

Images et profils d'un acier polycristallin implanté oxygène



Marie-Amandine PINAULT-THAURY,
François JOMARD



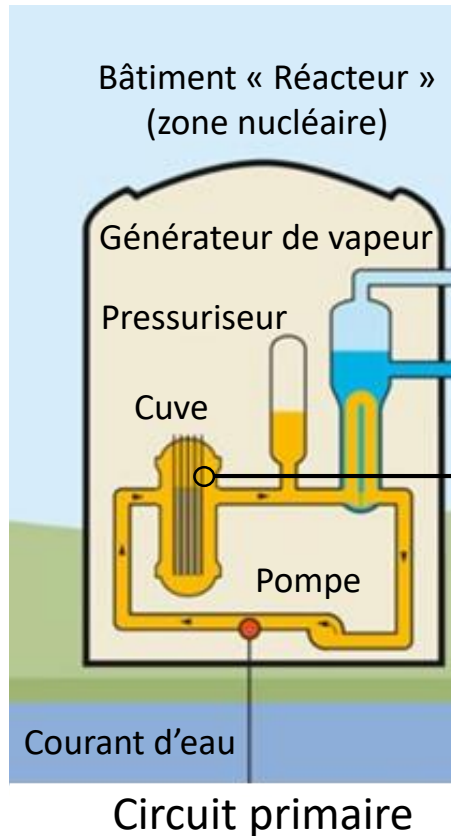
Chenwei HE,
Marie-France BARTH



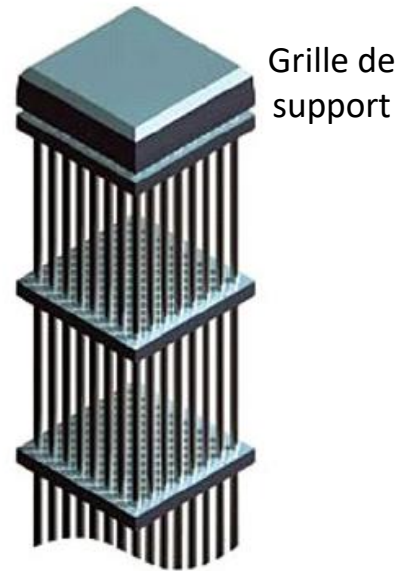
Plan de l'exposé

- Contexte
- NanoSIMS50L versus IMS7f
- Analyses avec notre IMS7f
- Conclusions

Centrales nucléaires à fission



Assemblage de crayons

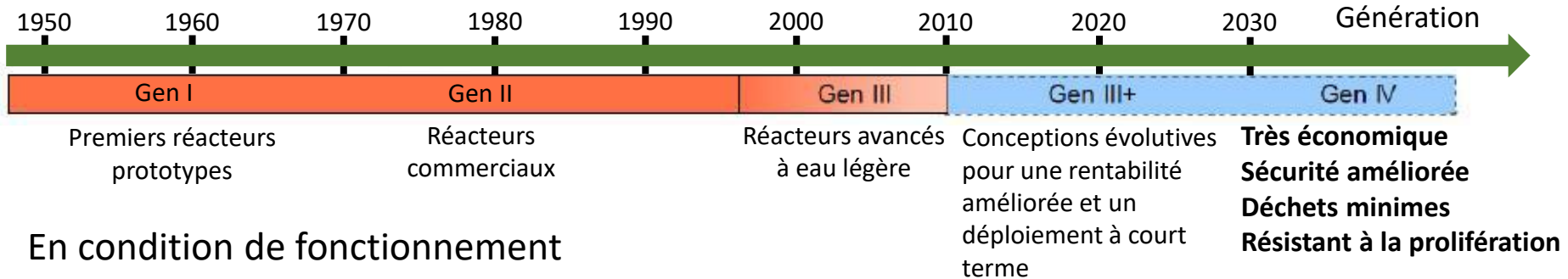


Crayon de combustible

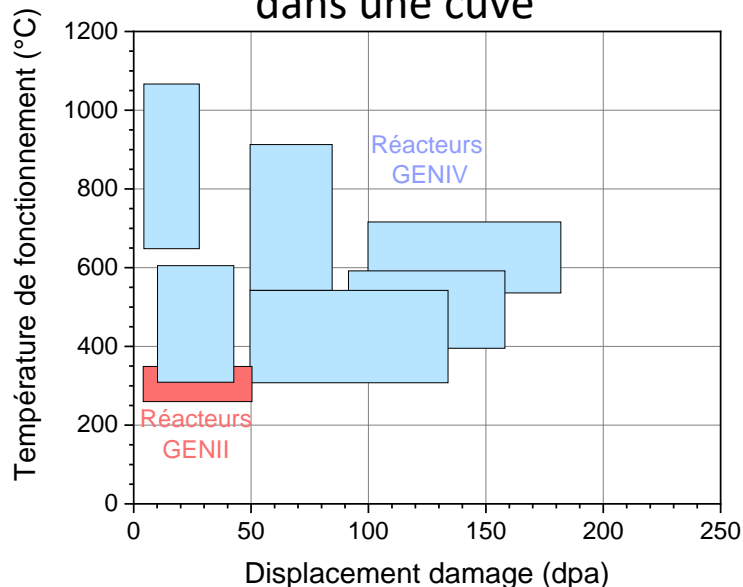


**Une attention particulière est portée
au choix des matériaux composants le réacteur.**
(gainés, cibles et autres structures du cœur ou du combustible)

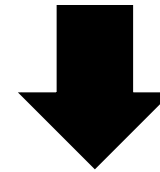
Gen IV : prochaine génération de réacteurs



En condition de fonctionnement dans une cuve



Haute température de fonctionnement
Fort endommagement par irradiation

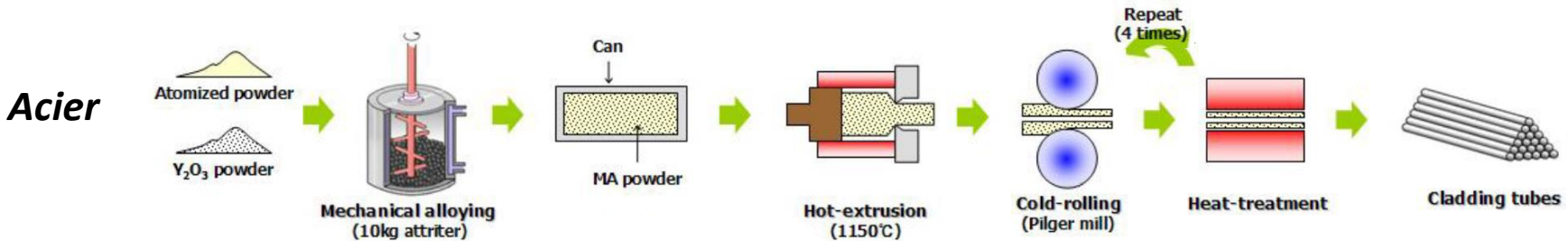


La stabilité microstructurale et les propriétés mécaniques des matériaux de structure sont affectées.

