



énergie atomique • énergies alternatives

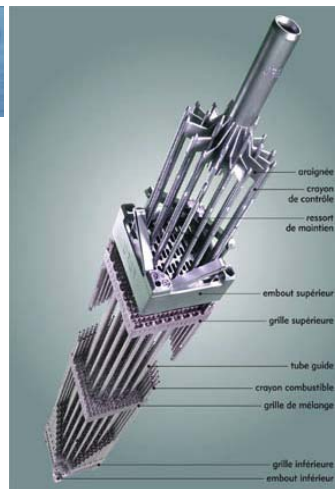
Etude et caractérisation du combustible irradié

Caractérisations microstructurales

I.AUBRUN

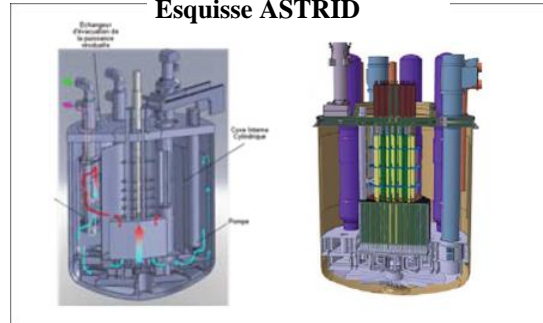
Origine des combustibles irradiés caractérisés

Réacteurs actuels (REP)



- Pour la surveillance et l'amélioration des combustibles des **REP**
- En conditions nominales ou après tests

Esquisse ASTRID



Réacteurs du futur (gén.IV)

- Développement des combustibles des **réacteurs de 4ème génération**

- Programmes intéressants la **sûreté** des Réacteurs à Eau
- Gestion des déchets : **transmutation** des actinides mineurs et à **l'entreposage**



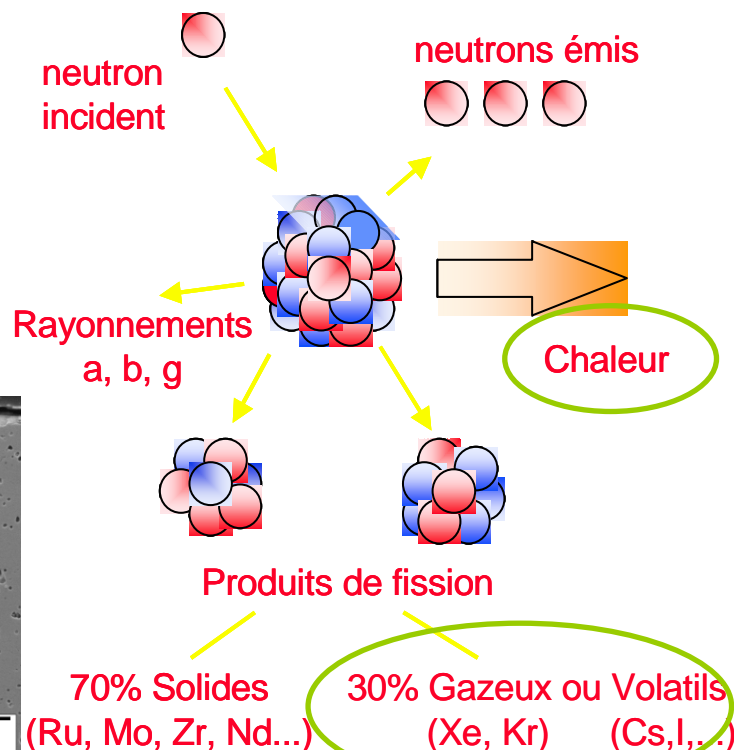
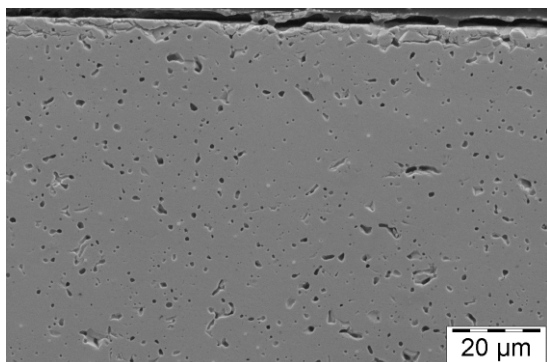
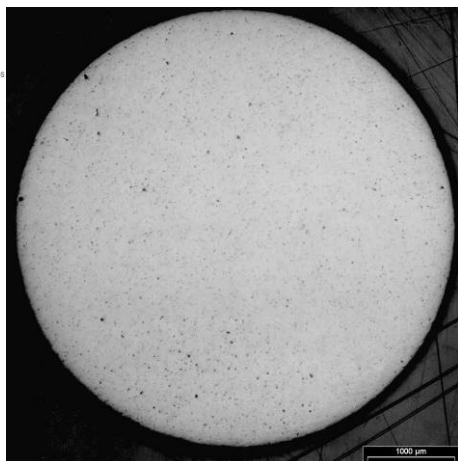
Réacteurs embarqués



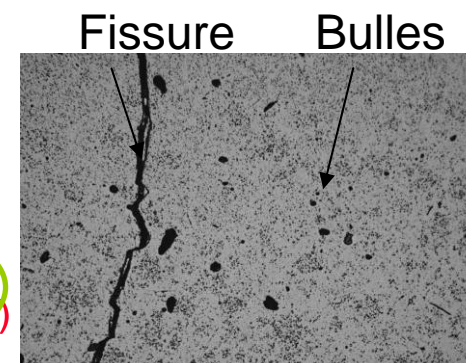
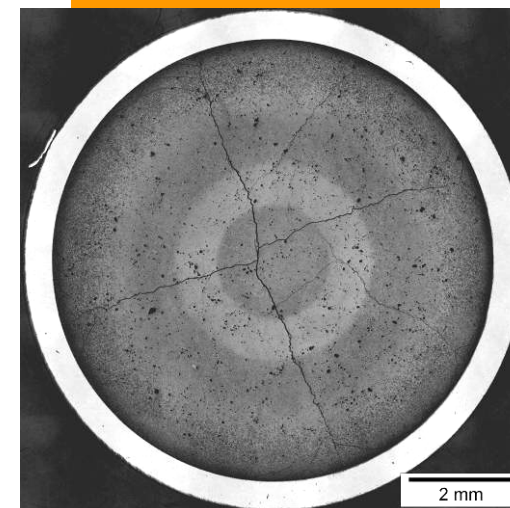
Réacteurs de recherche (RJH)

