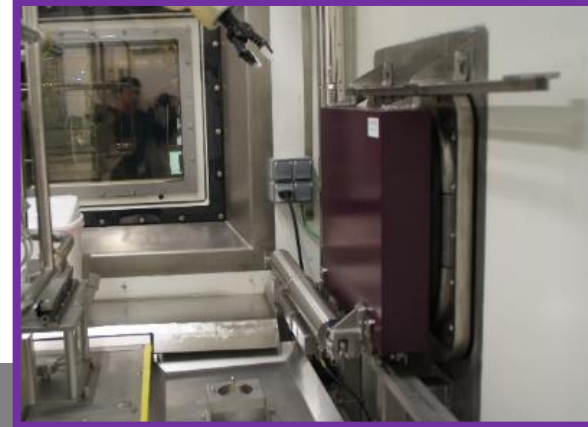


l cor
expr

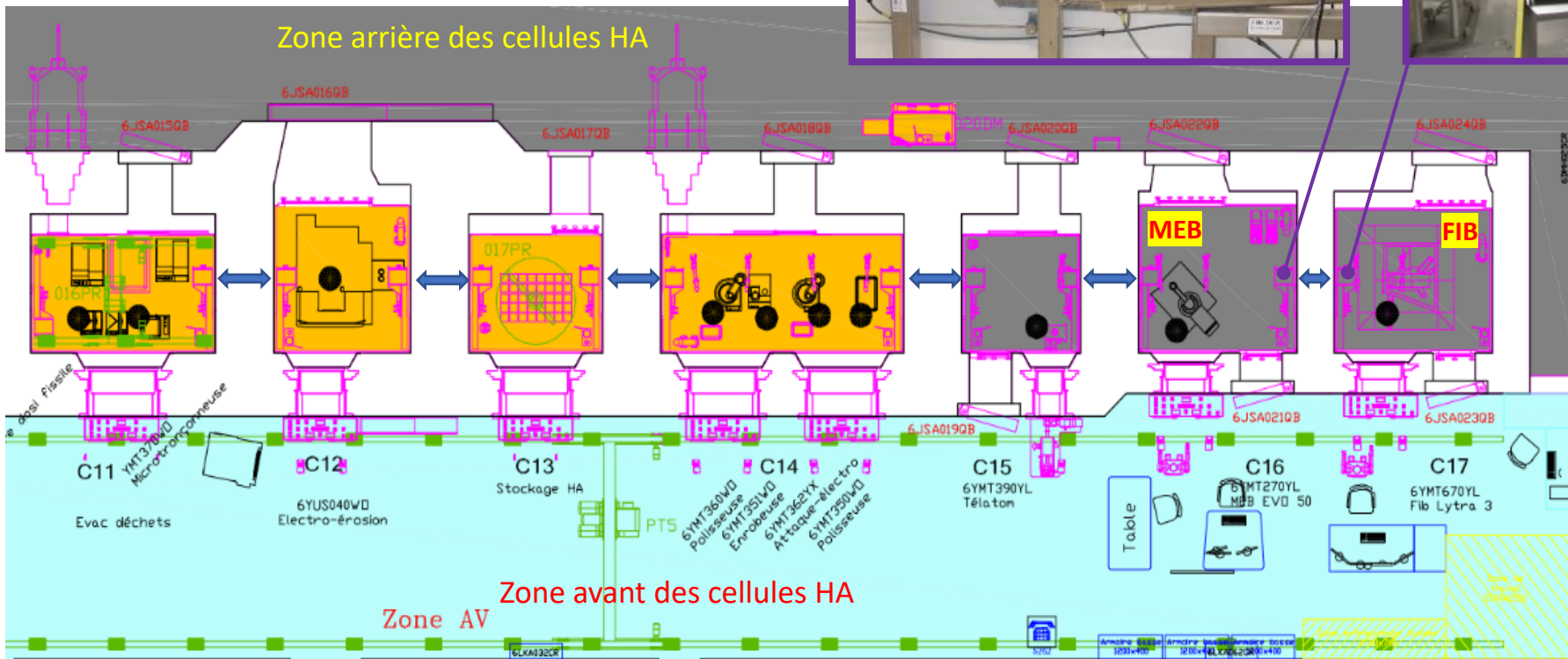
2. Parcours d'une vis d'interne au LIDEC

Etapes du processus de réalisation de l'expertise et des lame mince MET sur matériau fortement irradiant (> 2 mSv/h à 50 cm)

2. Transfert des pièces entre cellules par SAS inter-cellules ou système de transfert pneumatique
3. Cellule de stockage dans des puits en cellule HA C13