→ Besoin de développer des matériaux adaptés

Aciers ODS (nanorenforcés par dispersion d'oxydes)

Gonflement négligeable sous irradiation + Propriétés de fluage exceptionnelles



Dispersion des grains avec différentes orientations cristallines orientations

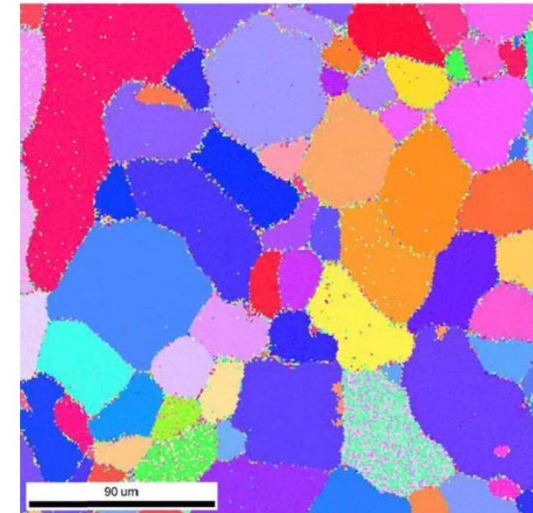
Mécanisme de regroupement à l'échelle atomique non élucidé

&

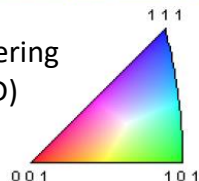
Manque de données expérimentales sur les propriétés fondamentales de la constitution des grains (lacune, Y, Ti, O)



Besoin de déterminer les paramètres physiques qui seront implémentés en simulation pour mieux comprendre la nucléation



Electron Back Scattering Diffraction (EBSD)



Plan de l'exposé

- Contexte
- NanoSIMS50L versus IMS7f
- Analyses avec notre IMS7f
- Conclusions

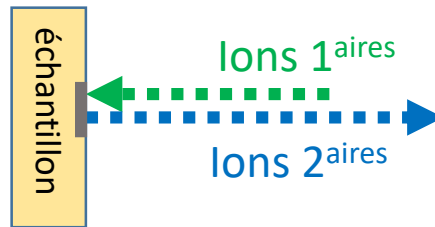
NanoSIMS50L versus IMS 7f

Pour imager des petits objets et mesurer des rapports isotopiques



Mode microsonde

Faisceaux de charges opposées



Analyseur de masse à secteur magnétique avec multi-collection

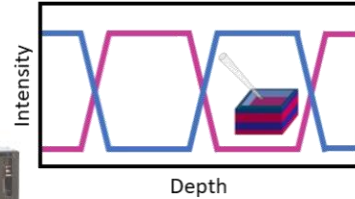
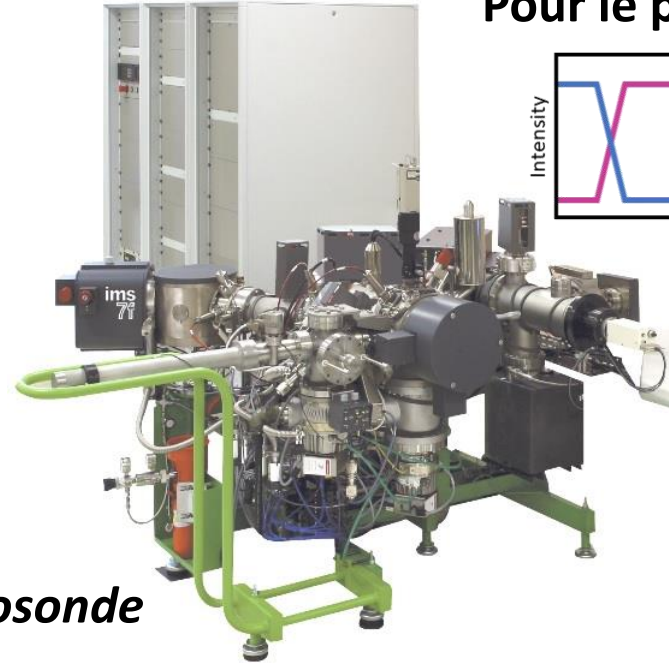
Sonde
 $\Phi = 50 \text{ nm}$

NanoSIMS50L versus IMS 7f

Pour imager des petits objets et mesurer des rapports isotopiques

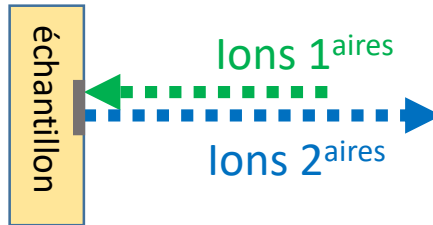


Pour le profilage



Mode microsonde

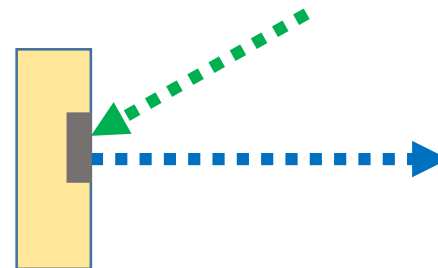
Faisceaux de charges opposées



Sonde

$\Phi = 50 \text{ nm}$

Analyseur de masse à secteur magnétique avec multi-collection



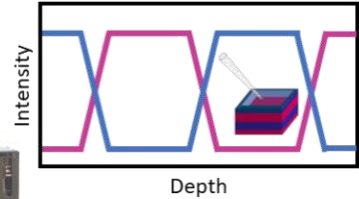
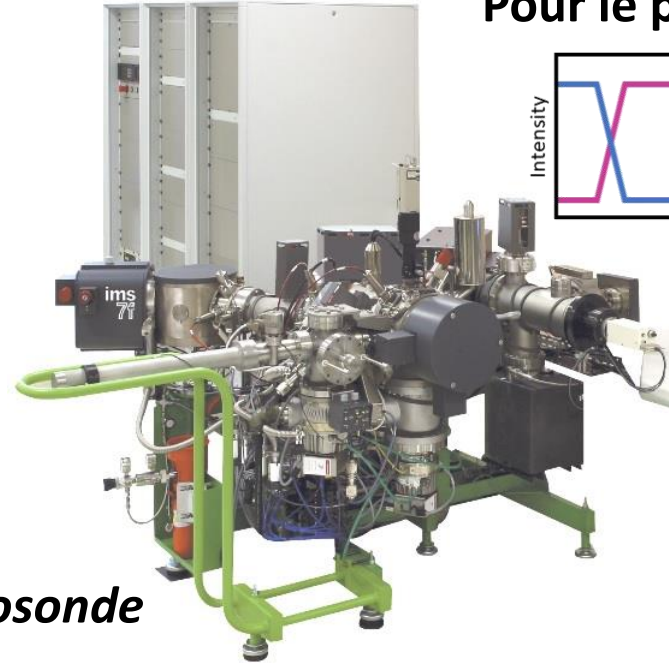
collection séquentielle