Evolution du combustible sous irradiation

AVANT

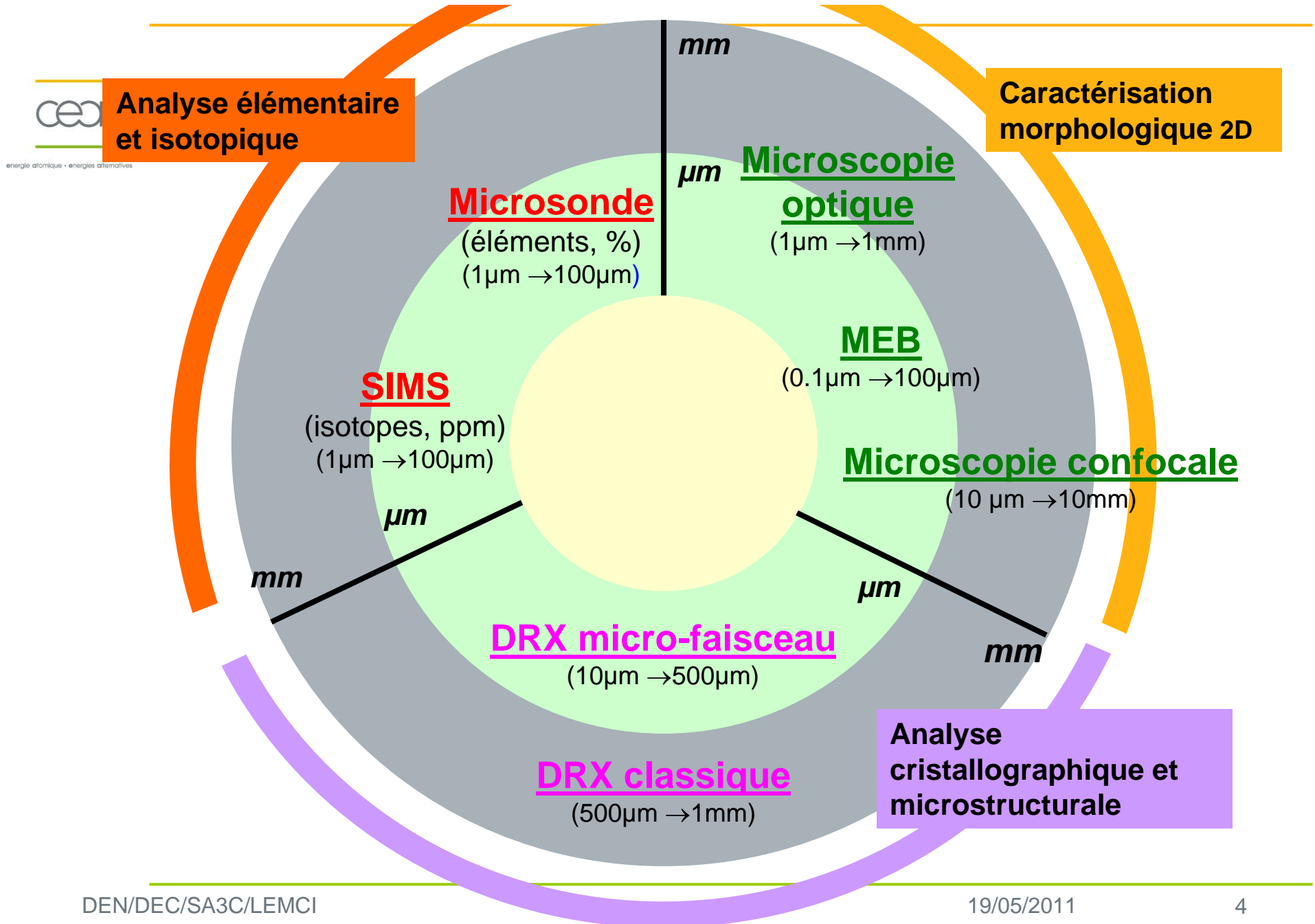


APRES



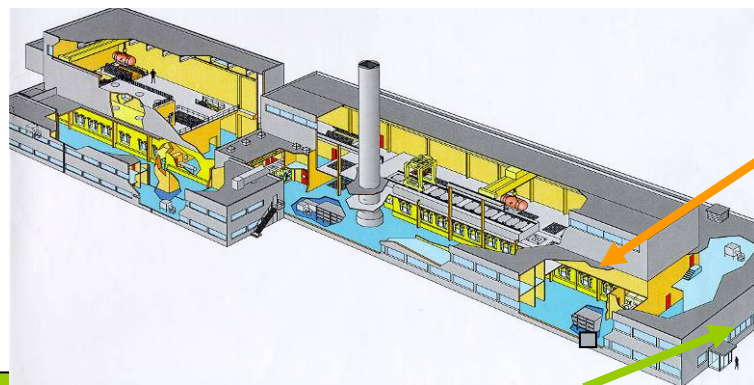
- **Caractérisation microstructurale de l'évolution importante du combustible sous irradiation**
- **Exemples de phénomènes particulièrement étudiés car « limitants » :**
 - ❖ **Pression interne et relâchement des gaz de fission : inventaire des gaz du combustible irradié**
 - ❖ **Interaction Pastille-Gaine : fissuration, ...**

La caractérisation du combustible irradié : du millimètre au micron



Les moyens de caractérisation du LECA/STAR

Installation Nucléaire de Base équipée de cellules blindées dédiées à la caractérisation du combustible irradié



Chaine métallographique



Microscope optique

Transfert pneumatique

µsonde

Profimètre - MEB

Cellule

Château interne

SIMS

DRX

Microsonde
(CAMECA)

Profilomètre (STILL)
SEM-WDX XL 30 (FEI)

Laboratoire de micro-analyse

MEB, Microsonde, Sonde ionique (SIMS), Diffraction de rayons X (DRX)

SIMS
(CAMECA)

µXRD
(GENERAL/ELECTRIC)

Le contexte : R&D sur du combustible irradié



energie atomique • énergies alternatives



Rayonnements et contamination



"Télé-manipulation"
En cellule chaude



Intervention en
environnement contaminé

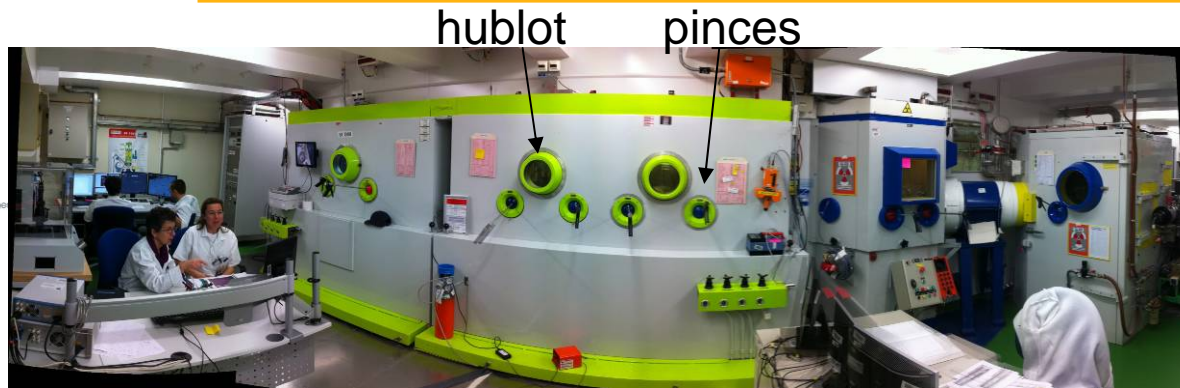


Conteneur blindé "Château"

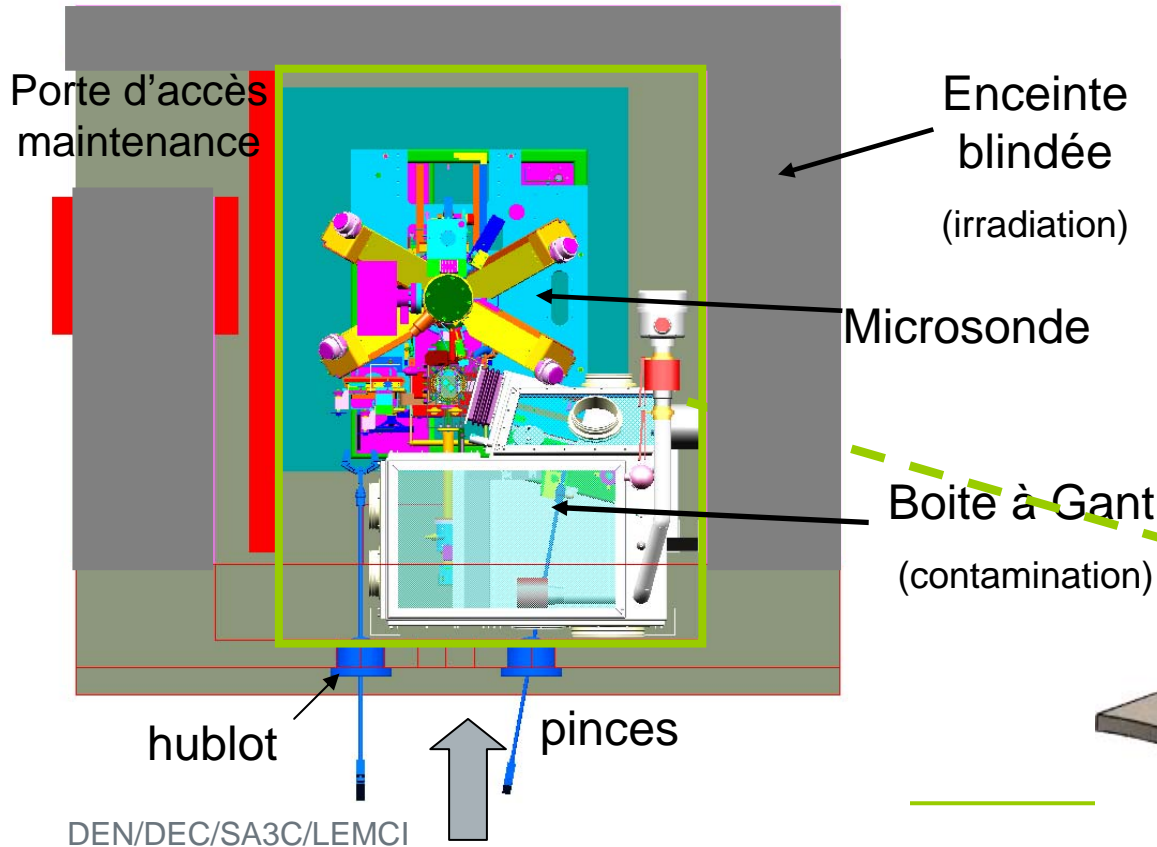
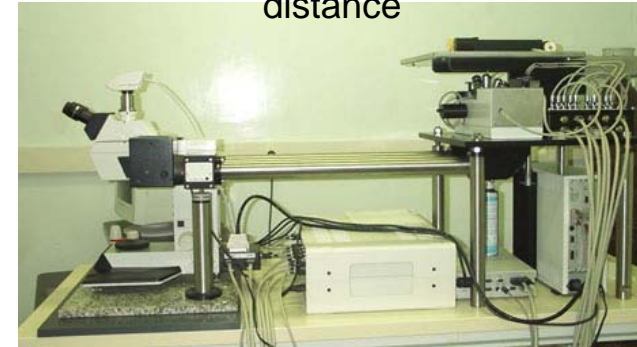
Transport des objets en
« château »

- Confinement des objets dans des boîtes étanches et protection contre l'irradiation par des blindages : travail à distance par télémanipulation
- Nucléarisation des équipements : tenue à l'irradiation et utilisation en mode déporté

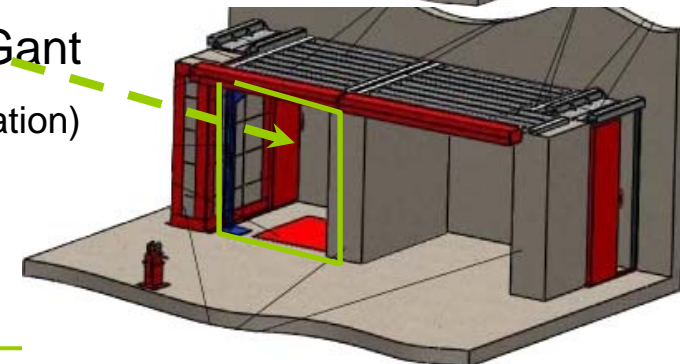
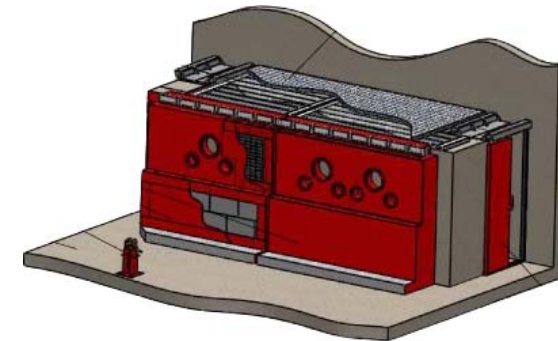
Nucléarisation des moyens de caractérisation