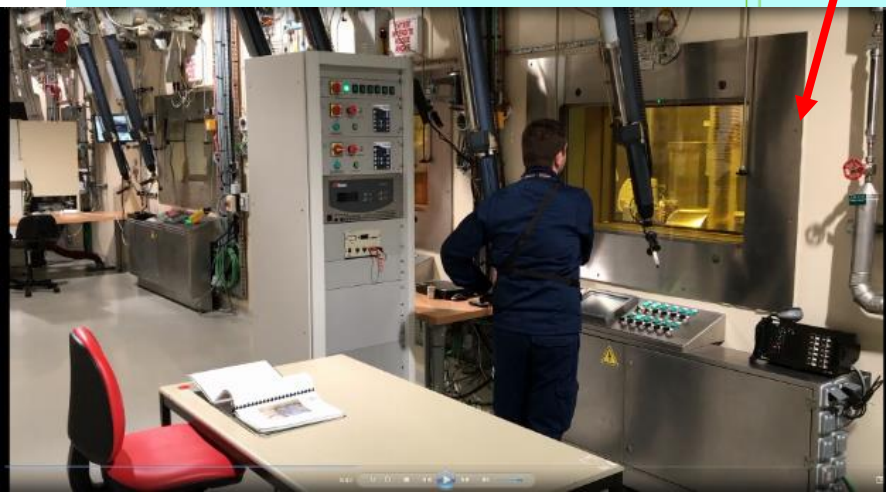
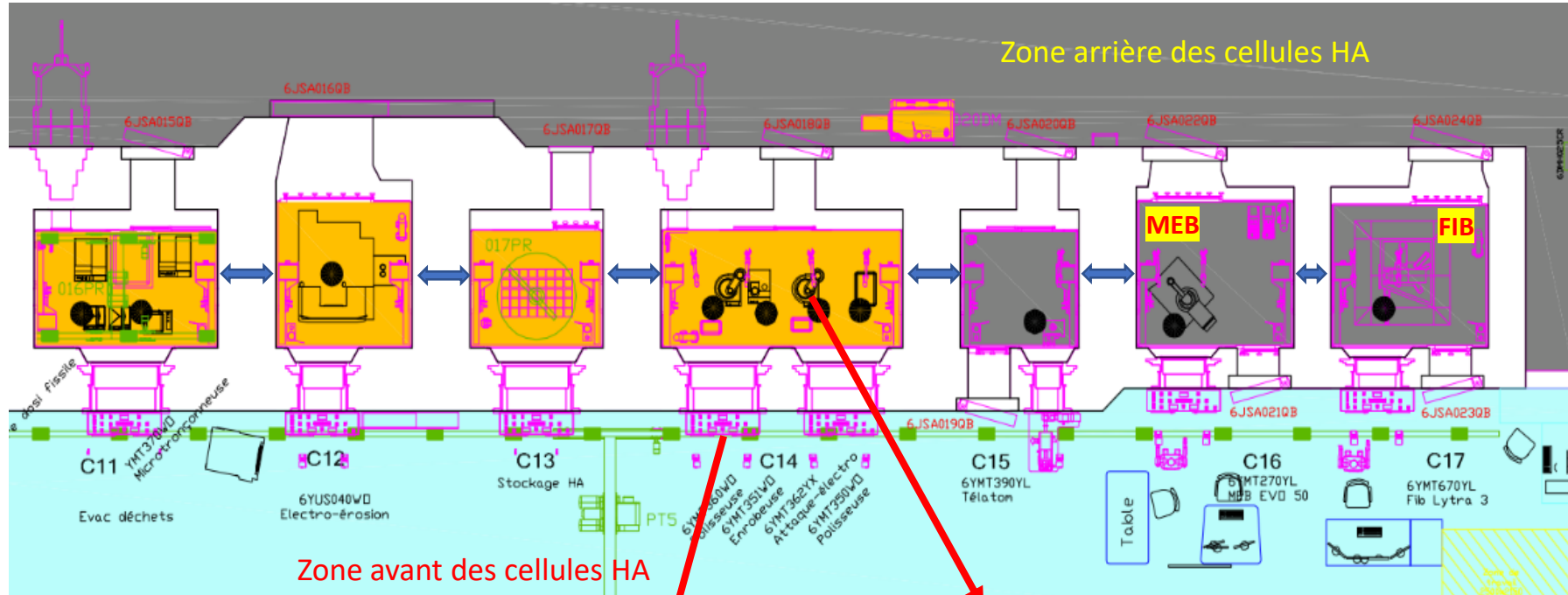
Transfert pneumatique



2. Parcours d'une vis d'interne au LIDEC

Etapes du processus de réalisation de l'expertise et des lame mince MET sur matériau fortement irradiant (3-8 mSv/h à 50 cm)

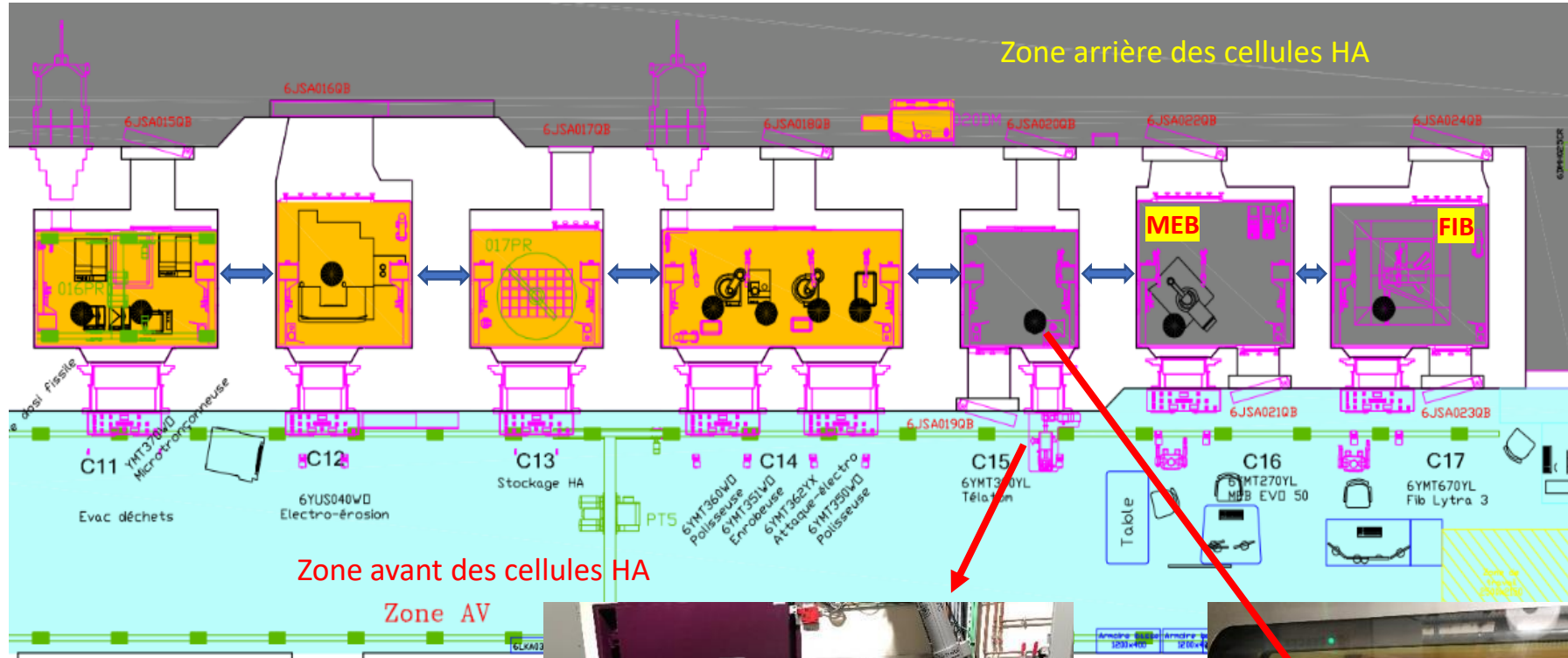
5. Préparation métallographique des échantillons en cellule HA