NanoSIMS50L versus IMS 7f

Pour imager des petits objets et mesurer des rapports isotopiques



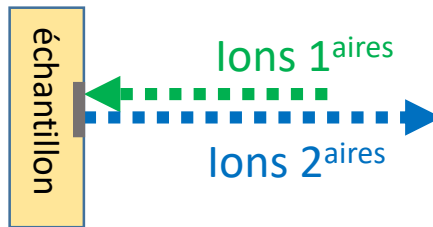
Pour le profilage



Mais l'imagerie est aussi possible

Mode microsonde

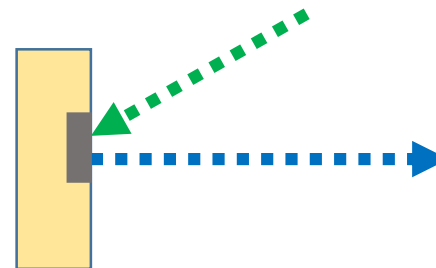
Faisceaux de charges opposées



Analyseur de masse à secteur magnétique avec multi-collection

Sonde

$\Phi = 50 \text{ nm}$



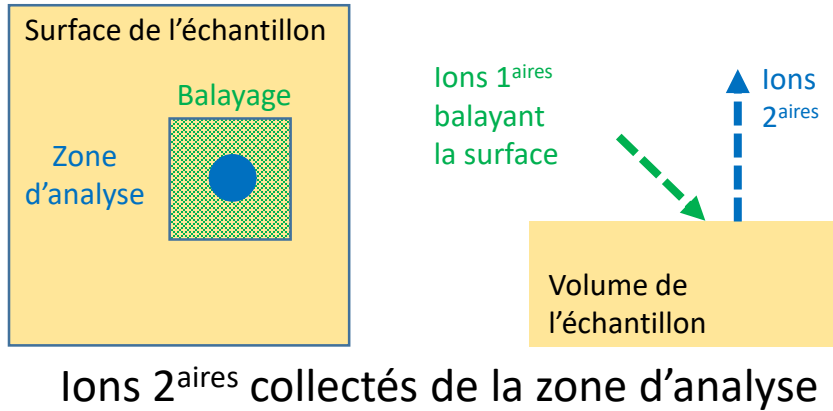
Plus petite sonde

$\Phi = 500 \text{ nm}$

collection séquentielle

Mode de travail avec l'IMS7f

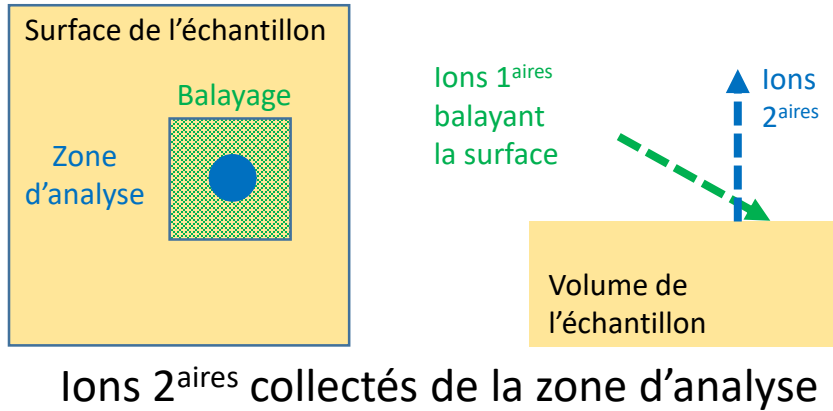
Profil



Imagerie

Mode de travail avec l'IMS7f

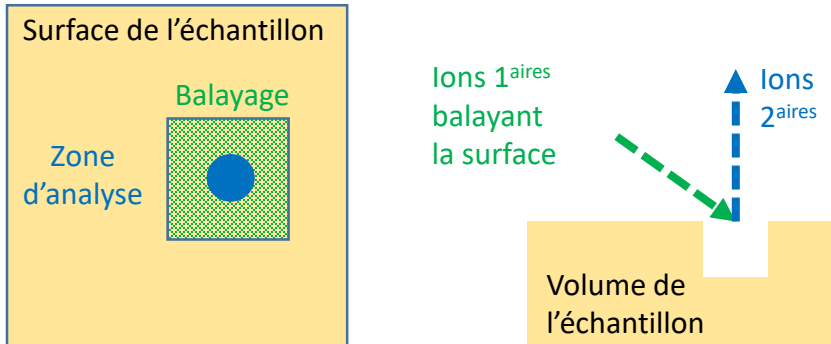
Profil



Imagerie

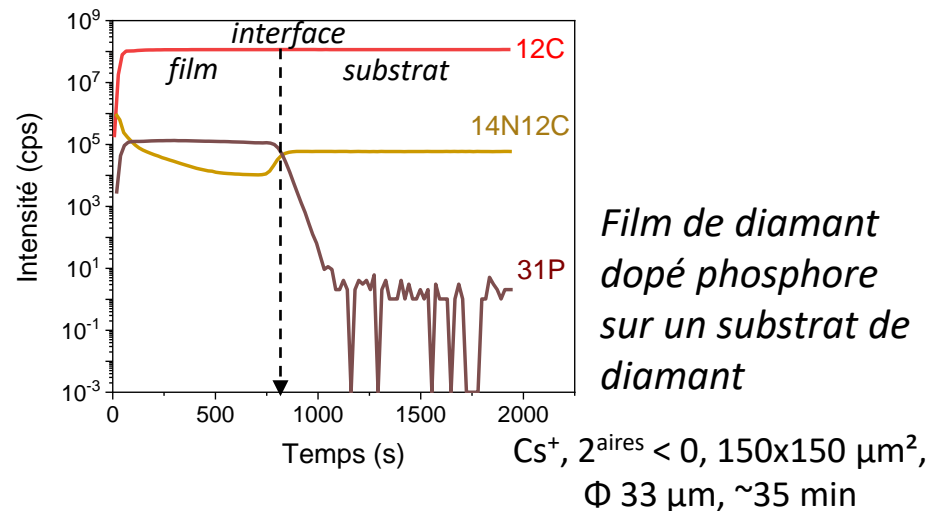
Mode de travail avec l'IMS7f

Profil



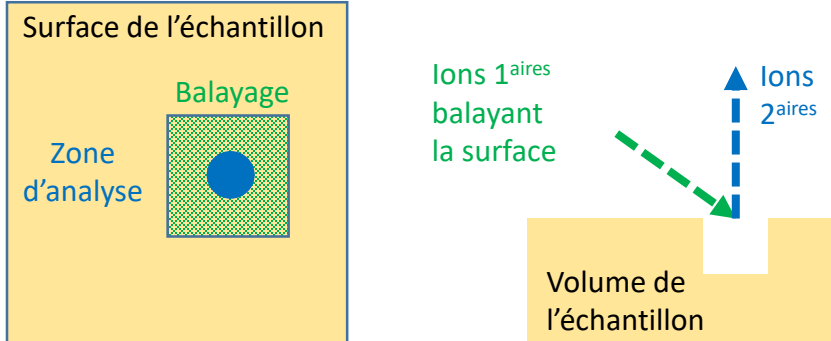
Ions 2^{aires} collectés de la zone d'analyse par FC ($> 10^6$ cps) et/ou EM ($< 10^6$ cps)

Imagerie



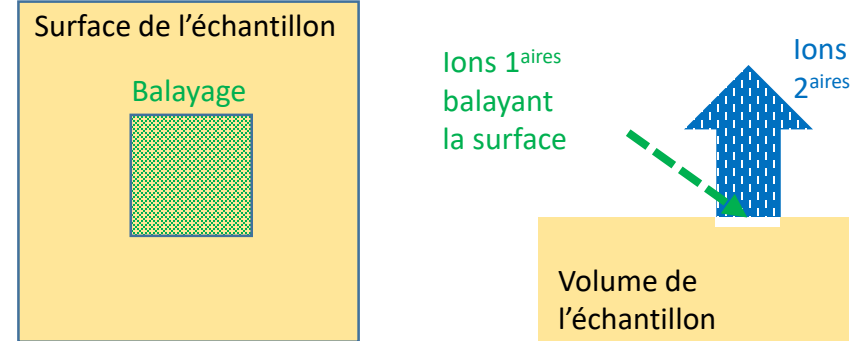
Mode de travail avec l'IMS7f

Profil

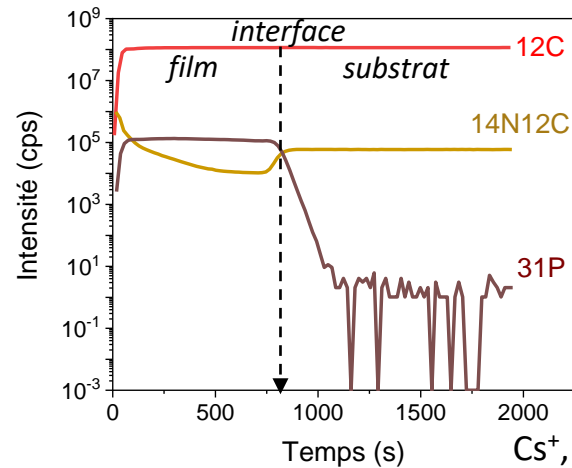


Ions 2^{aires} collectés de la zone d'analyse par FC ($> 10^6$ cps) et/ou EM ($< 10^6$ cps)