Modification de l'équipement pour sa tenue à l'irradiation (déport de l'électronique..) et la commande à distance



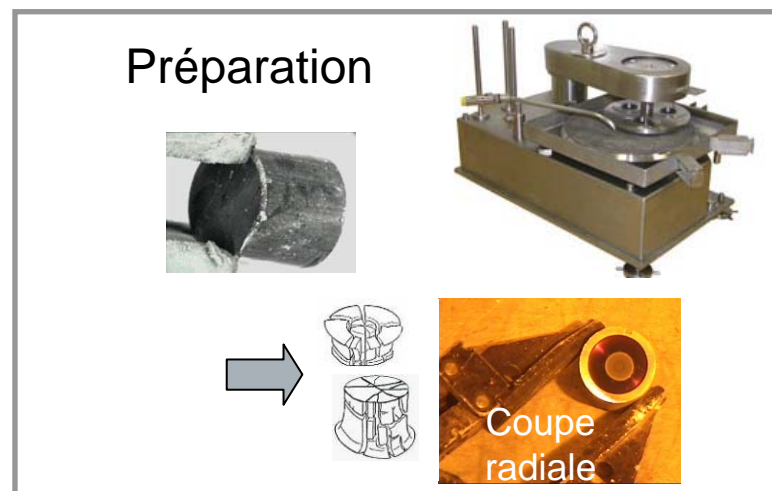
Enceinte blindée



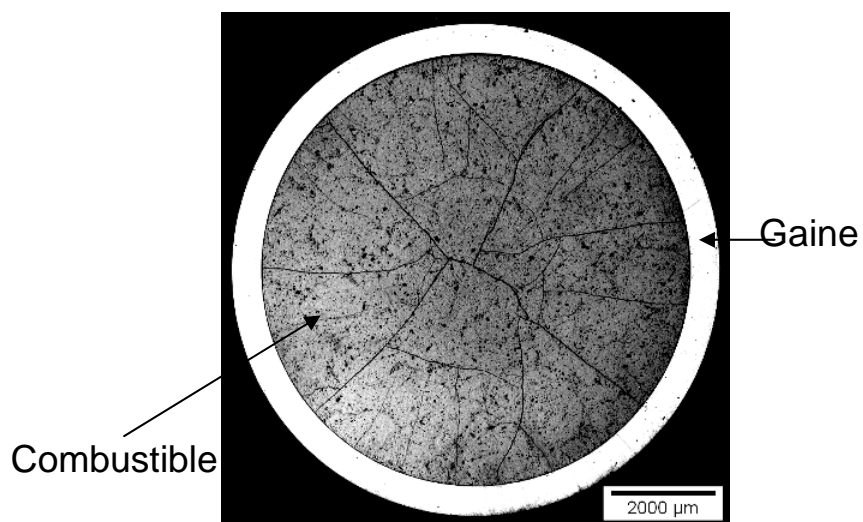
Analyse morphologique : Microscopie optique

Microscope optique
Mise en service : 2006
Grandissement x 1000
Résolution latérale : 1 μm

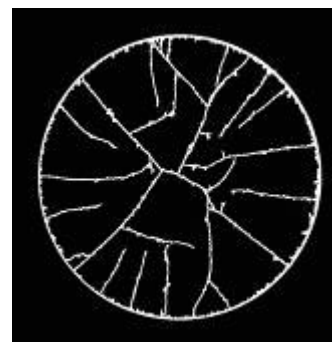
Fissuration, bulles,
précipitation, réseau de
grains



Coupe radiale



Extraction du réseau de fissures



Mode de fissuration (fissuration + réseau de grains)

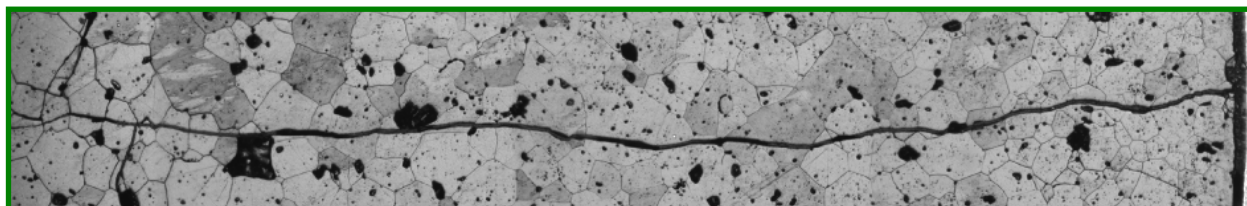
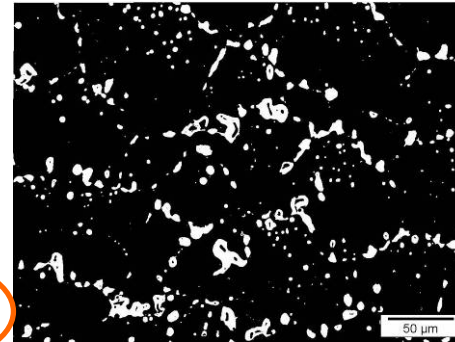
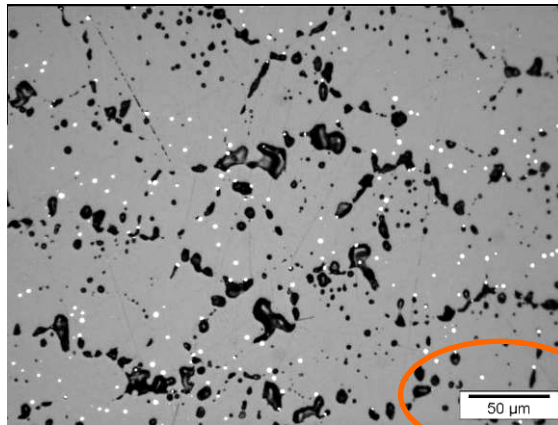


Illustration : Analyse quantitative des bulles au microscopie optique (ou MEB)

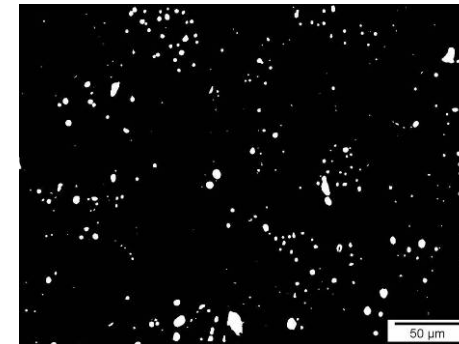
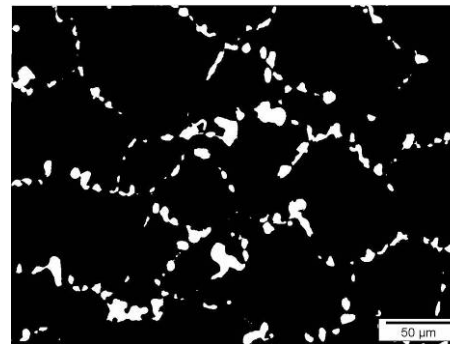
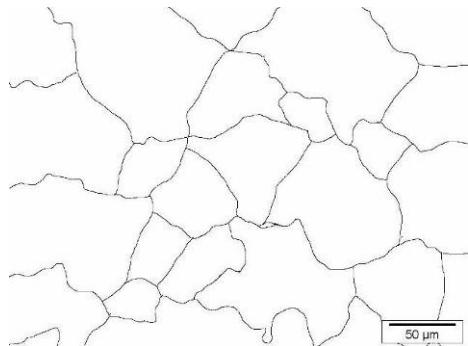


energie atomique • énergies alternatives

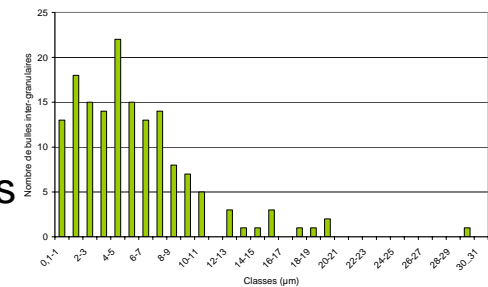
Bulles de Xénon au centre de la pastille



Séparation de la porosité inter et intra-granulaire

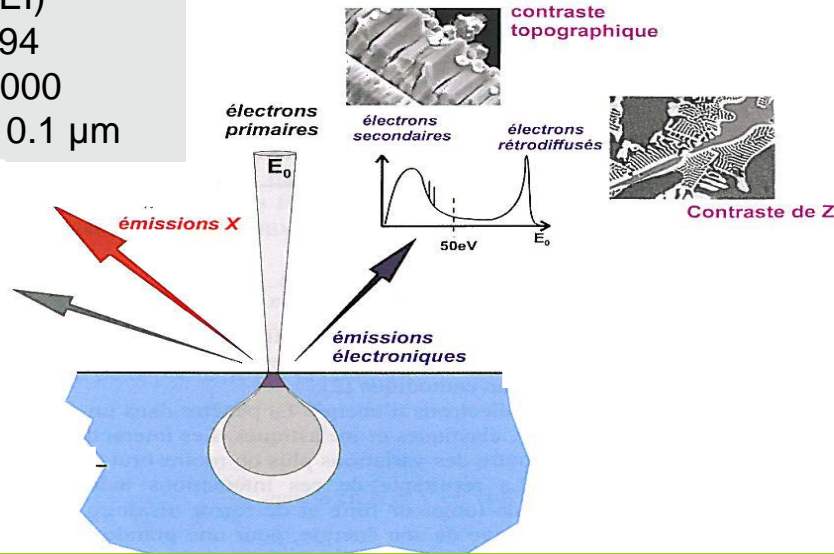


- Nombre de bulles inter et intra-granulaire/m²
- % surfacique/m²
- Taux de couverture des joints de grains en bulles
- Nombre de bulles inter-granulaires/m