2. Parcours d'une vis d'interne au LIDEC

Etapes du processus de réalisation de l'expertise et des lame mince MET sur matériau fortement irradiant (3-8 mSv/h à 50 cm)

6. Observation au microscope optique « Telatom » en cellule HA



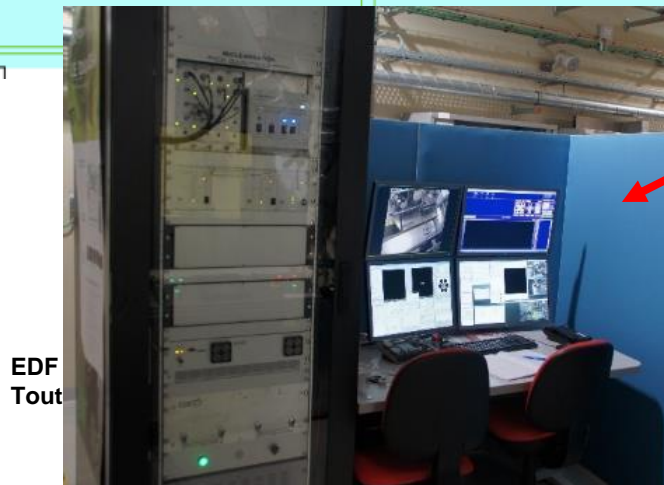
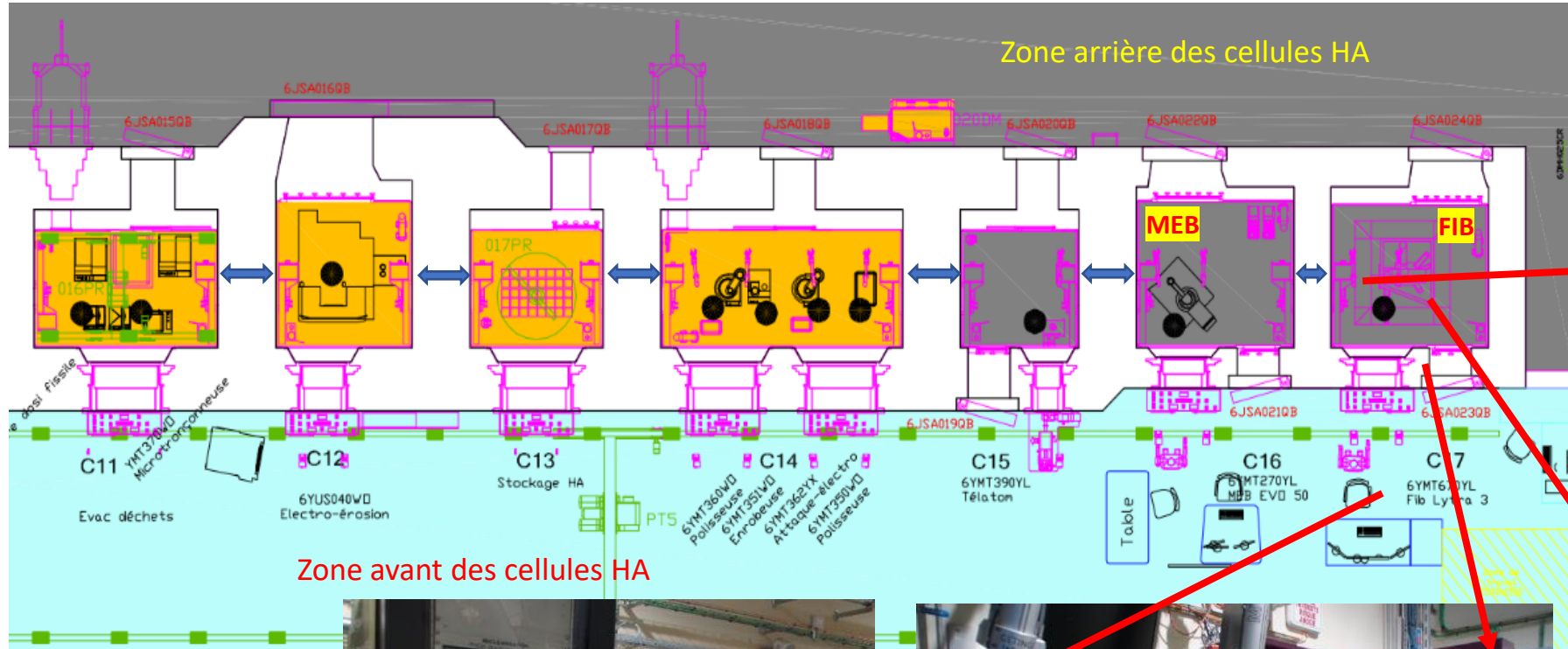
EDF se réserve tous les droits.
Toute reproduction, utilisation ou diffusion sans autorisation est formellement interdite.

contient.
presse est strictement interdite.

2. Parcours d'une vis d'interne au LIDEC

Etapes du processus de réalisation de l'expertise et des lame mince MET sur matériau fortement irradiant (3-8 mSv/h à 50 cm)