Imagerie



Ions 2^{aires} collectés sur toute la zone balayée by l'EM ($< 10^6$ cps)



Film de diamant dopé phosphore sur un substrat de diamant

Cs^+ , $2^{\text{aires}} < 0$, $150 \times 150 \mu\text{m}^2$, $\Phi 33 \mu\text{m}$, ~ 35 min

Courant 1^{aire}
60 nA 25 pA

512x512 pixels

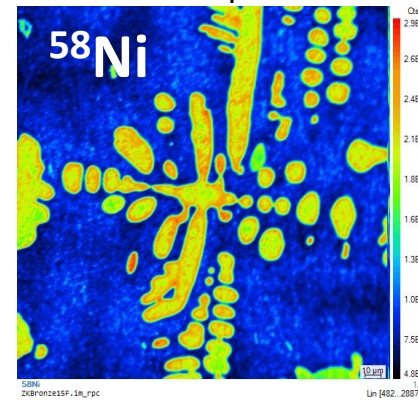


Image du Nickel dans un bronze...

... et non une libellule sur l'eau!

O_2^+ , $2^{\text{aires}} > 0$, $225 \times 225 \mu\text{m}^2$, 30 images, ~ 30 min
Mode transfert dynamique

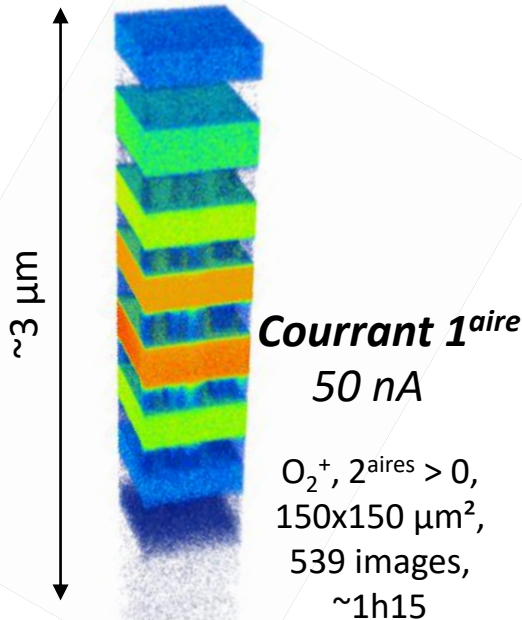
Mode d'analyse « Checker board »

Une image ionique de toute la surface balayée est enregistrée pour chaque élément en chaque point d'analyse.

A la fin de l'analyse, pour chaque élément enregistré, un ensemble d'images est obtenu à différentes profondeurs.

Intérêt

Etudier le matériau
en profondeur (z)
&
dans le plan (xy)
↓
Composition
&
morphologie
des matériaux hétérogènes



*Multicouches (ZnO:Ga/ZnO) sur substrat ZnO
avec différents niveaux de dopage Ga*

Données

Intensité maximum ajustée
pour ne pas dépasser 10^6 cps
(detection par EM)

Images de 128×128 pixels

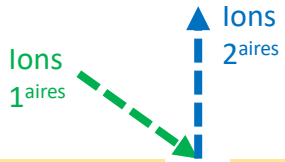
Beaucoup de possibilités de
post-traitement
(analyse retrospective des données
sur des zones sélectionnées)

Plan de l'exposé

- Context
- NanoSIMS50L versus IMS7f
- Analyse avec notre IMS7f
- Conclusions

Fond de cratère rugueux après analyse

Vue en coupe

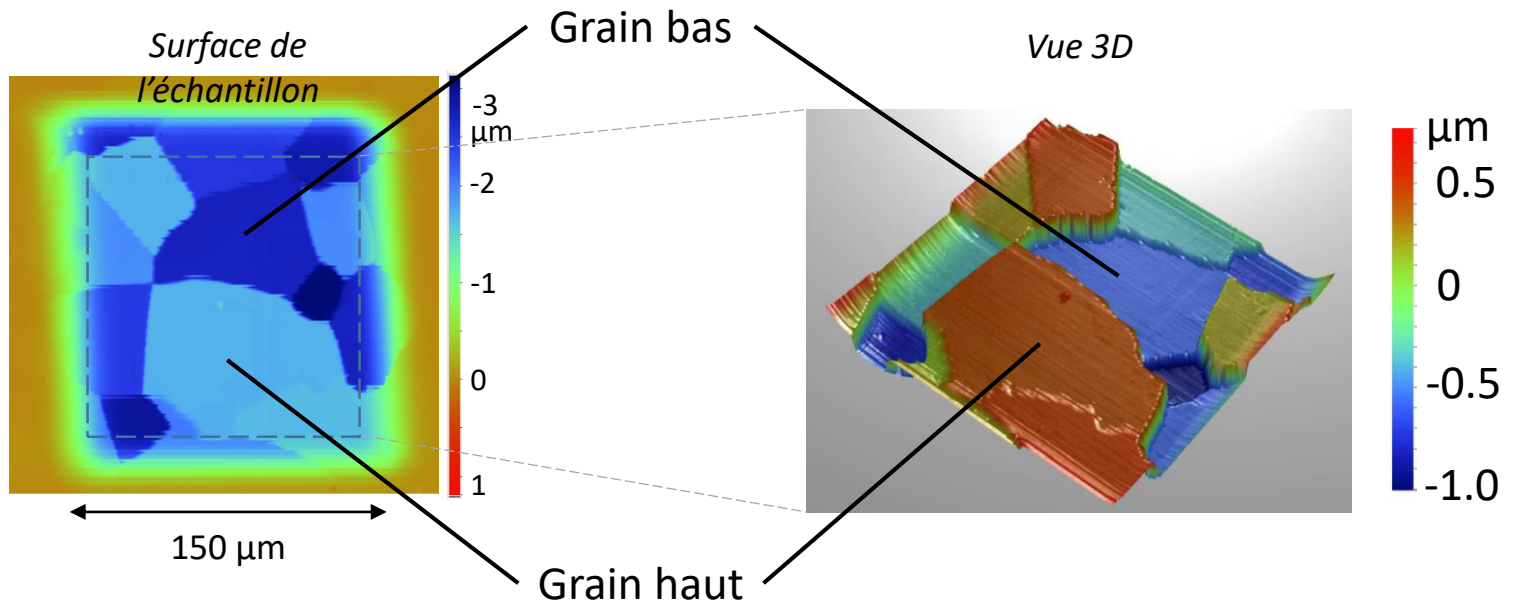


Acier polycristallin implanté en oxygène (^{16}O : 90 keV et $2.2 \times 10^{15} / \text{cm}^2$)

Cs^+ , 2^{aires} < 0, courant 1^{aire} de 40 nA, $150 \times 150 \mu\text{m}^2$

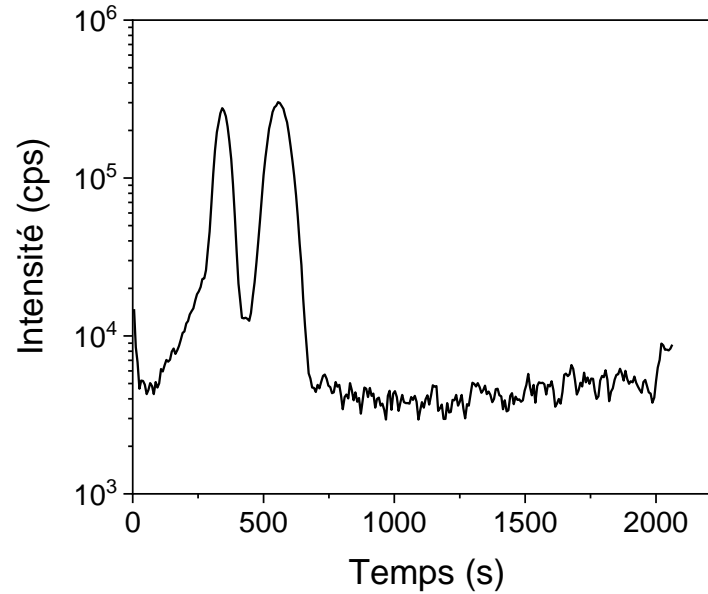
La vitesse de pulvérisation varie avec l'orientation cristalline, c'est-à-dire d'un grain à un autre.