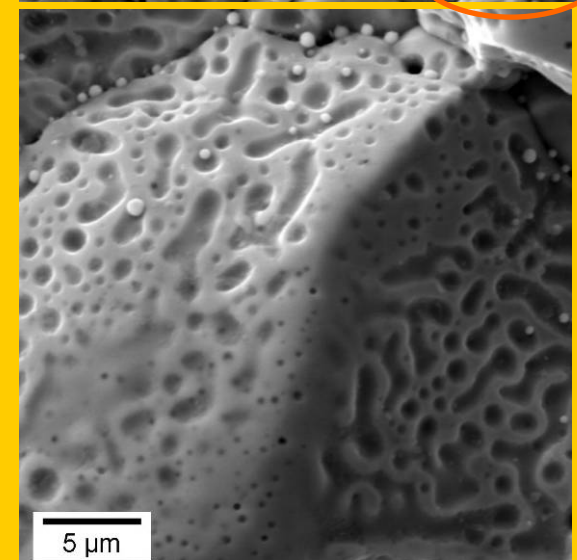
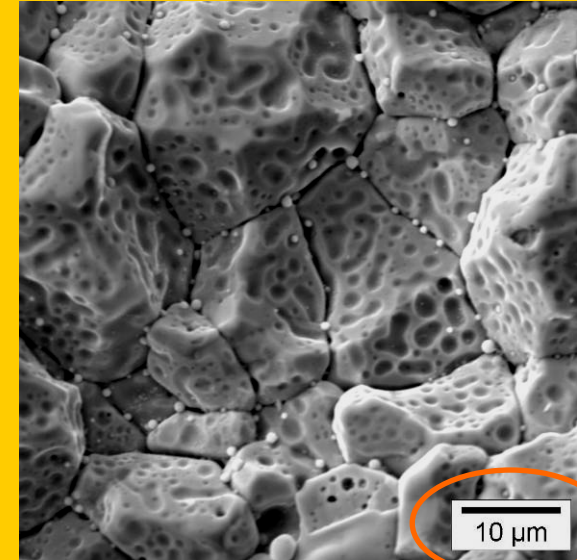


Analyse morphologique : Microscope Electronique à Balayage (MEB)

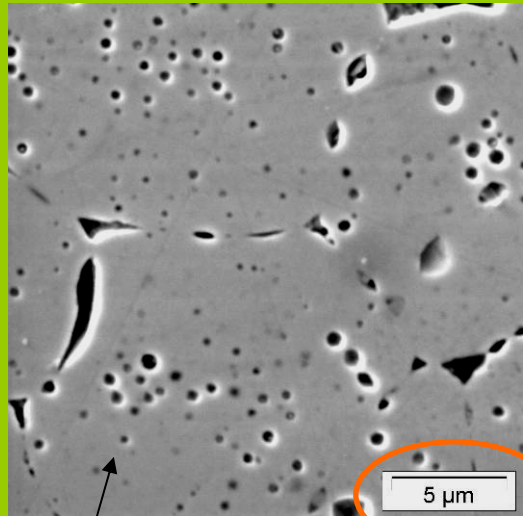
MEB/WDX XL 30 (FEI)
 Mise en service : 1994
 Grandissement x 10000
 Résolution latérale : 0.1 μm



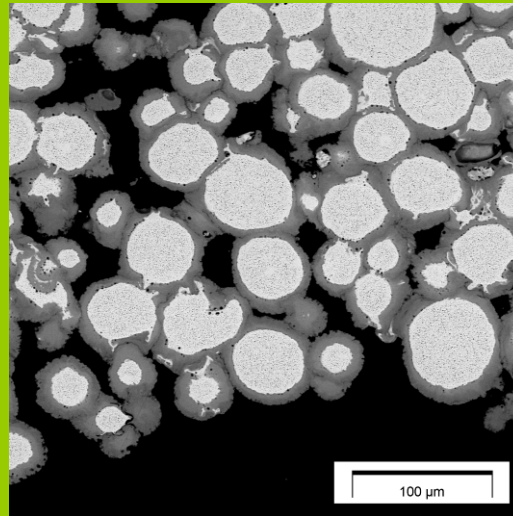
Fractographies e- secondaires



e- secondaires Coupes polies e- rétrodiffusés



Bulles dans un combustible UO_2



Différentes phases chimiques d'un combustible UMo

Analyse élémentaire à la microsonde électronique

Microsonde CAMECA SX100R nucléarisée
Mise en service : déc-2009
Li => Actinides
Sensibilité < 1 %
Résolution latérale < 1 μm

Distribution et Teneur
des produits de fission,
des actinides ...

Illustration : Analyse élémentaire du Pu

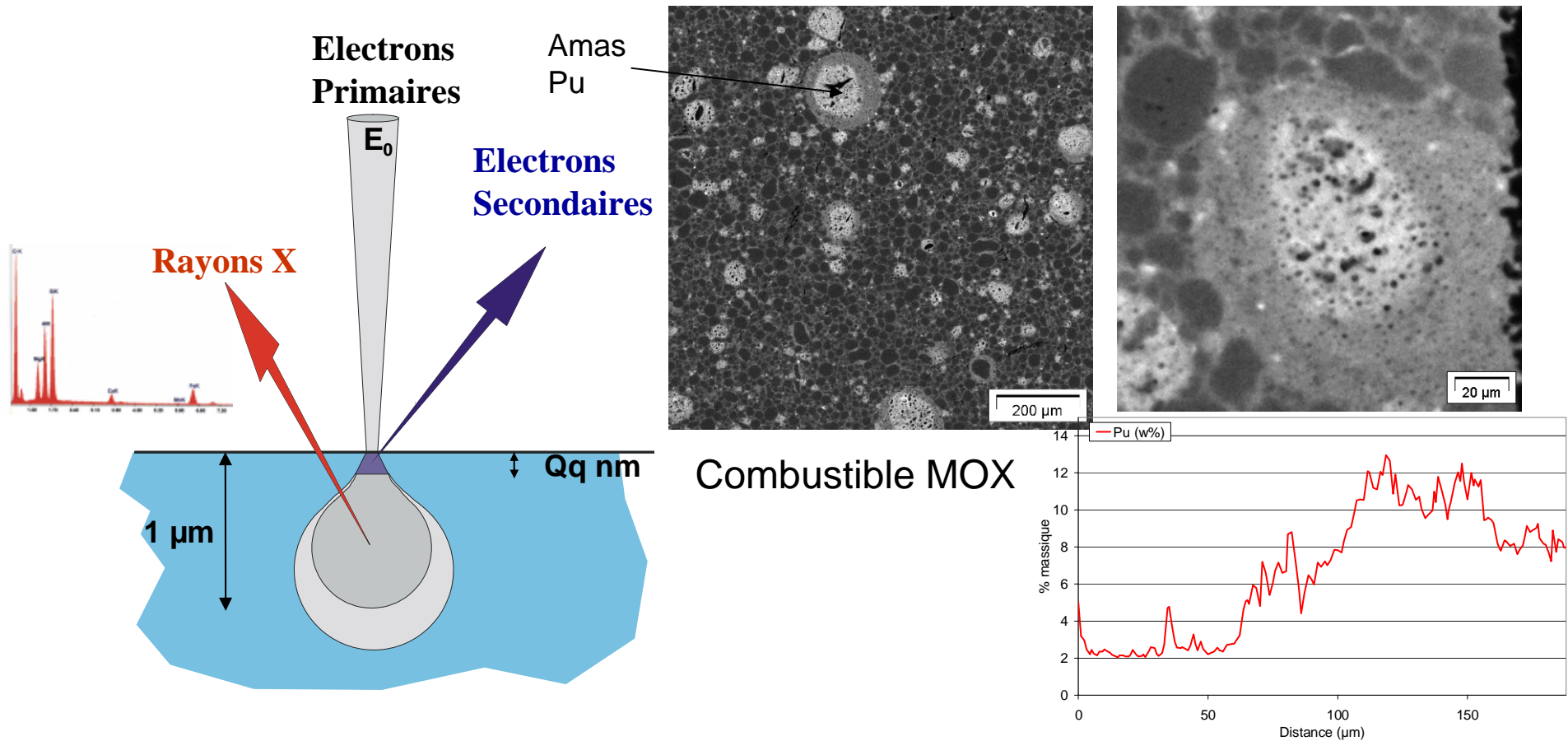
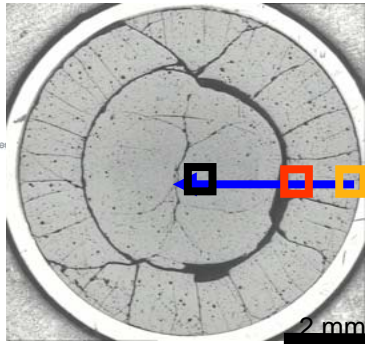
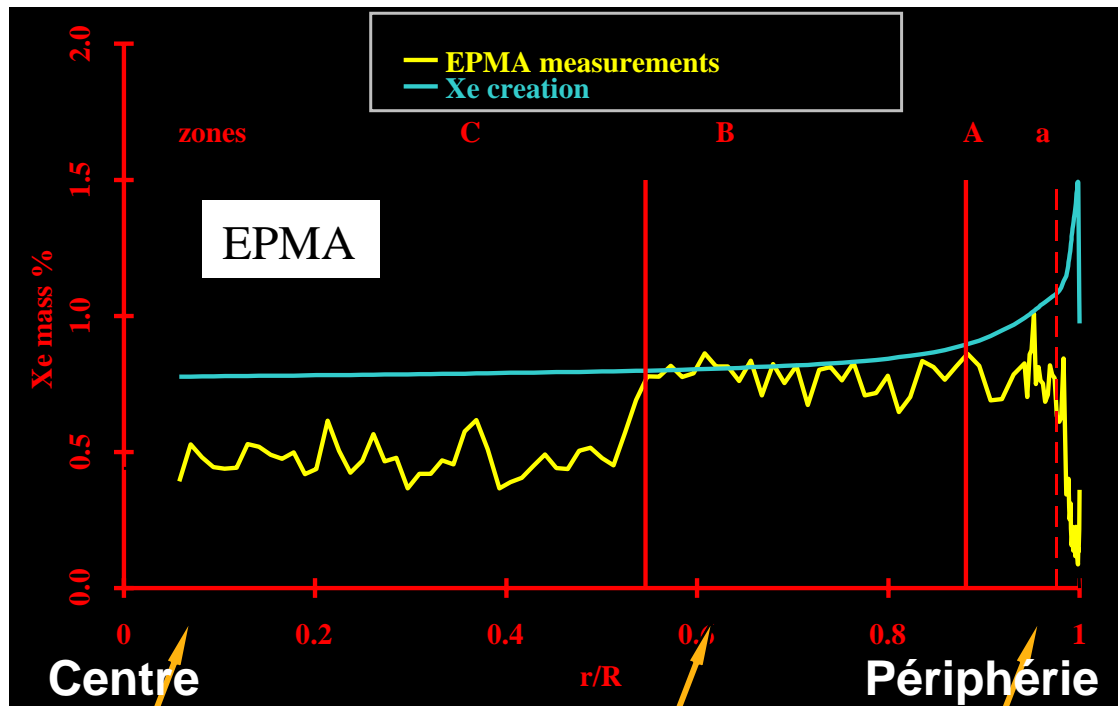