6. Mise en place de l'échantillon dans la chambre du MEB-FIB pour examens et préparation de lames minces



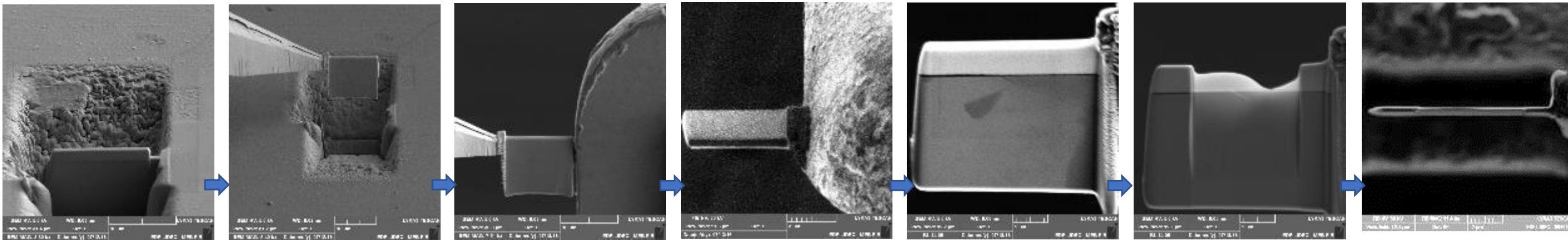
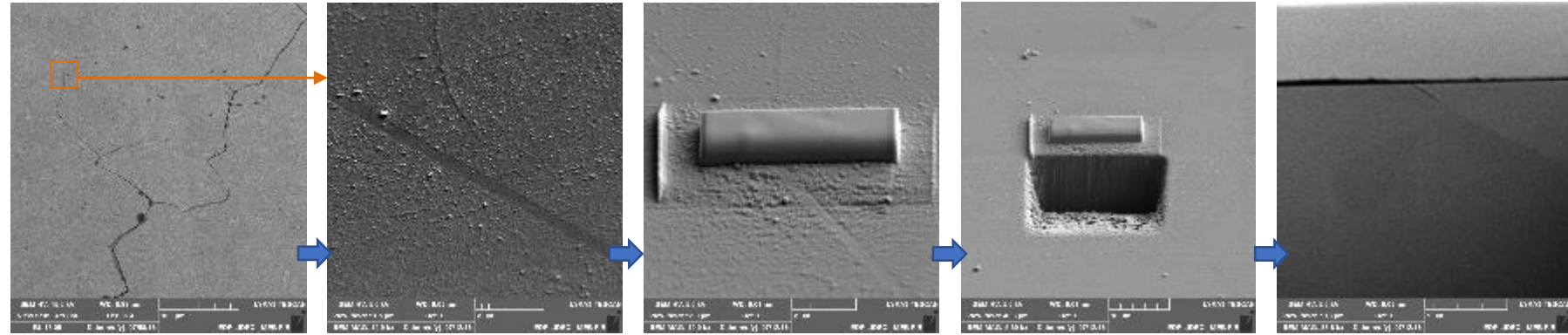
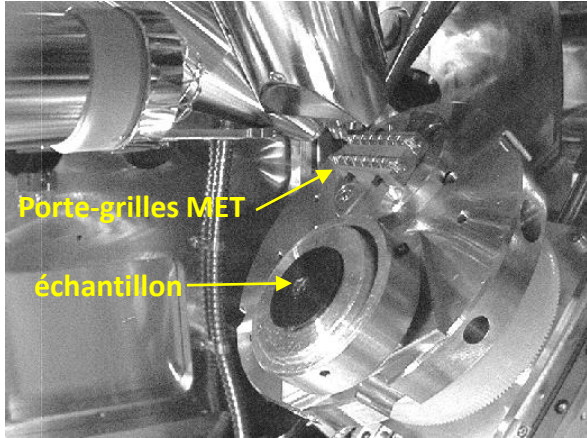
2. Parcours d'une vis d'interne au LIDEC

20 mSv : limite annuelle pour un travailleur du nucléaire

Etapes du processus de réalisation de l'expertise et des lame mince MET sur matériau fortement irradiant (3-8 mSv/h à 50 cm)

7. Préparation des lames minces

=> Exemple d'un échantillon enrobé poli (diamètre 25mm), activité ~2-5 GBq (3-8 mSv/h à 50 cm), prélèvements en fond de fissure



✓ Amincissements des lames minces à 30KV, avec des courants ~500pA, ~100pA et ~40pA jusqu'à une épaisseur d'environ ~100 nm

2. Avantages d'une préparation de lame mince au FIB

- ✓ Choix avec précision de la zone de prélèvement
(ex. fond de fissure, joints de grains spécifiques après une analyse EBSD,...) ;
- ✓ Contrôle précis de l'épaisseur des lames minces grâce à l'utilisation d'un amincisseur ionique à postériori (PIPS2);
- ✓ Diminution du risque radiologique (irradiation et contamination) pour les intervenants :
 - ✓ Entre 2010 et 2012 , 14 lames minces produites par la méthode « classique », pour une dosimétrie collective de 1,9 H.mSv ;
 - ✓ Aujourd'hui : préparation de lames minces en cellule haute activité au MEB-FIB : 0 H.mSv ;
 - ✓ Faibles volumes abrasés => pas de dissémination de matière radioactive (uniquement une faible contamination fixée sur les pièces polaires) ;
- ✓ Moins de déchets/effluents nucléaires :
 - ✓ Avant : nombreux déchets pour protéger (vinylage) et décontaminer les matériels de préparation « classique » (scie à diamant, polisseuse, dimpler, amincisseur ionique)
 - ✓ Pas d'effluent pour la préparation de lame mince au FIB
- ✓ Quantité de matière utile optimisée pour l'expertise :
 - ✓ Matière issue de centrale nucléaire = rare
=> Prélèvement par MEB-FIB = « abondance » de la matière
 - ✓ Lame mince de très faible taille => plus d'interférences en EDS au MET
=> plus de risque radiologique lors du transport et de la manipulation des lames minces

20 mSv : limite annuelle pour un travailleur du nucléaire

3

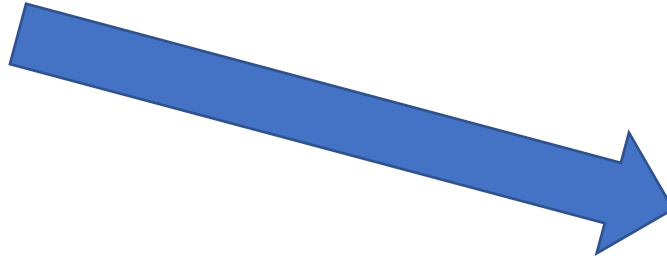
Autres exemples d'applications

- Cross-sections sur faciès d'usure
- Analyses de surface au TOF-SIMS

3. Caractérisation des couches surfaciques sur un faciès d'usure

Matière : acier inoxydable austénitique (Z2CN18-10)
En contact avec un matériau revêtu de chrome
En milieu primaire (300°C, 155 bars)

Différent type de faciès d'usure



Réalisation de cross-section pour caractériser la structure sous-jacente au faciès d'usure.