Image physique
obtenue par
profilométrie
(Dektak8)



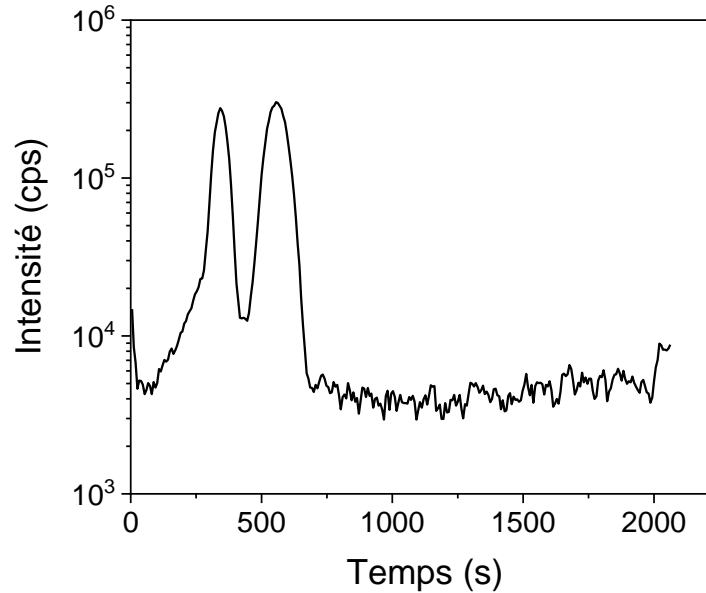
Profil « conventionel »

Acier polycristallin implanté en oxygène (^{16}O : 90 keV et $2.2 \times 10^{15} / \text{cm}^2$)



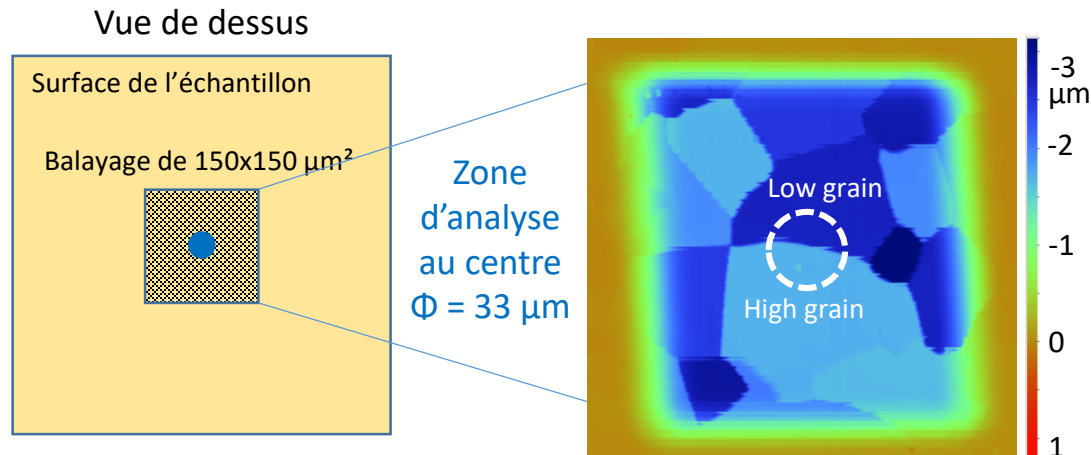
Profil « conventionnel »

Acier polycristallin implanté en oxygen (^{16}O : 90 keV et $2.2 \times 10^{15} / \text{cm}^2$)



1 pic attendu
mais
2 pics observés

Pendant la pulvérisation du cratère, seuls les ions 2^{aires} provenant de la zone d'analyse centrée sur le carré de balayage sont enregistrés.

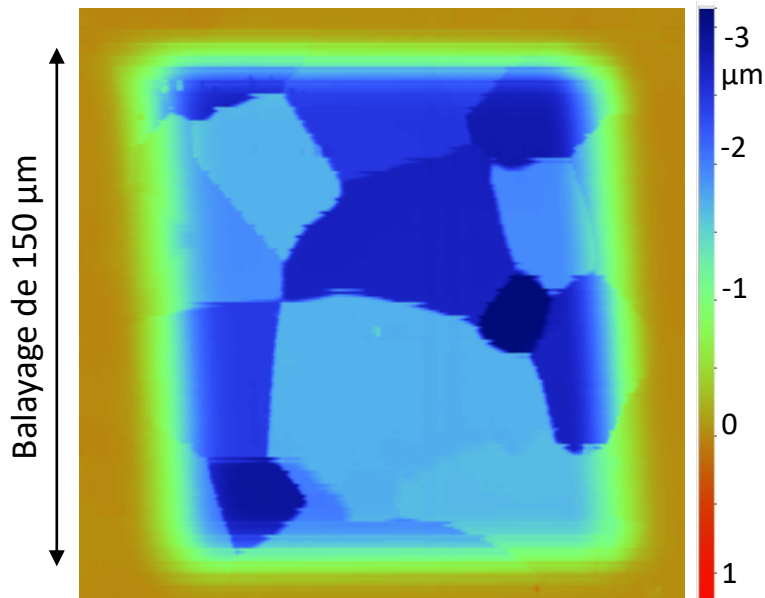


Zone d'analyse sur 2 grains différents !

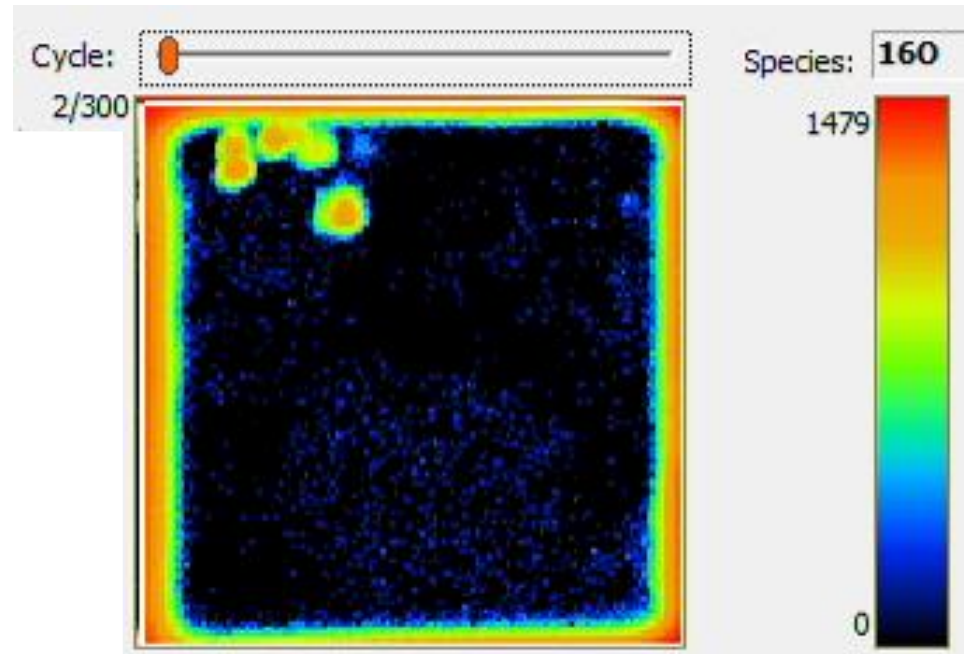
Checker board avec un ensemble de 300 images