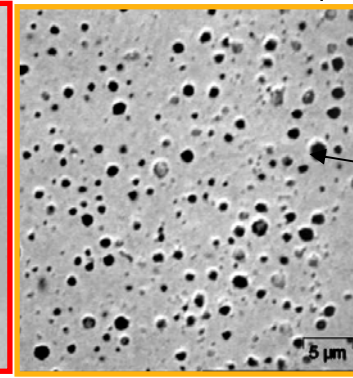
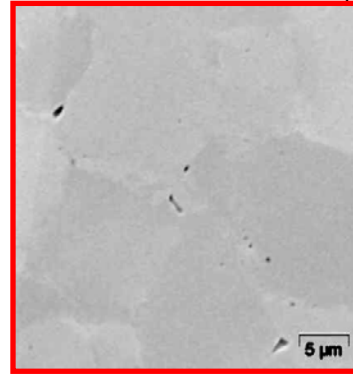
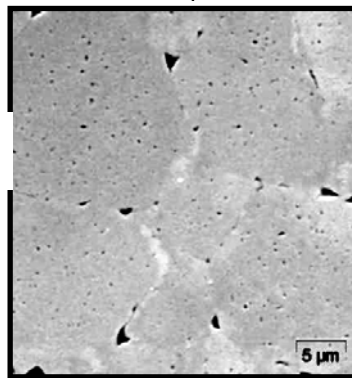
Illustration : Analyse du Xénon à la microsonde



Profil radial du Xénon



MEB



Bulles

Analyse isotopique au SIMS (*Secondary Ion Mass Spectrometry*)

SIMS CAMECA 6F nucléarisée
Mise en service : 1998 (2002 sur combustibles irradiés)



- Analyse isotopique
- Eléments peu abondants (ppb)
- Inventaire Gaz

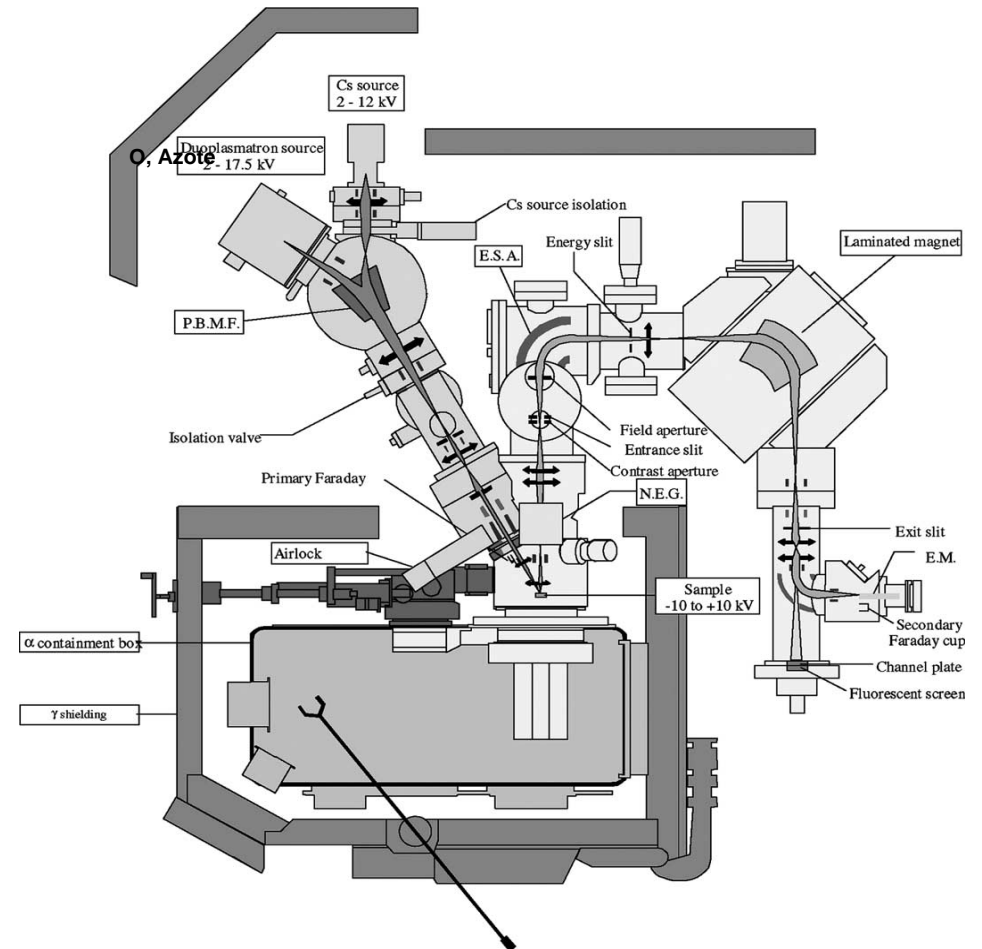
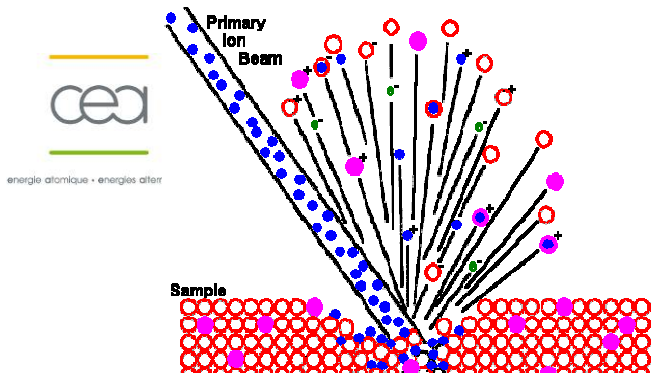
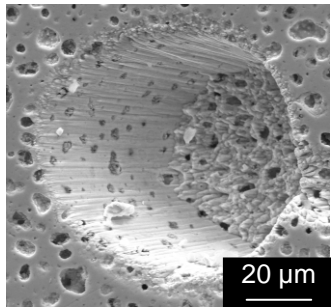


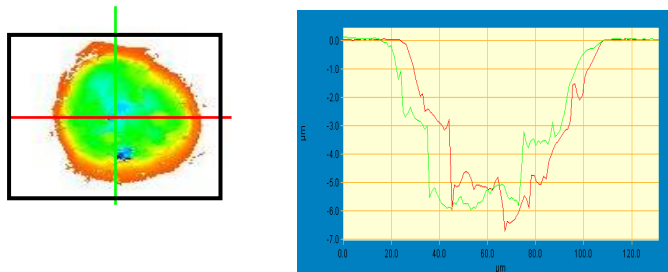
Illustration : Analyse du Xénon au SIMS



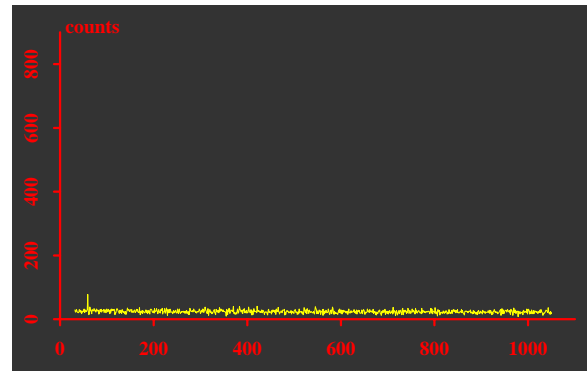
Cratère SIMS au MEB



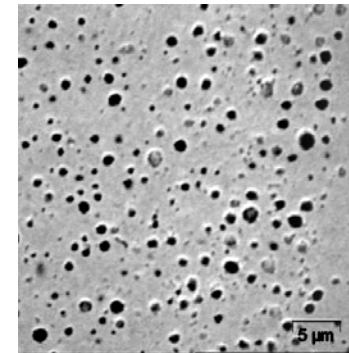
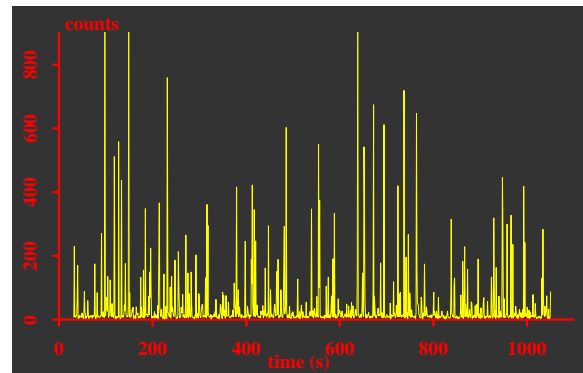
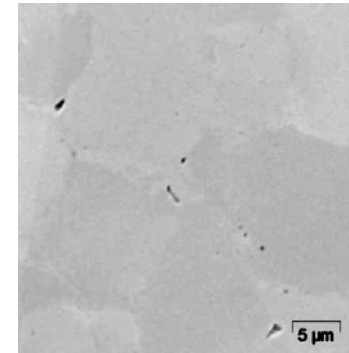
Mesure par profilométrie du volume du cratère SIMS