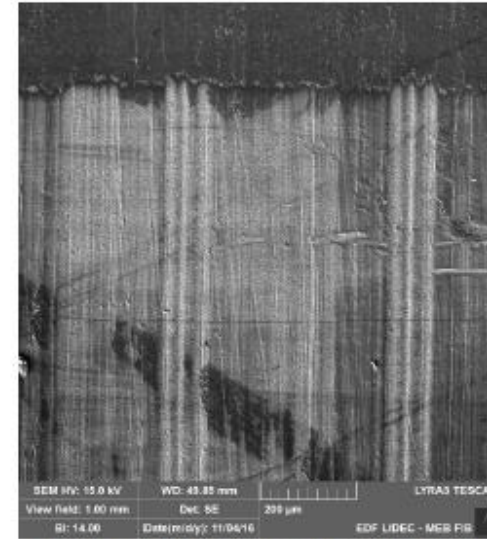


Figure 14. Zone saine à stries d'usinage

Sens d'insertion

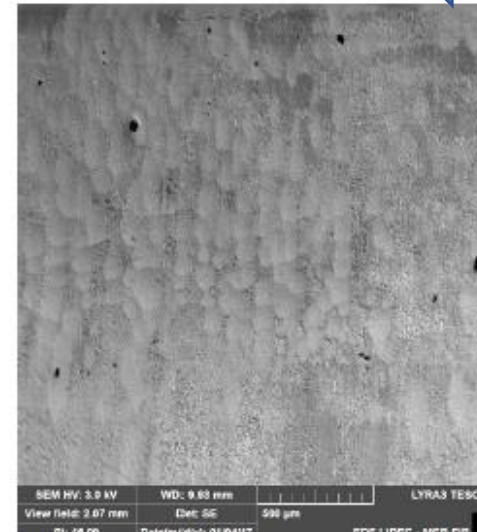


Figure 15. Zone fortement usée à cupules plates

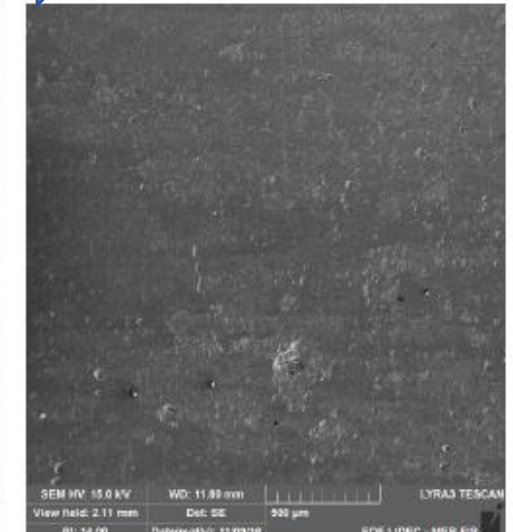
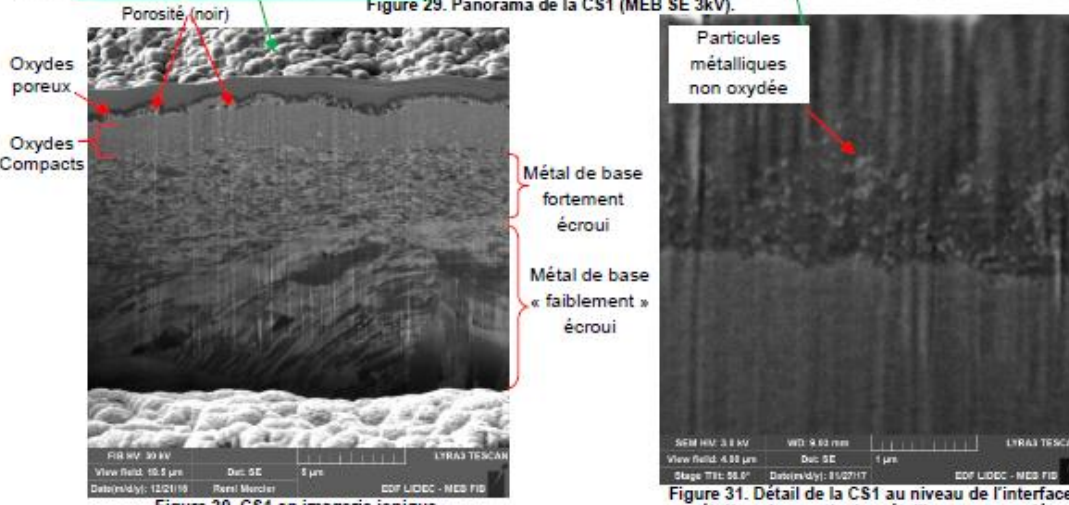
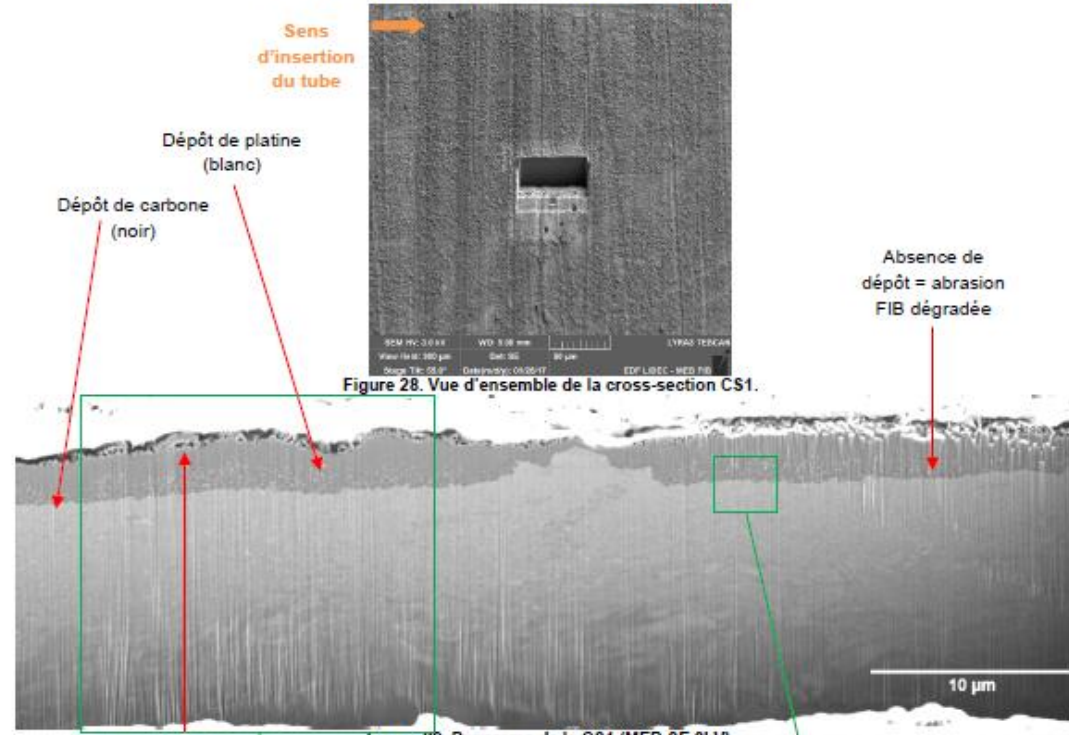


Figure 17. Zone fortement usée à matière étalée

3. Caractérisation des couches surfaciques sur un faciès d'usure

CS1 - zone saine - sens longi.