Durée totale de l'analyse ~ 35 min

Image du cratère après analyse,
obtenue par profilométrie



Vidéo des images (128x128 pixel)



Estimation de la résolution latérale

Suffisante pour visualiser les grains
à fort courant 1^{ère} (40 nA) avec
le plus petit diaphragme de champ (100 μm)
du spectromètre de masse

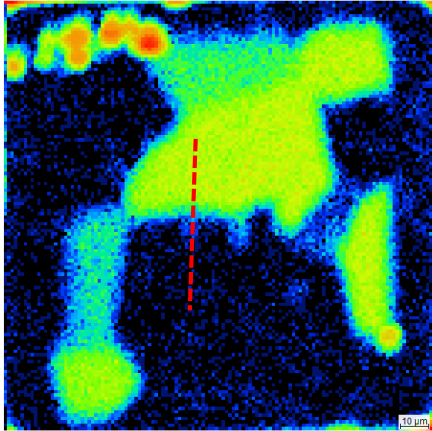


Image n° : 50

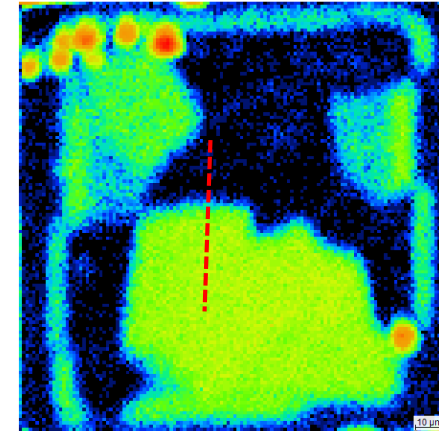
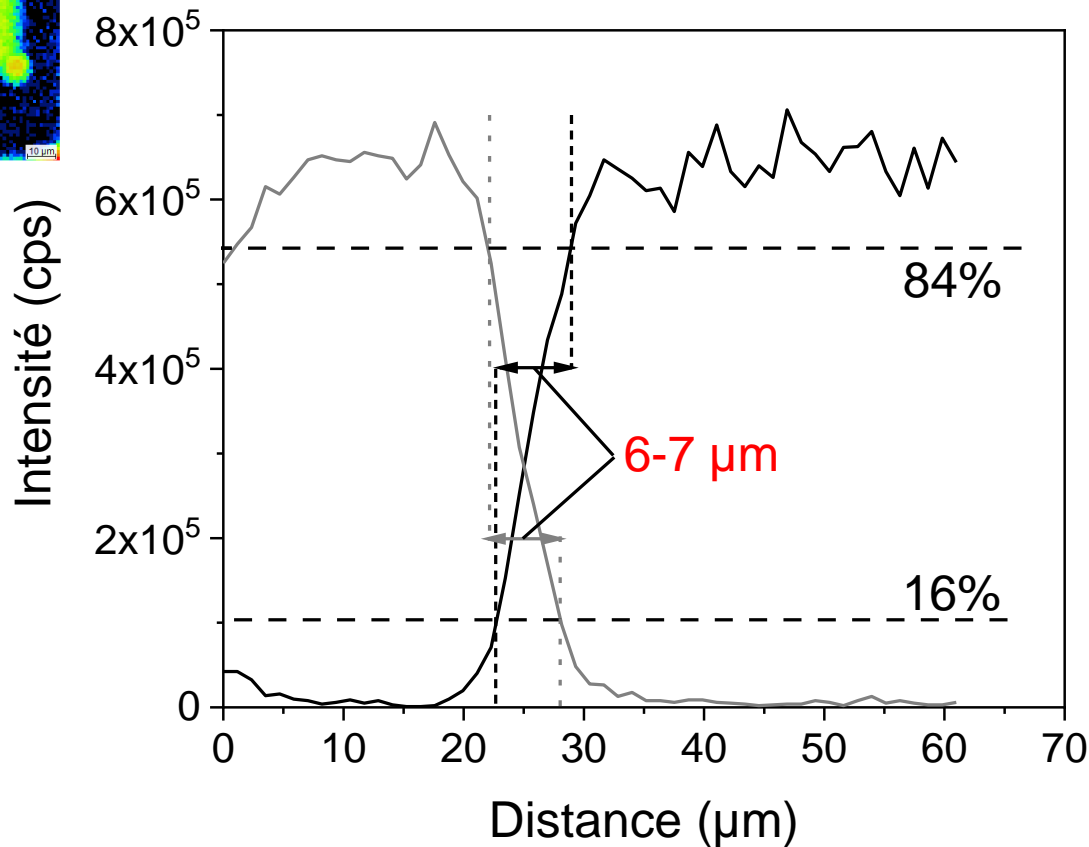
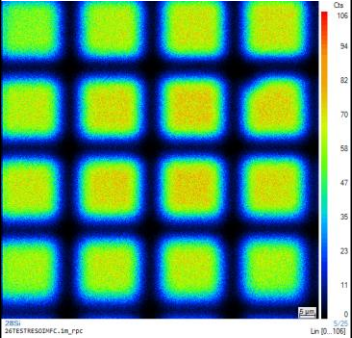


Image n° : 81



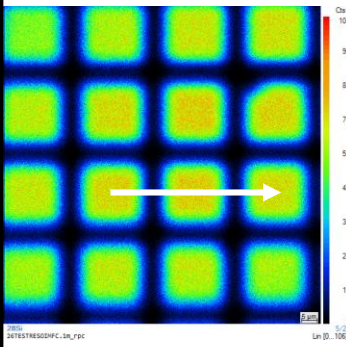
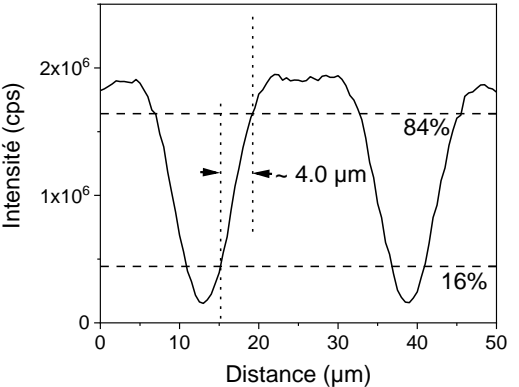
Mais quelle serait la résolution « ultime » ?