Ligne de base : Xénon dans la matrice



MEB



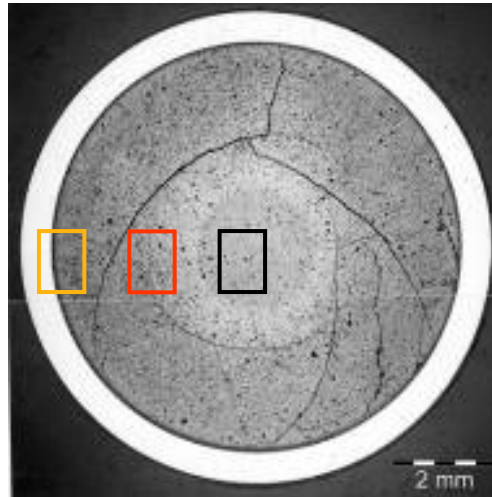
Pic : Bulles de Xénon

Illustration : Cartographie ionique au SIMS

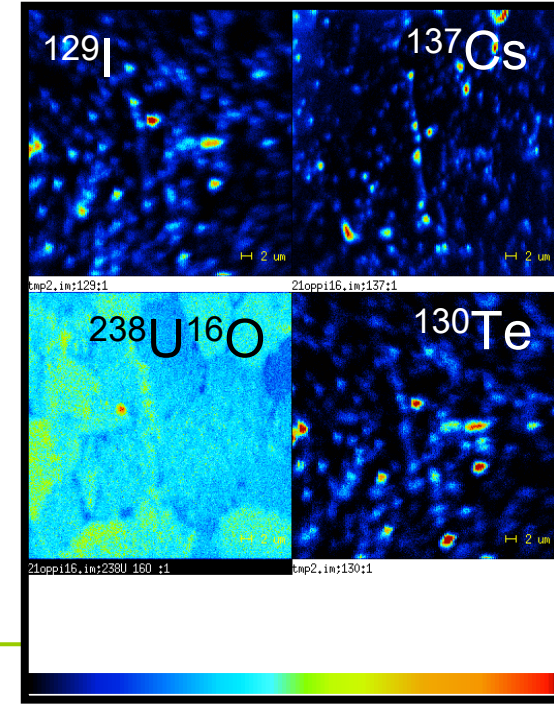
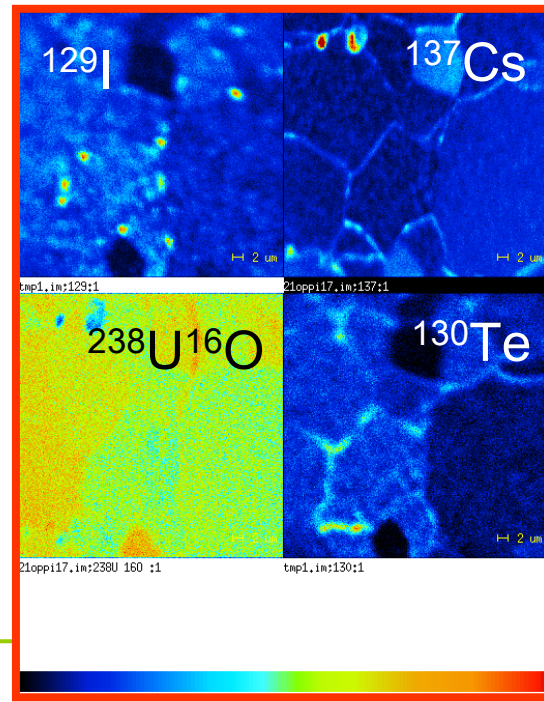
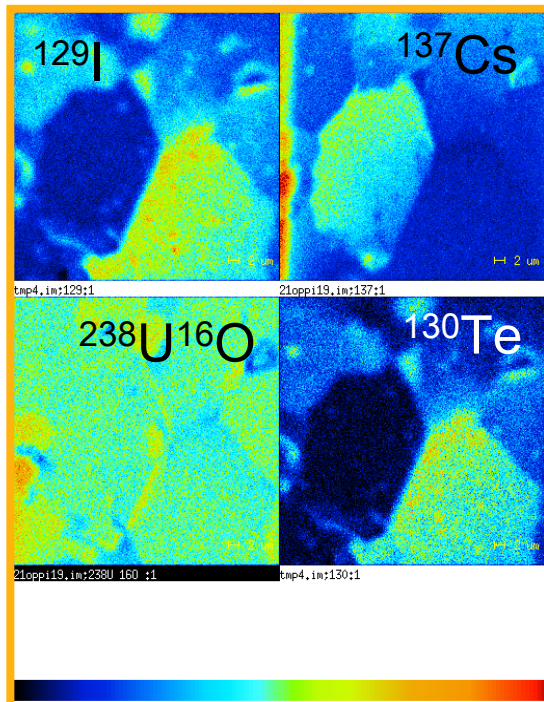


energie atomique • energies alternatives

Après rampe de puissance



Migration locale des produits de fission volatils



Analyse cristallographique : Diffraction des rayons X (DRX)

General Electric
Module micro-faisceau (500 μm)
Mise en service : déc-2008

energie atomique - energies alternatives

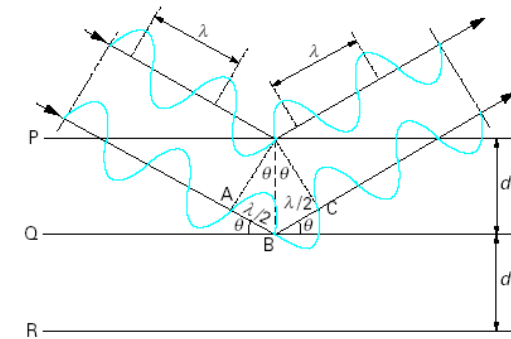
- **Phases** (identification, % phase, évolution du cristal ...)
- **Micro-déformations et contraintes**