3. Caractérisation des couches surfaciques sur un faciès d'usure

CS2 zone cupules plates - sens longi.

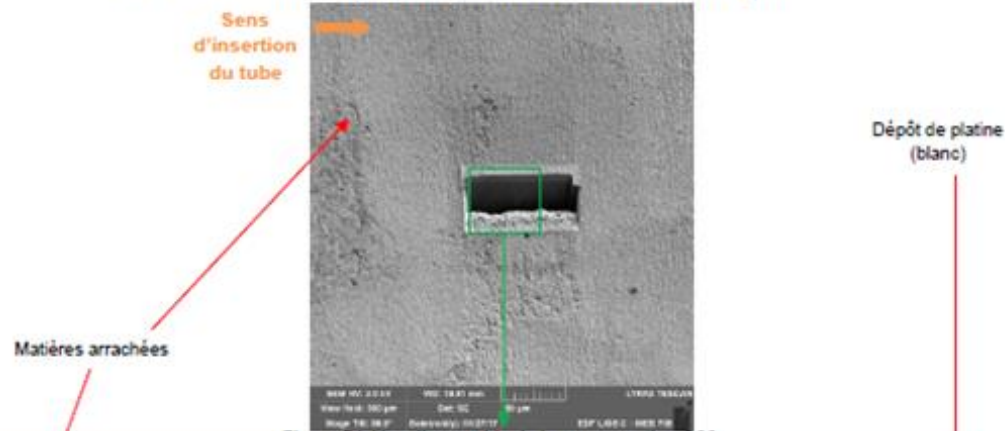


Figure 74. Vue d'ensemble de la cross-section CS2.

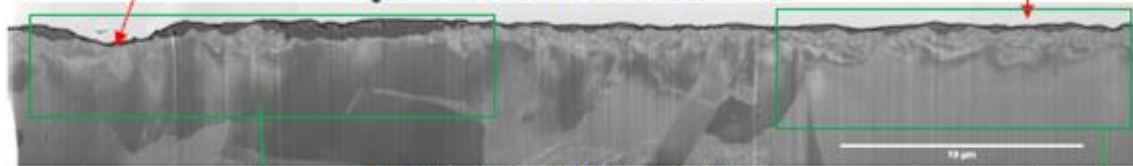


Figure 75. . Panorama de la CS2 (MEB SE 3kV).

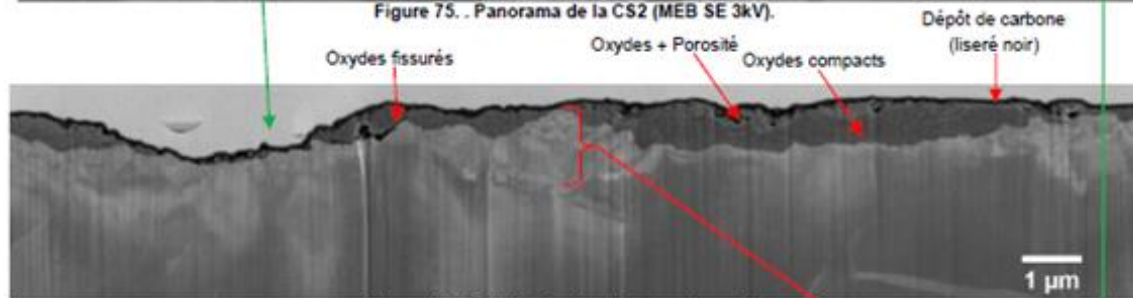


Figure 76. Détail CS2 en bord de cupules plates.

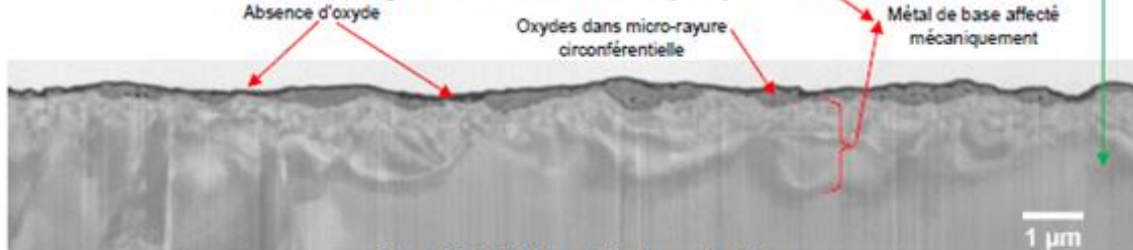


Figure 77. Détail CS2 en milieu de cupule plate

CS3 zone de matière étalée – sens longi.



Figure 99. Vue d'ensemble de la cross-section CS3.

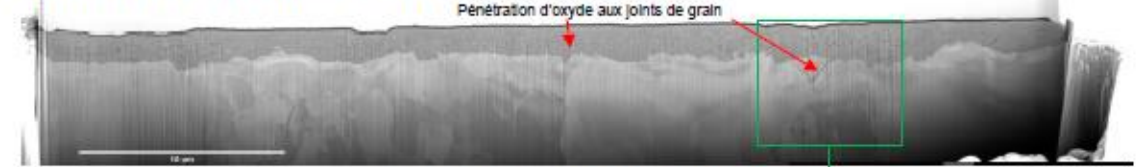


Figure 100. . Panorama de la CS3 (MEB SE 3kV).