*Cs⁺, 2^{aires} < 0, 100x100 μm², diaphragme de champ à 100 μm,
diaphragme de contraste à 20 μm, bande passante en énergie à 5eV
25 plans images de 512x512 pixels, 10 s par image, ~ 0.2 μm de pas d'acquisition*

Optique de transfert	Plan image n°5	Un scan en ligne en X	Un scan en ligne en Y	Résolution latérale mesurée
<p>150 μm ↓ 8 μm <i>attendus pour la zone d'analyse</i></p>				
<p>50 μm ↓ 3 μm <i>attendus pour la zone d'analyse</i></p>				

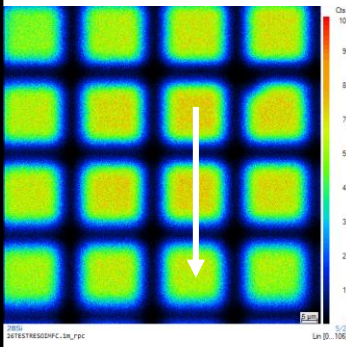
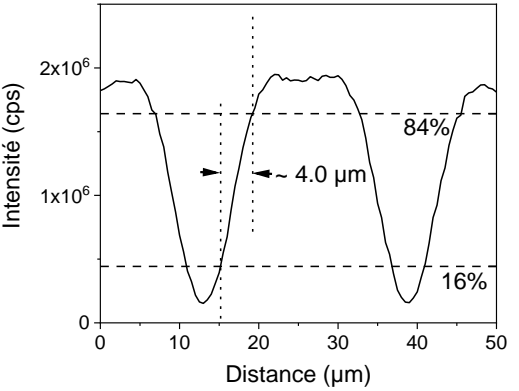
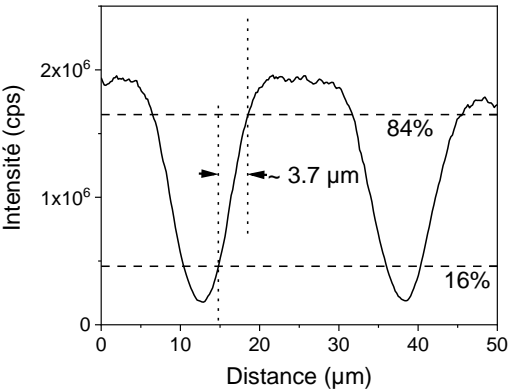
Mais quelle serait la résolution « ultime » ?

Cs^+ , 2^{aires} < 0, 100x100 μm^2 , diaphragme de champ à 100 μm ,
 diaphragme de contraste à 20 μm , bande passante en énergie à 5eV
 25 plans images de 512x512 pixels, 10 s par image, $\sim 0.2 \mu m$ de pas d'acquisition

Optique de transfert	Plan image n°5	Un scan en ligne en X	Un scan en ligne en Y	Résolution latérale mesurée
150 μm ↓ 8 μm attendus pour la zone d'analyse				
50 μm ↓ 3 μm attendus pour la zone d'analyse				

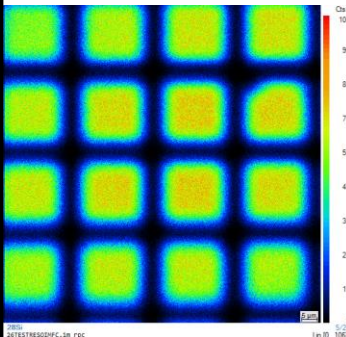
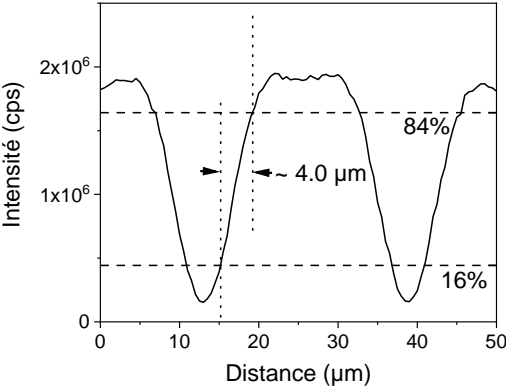
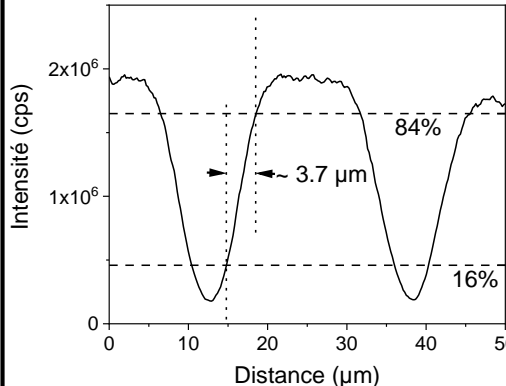
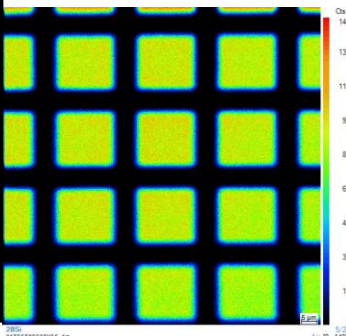
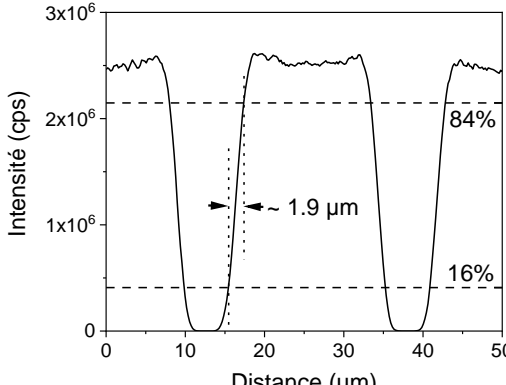
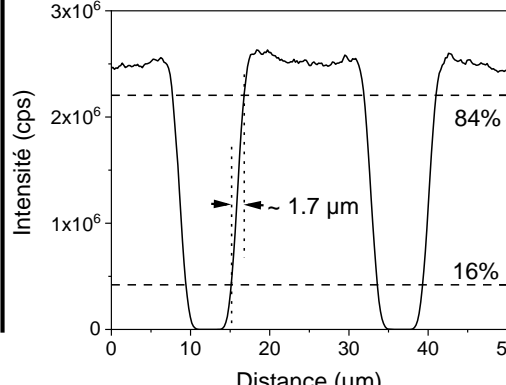
Mais quelle serait la résolution « ultime » ?

Cs^+ , $2^{aires} < 0$, $100 \times 100 \mu m^2$, diaphragme de champ à $100 \mu m$,
 diaphragme de contraste à $20 \mu m$, bande passante en énergie à $5eV$
 25 plans images de 512×512 pixels, 10 s par image, $\sim 0.2 \mu m$ de pas d'acquisition

Optique de transfert	Plan image n°5	Un scan en ligne en X	Un scan en ligne en Y	Résolution latérale mesurée
<p>150 μm ↓ 8 μm attendus pour la zone d'analyse</p>				<p>$\sim 4 \mu m$</p>
<p>50 μm ↓ 3 μm attendus pour la zone d'analyse</p>				

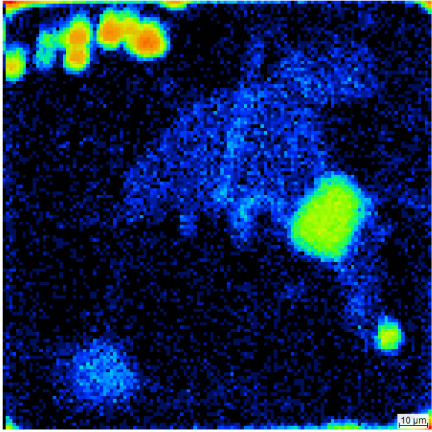
Mais quelle serait la résolution « ultime » ?