Interaction RX-matière

$\lambda \approx 0.1 \text{ nm}$

périodicité $\approx 0.1 \text{ nm}$

Diffraction



Relation de Bragg

$$\lambda = 2 d_{\{hkl\}} \sin \theta_{\{hkl\}}$$

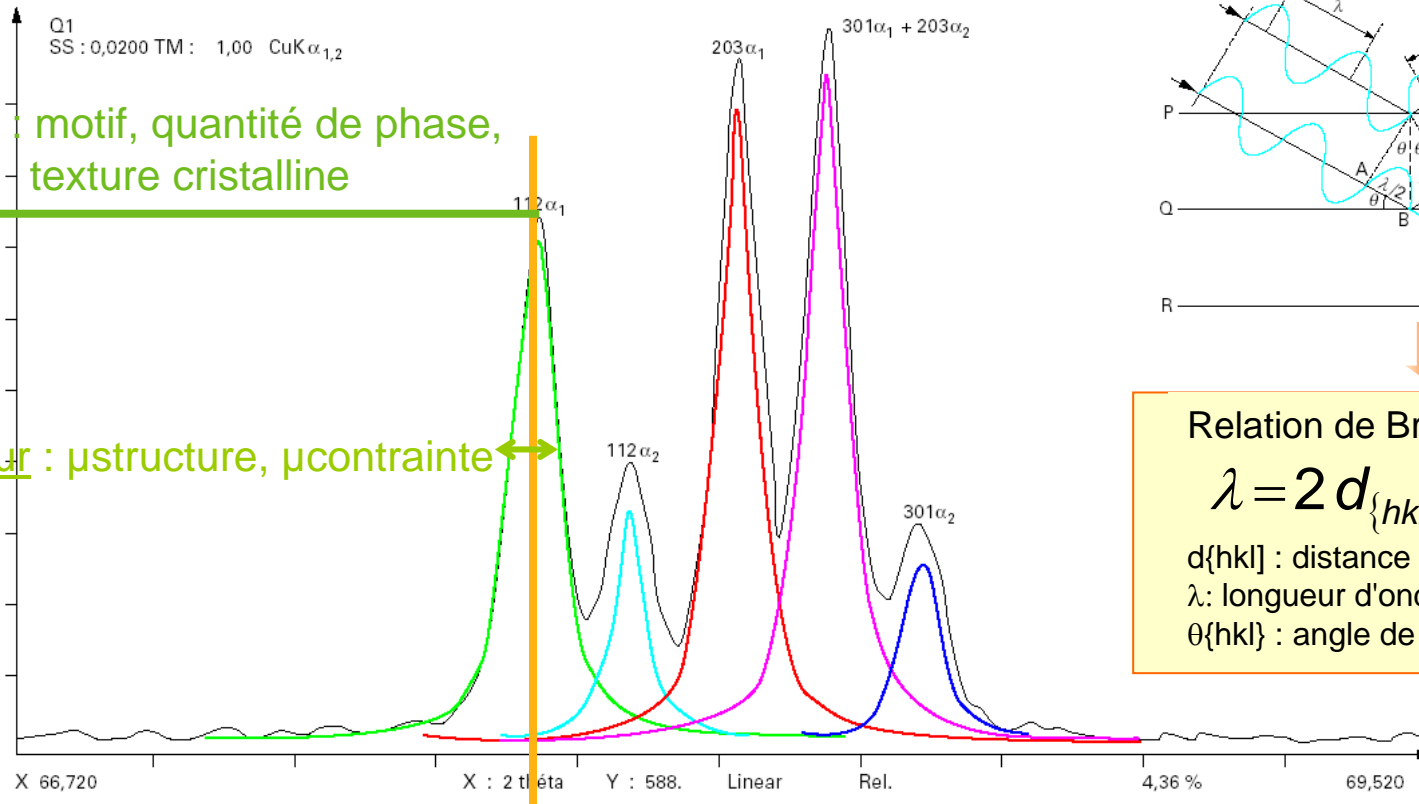
$d_{\{hkl\}}$: distance réticulaire

λ : longueur d'onde du rayonnement

$\theta_{\{hkl\}}$: angle de diffraction

Intensité : motif, quantité de phase, texture cristalline

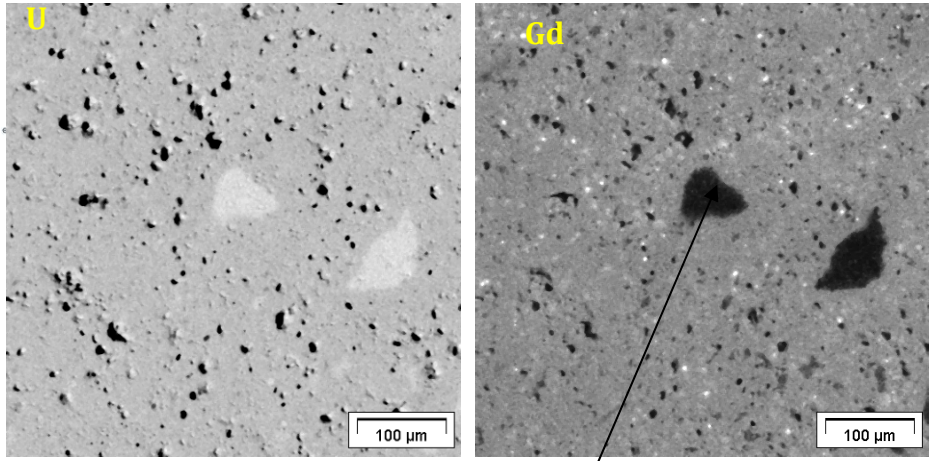
largeur : μstructure, μcontrainte



position : $d_{\{hkl\}}$ contenu de la maille, symétrie déformations élastiques

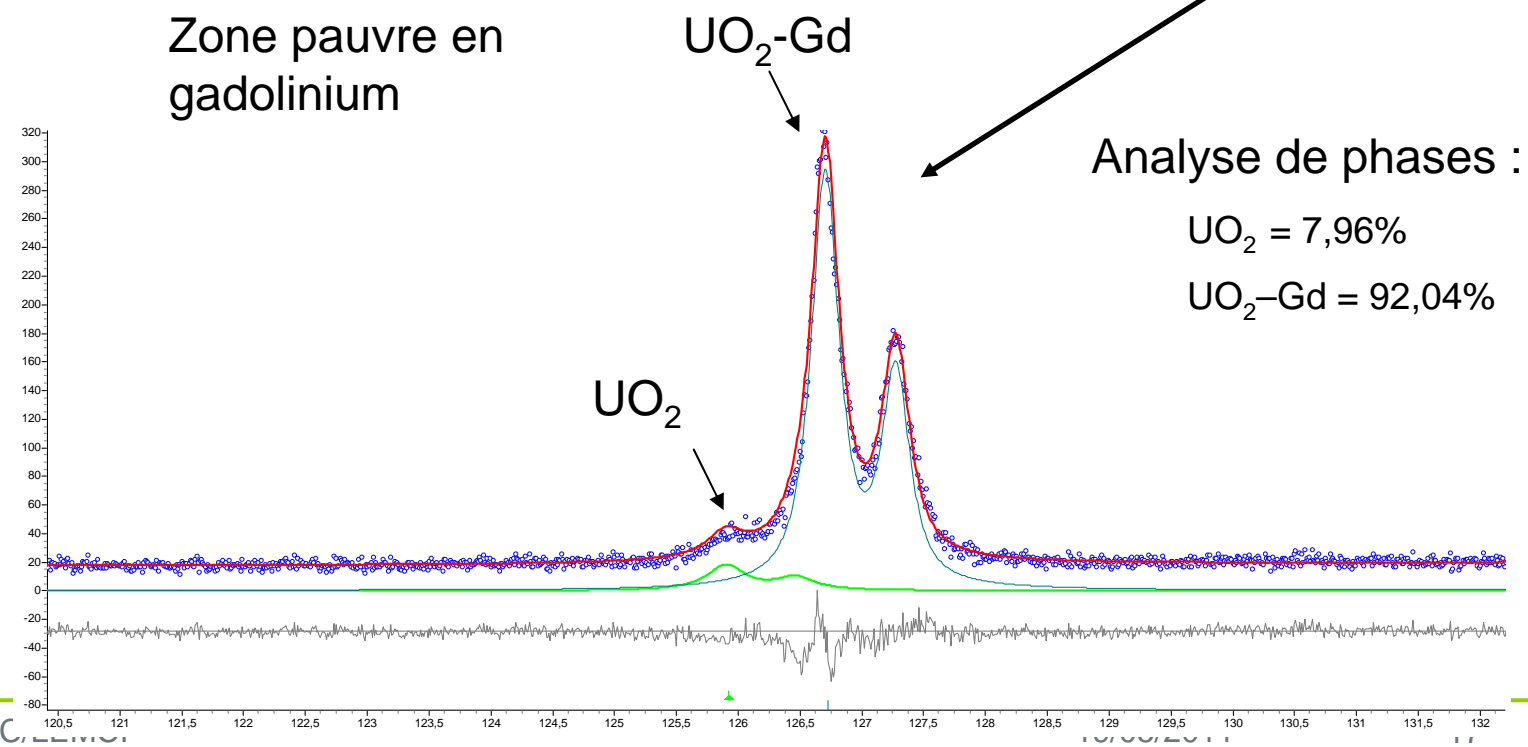
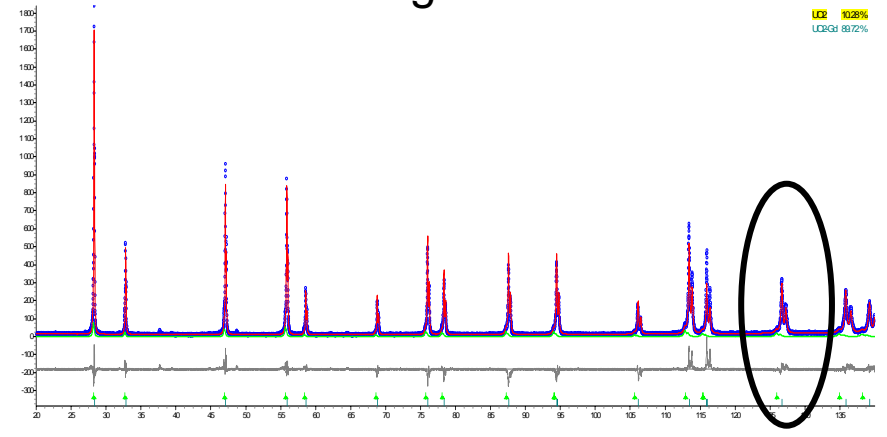
Illustration : Analyse quantitative de phases par diffraction des rayons X