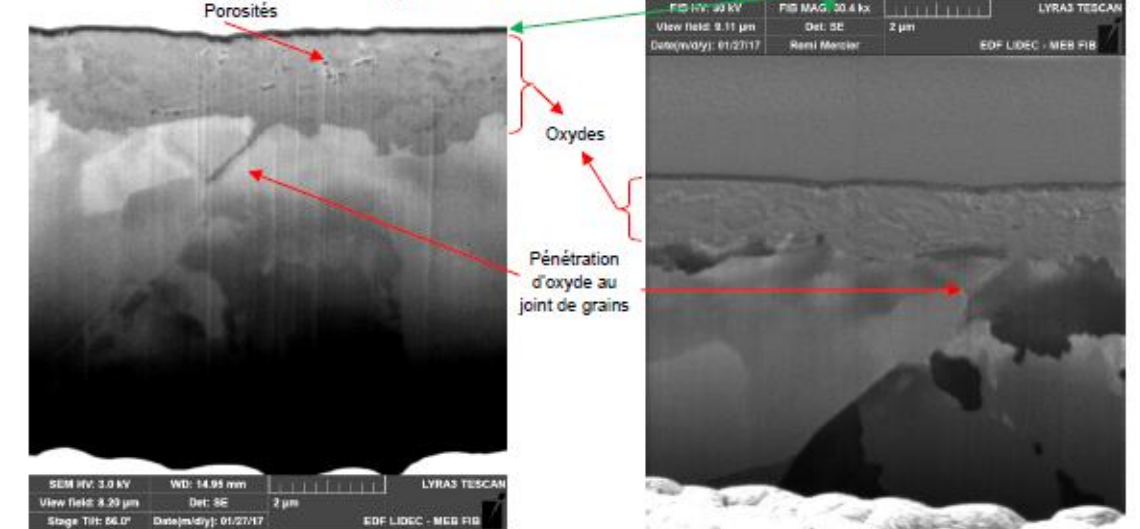


Figure 101. CS6 – CS4 Détails sur une zone avec pénétration d'oxyde au joint de grains.

Figure 102. CS4 – Détail en imagerie ionique.

qu'il contien
tion express

3. Caractérisation des couches surfaciques sur un faciès d'usure

✓ Conclusions :

- ✓ En milieu primaire, oxydation classique pour un acier inoxydable austénitique ;
- ✓ Zones fortement usées => disparition de l'écrouissage lié à l'usinage ;
- ✓ L'usure crée un écrouissage du matériau de $\sim 1 \mu\text{m}$ de profondeur ;
- ✓ L'oxydation semble jouer un rôle dans le processus d'usure ;
- ✓ Quand une zone n'est plus sollicitée en usure, on retrouve la couche d'oxyde classique pour un acier inoxydable austénitique en milieu primaire ;

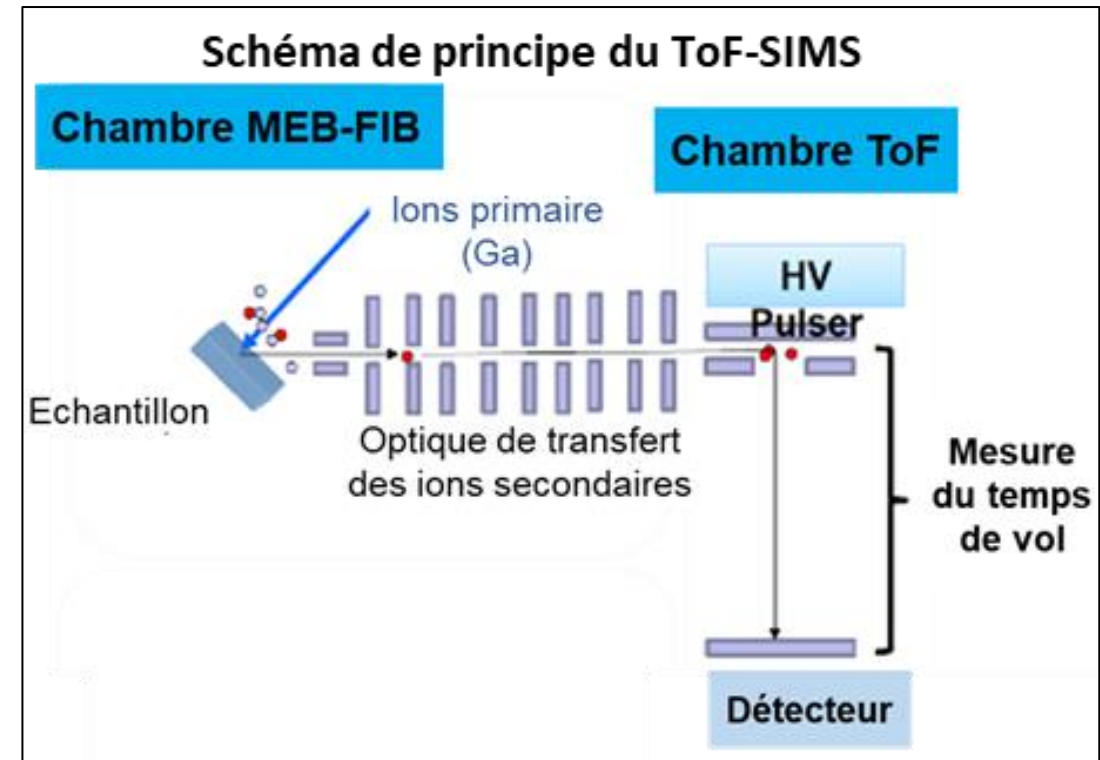
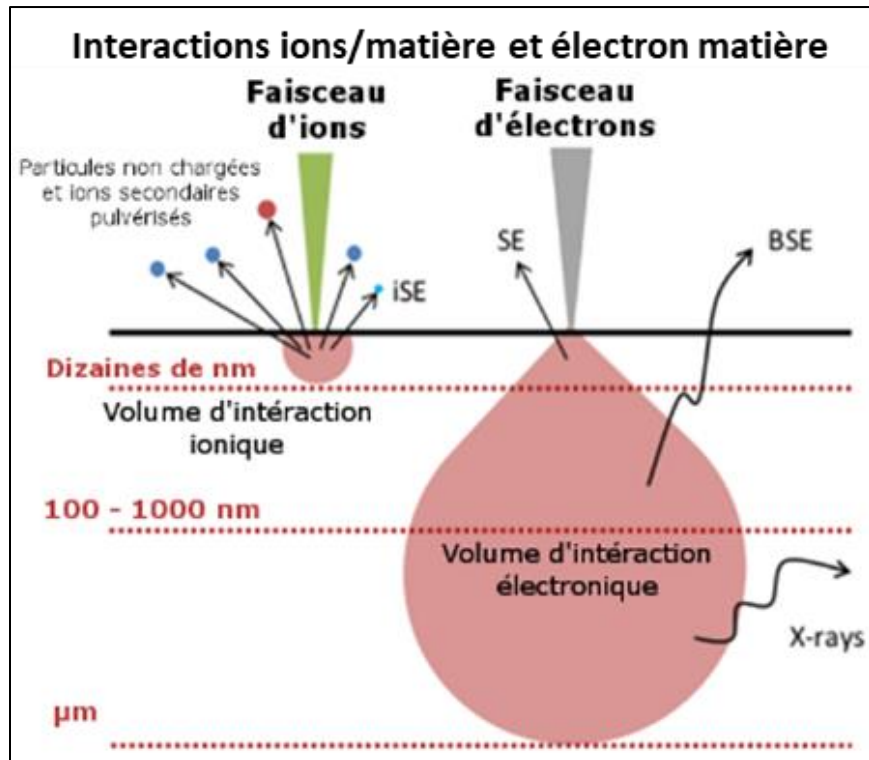
✓ Données d'entrée pour la R&D :