Cartographies microsonde



Zone pauvre en gadolinium

Diffractogramme

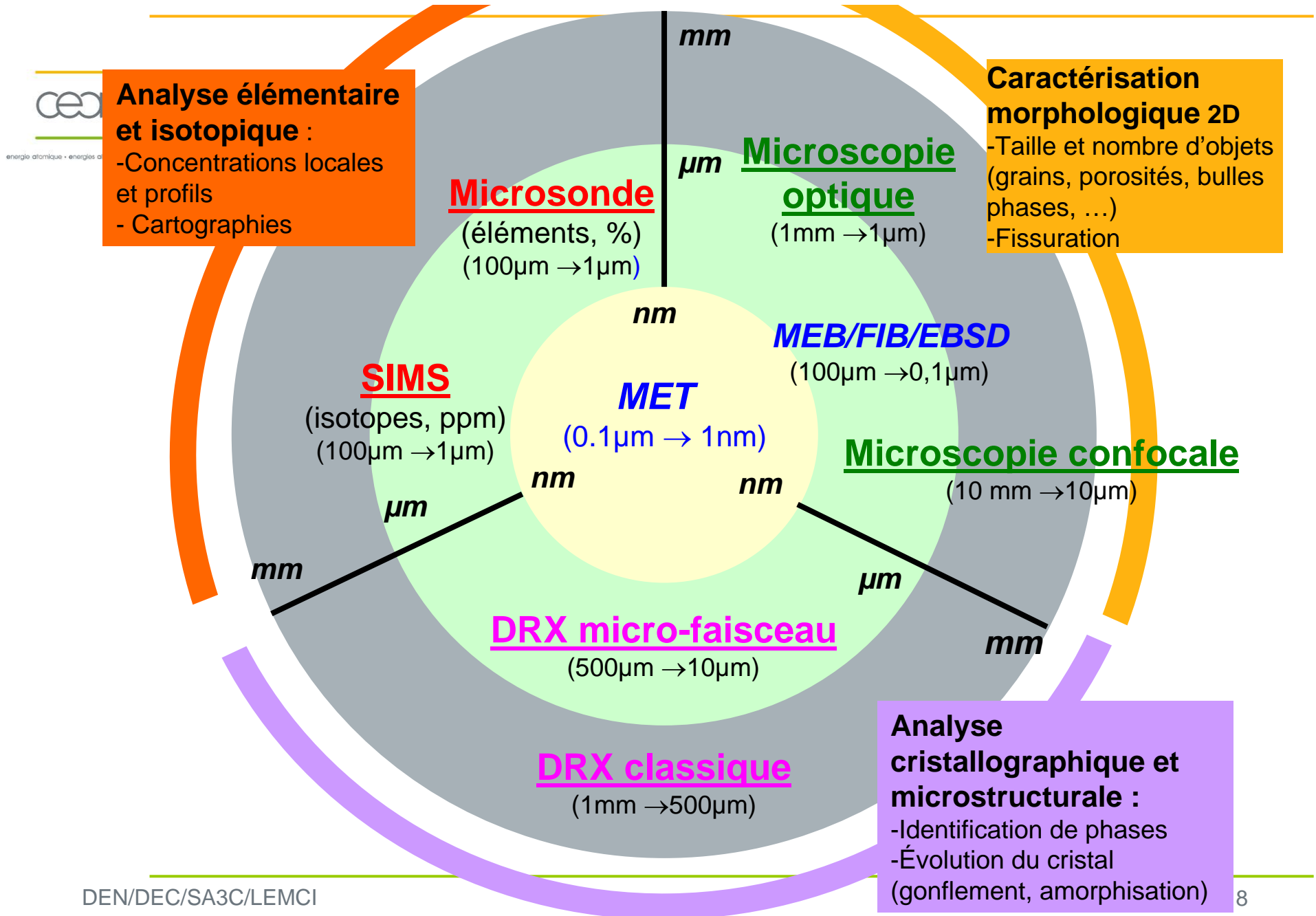


Analyse de phases :

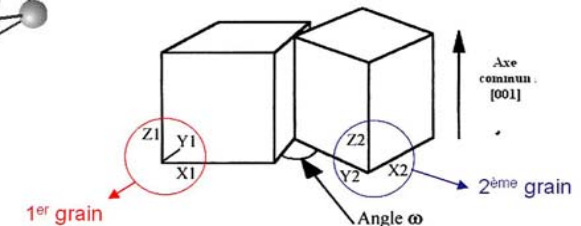
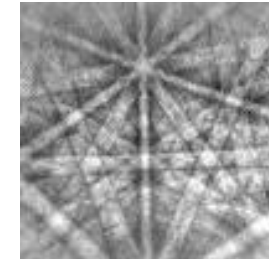
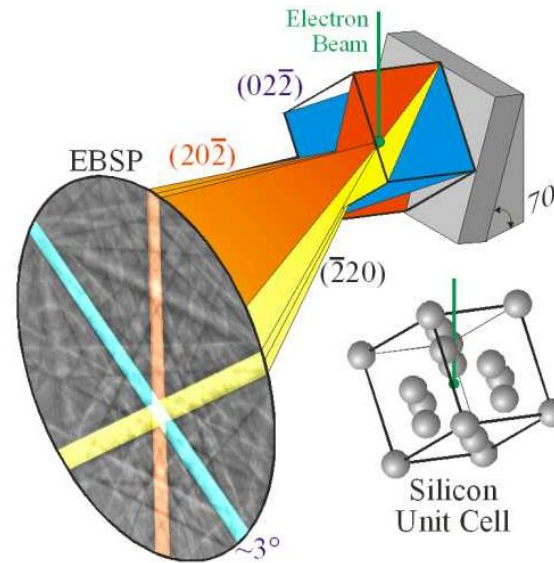
UO₂ = 7,96%

UO₂-Gd = 92,04%

Conclusion et perspectives : du millimètre au nanomètre

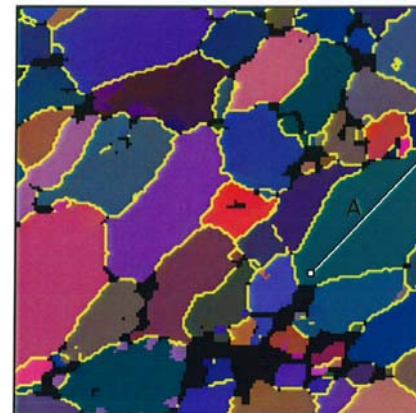


EBSD

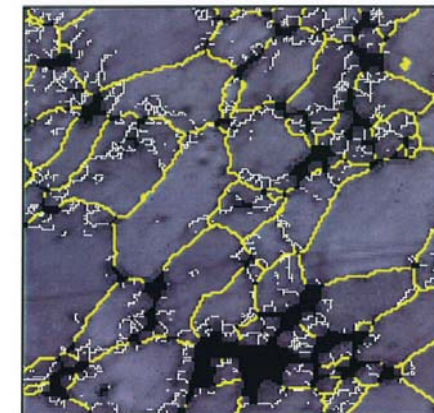


Interaction faisceau d'électrons incident avec un cristal

- Diffraction d'électrons incidents par les plans cristallins
- Acquisition de l'image de diffraction avec une caméra en un point considéré
- Analyse de ces bandes donne la nature de la phase, l'orientation cristalline de ce point, l'état cristallin (amorphe ou déformé plastiquement)
- Nécessite une très bonne qualité de préparation



c) "Normal" grain boundary (yellow) with $>10^\circ$ mismatch between two adjacent measurement points. A 6° orientation mismatch between two sides of the same grain is indicated at "A".



d) "Normal" grain boundaries (yellow) and "Sub-grain" boundaries (white) with a mismatch between adjacent measurements in the range 1 and 10° .

Illustration 1 : réseau de grains 3D par MEB/FIB/EBSD

Réseau de grains 3D

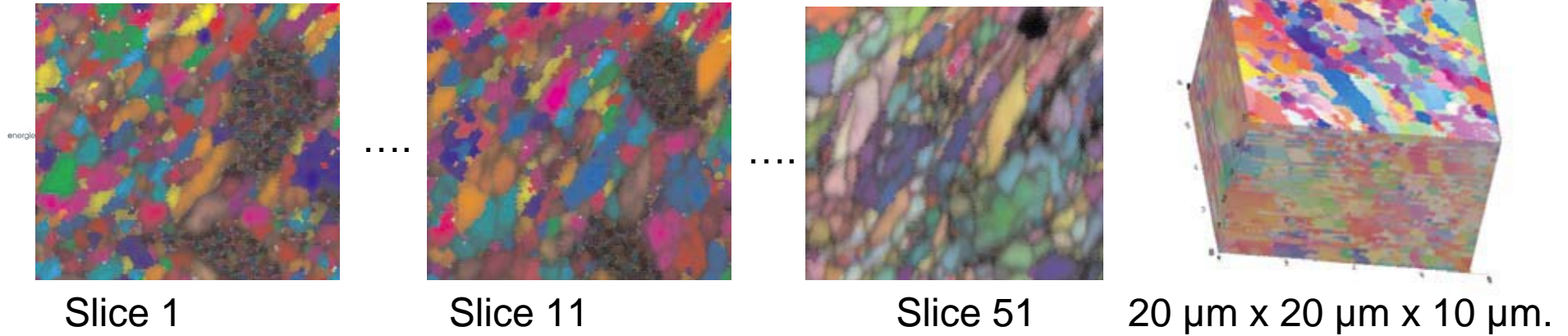
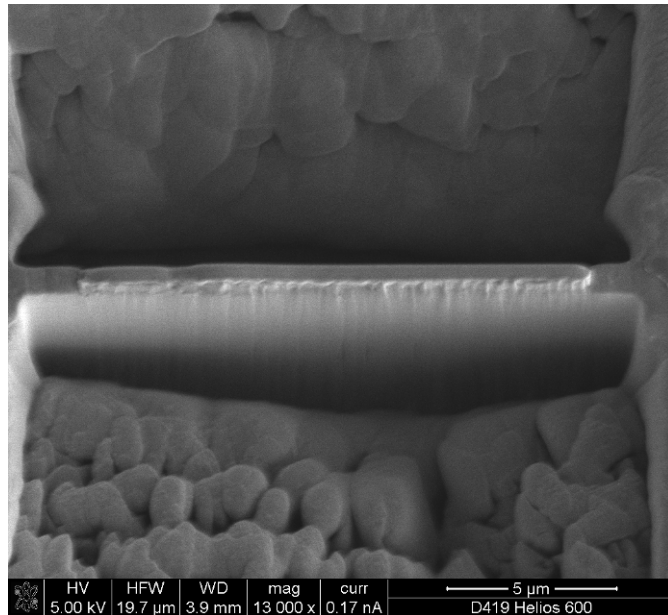
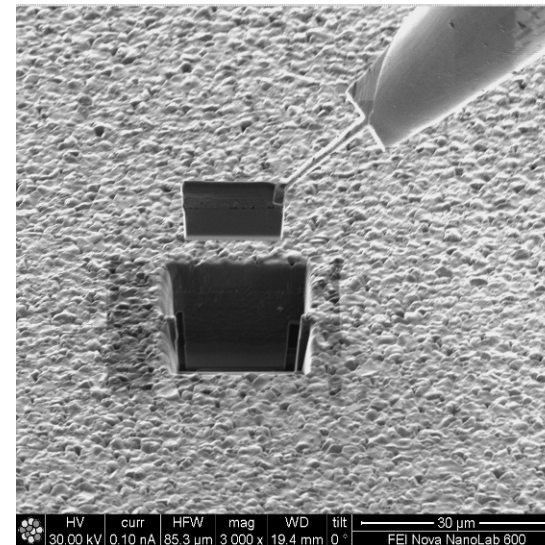


Illustration 2 : préparation de lames minces pour MET par MEB/FIB



Pré découpage en forme de "U"



Prélèvement de la lame à l'aide de la canne Omniprobe



énergie atomique • énergies alternatives

Merci de votre attention