- ✓ Réalisation des mêmes examens après essais sur banc d'usure ;
- ✓ Comparaison des résultats expérimentaux avec les résultats sur pièces réelles ;
- ✓ Objectif : valider la représentativité des essais sur bancs ;

3. Analyses de surface à l'aide du TOF SIMS

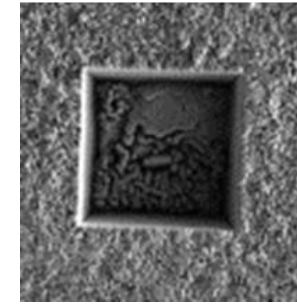
Principe : Lors de la pulvérisation du matériau par le faisceau FIB, le ToF-SIMS récupère les ions secondaires émis. L'analyseur à temps de vol permet de déterminer la masse des ions récupérés. Ceci est corrélée à la position du faisceau FIB (x/y) et au nombre de balayages effectués (z).

- Les données obtenues sont des spectres de masses, des profils de profondeur ou des cartographie élémentaires suivant XY et YZ.

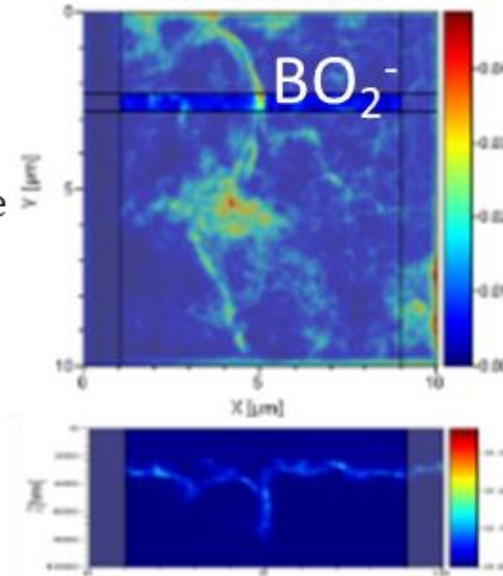


3. Analyses de surface à l'aide du TOF SIMS

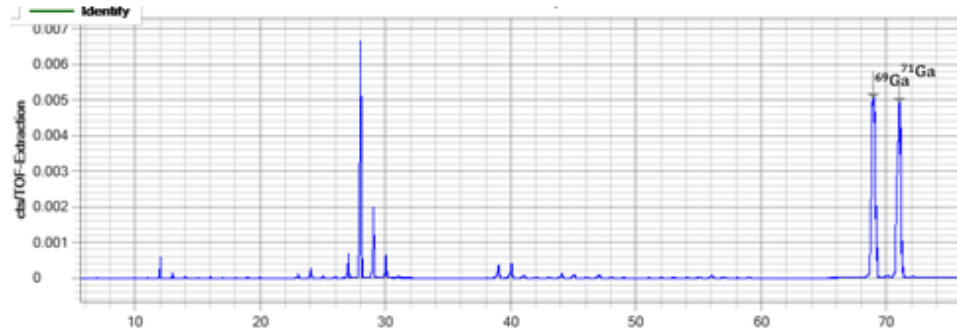
Imagerie MEB après ToF-SIMS 10x10 µm



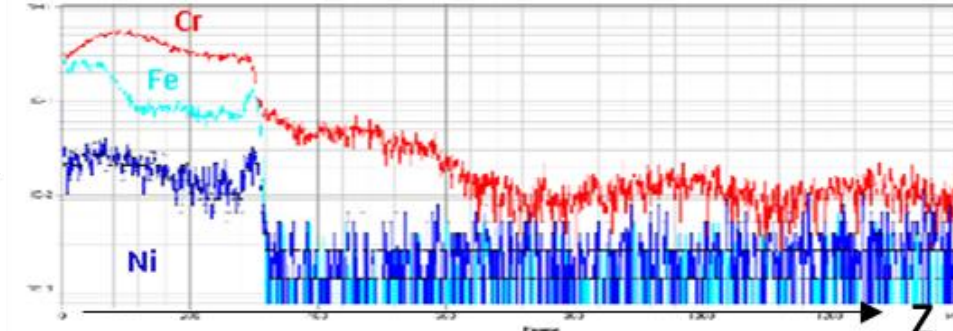
Cartographies élémentaires Plans XY et XZ



Spectres de masses => identification des éléments en présence



Profil de profondeur => évolution de l'intensité dans l'épaisseur



Atouts par rapport au MEB EDXS

- Sensibilité élevée aux éléments en faible proportion (~ppm)
- Détection aisée des éléments légers
- Résolution latérale XY : < 100 nm
- Analyse en profondeur possible (1 à 10 µm) avec une résolution en Z < 100 nm

Limites de la technique

- Faible résolution en masse => nombreuses interférences compliquant le post-traitement (ex TiO/Zn/CrO, O2/S,)
- Pas de résultats quantitatifs et pas d'informations sur la stœchiométrie des composés
- Mise en œuvre et post-traitement plus compliqué (**Post-traitement des données** : 0,5 à 2j par acquisition)

Microanalyse superficielle : 1h d'acquisition/carte

- Champ d'analyse : 50 à 130 µm
- Analyse des 1^{ère} couches atomiques
- Analyse en ions + et - sur la même zone possible
- Adapté aux coupes planes & polis

Microanalyse en profondeur : 2-8 h d'acquisition par zone

- Champ d'analyse : 5 à 50 µm
- Profondeur abrasée : 1 à 10 µm
- Analyse en ions + et - sur zones différentes
- Adapter pour analyse de couches micrométriques de compositions variables (oxydes, dépôts...)



Merci