Cs^+ , $2^{aires} < 0$, $100 \times 100 \mu m^2$, diaphragme de champ à $100 \mu m$,
 diaphragme de contraste à $20 \mu m$, bande passante en énergie à $5eV$
 25 plans images de 512×512 pixels, 10 s par image, $\sim 0.2 \mu m$ de pas d'acquisition

Optique de transfert	Plan image n°5	Un scan en ligne en X	Un scan en ligne en Y	Résolution latérale mesurée
<p>150 μm ↓ 8 μm attendus pour la zone d'analyse</p>				<p>~ 4 μm</p>
<p>50 μm ↓ 3 μm attendus pour la zone d'analyse</p>				<p>~ 2 μm</p>

Post-traitement : zone d'analyse de Φ 12 μm

Image n° : 42



Balayage de 150 μm

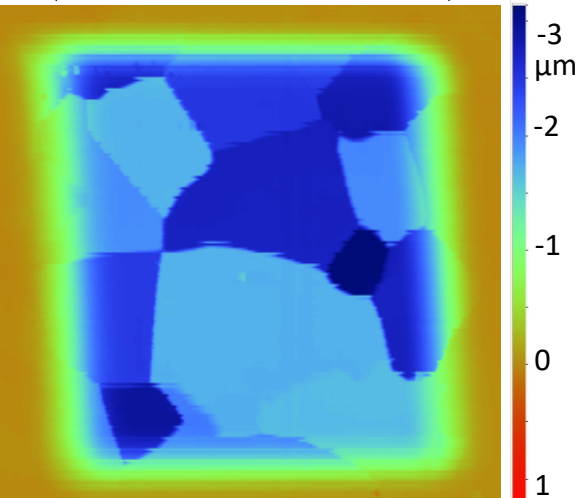
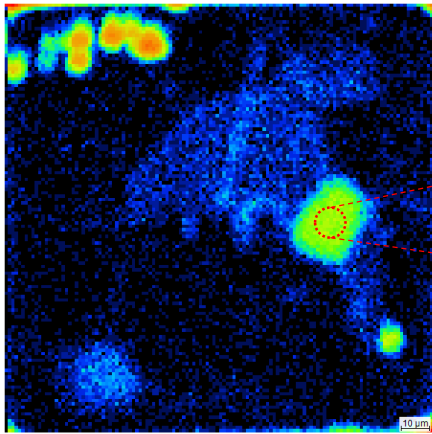


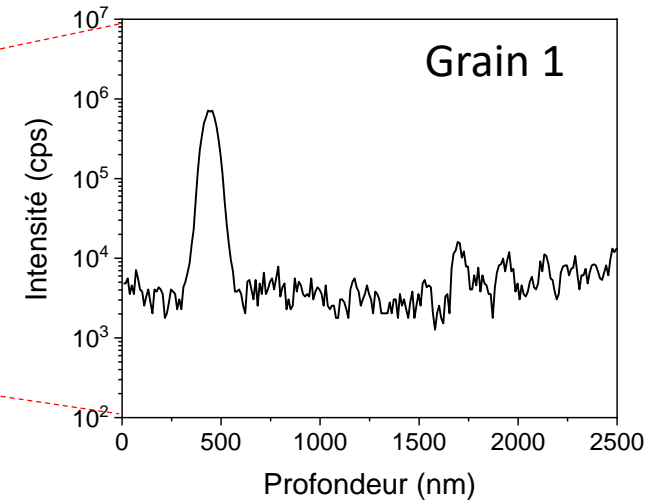
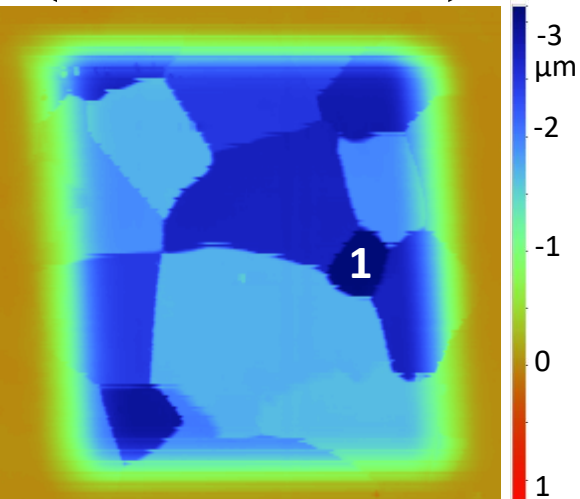
Image du cratère après analyse,
obtenue par profilométrie

Post-traitement : zone d'analyse de Φ 12 μm

Image n° : 42

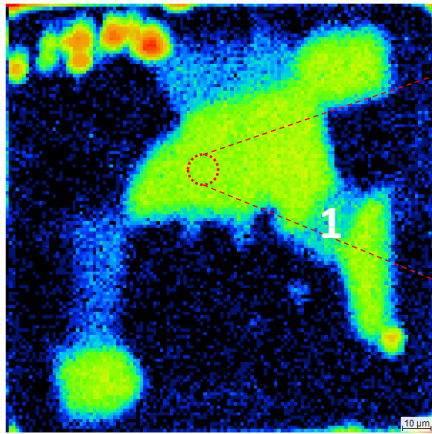


Balayage de 150 μm

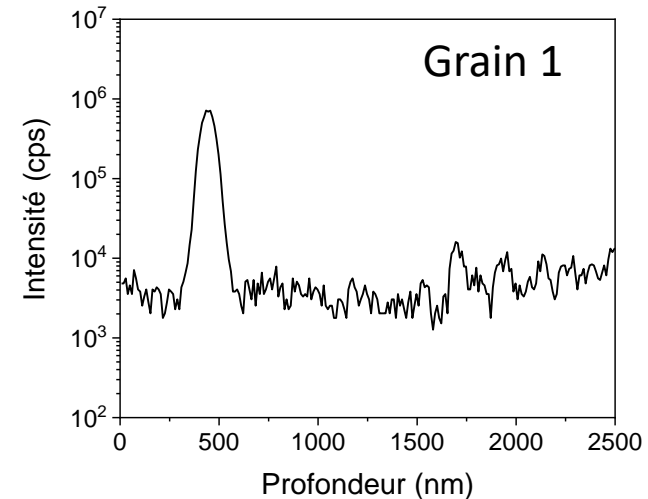
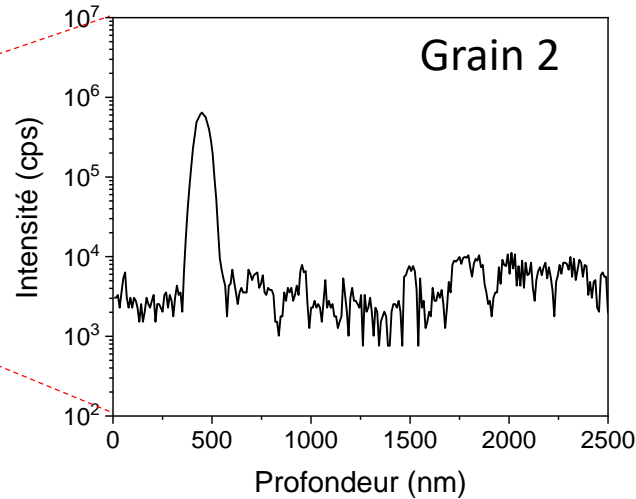
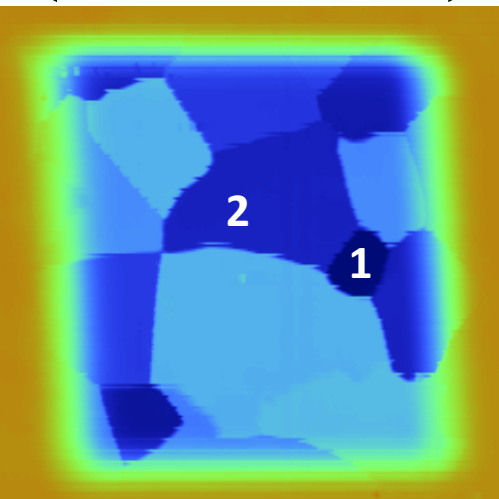


Post-traitement : zone d'analyse de Φ 12 μm

Image n° : 48

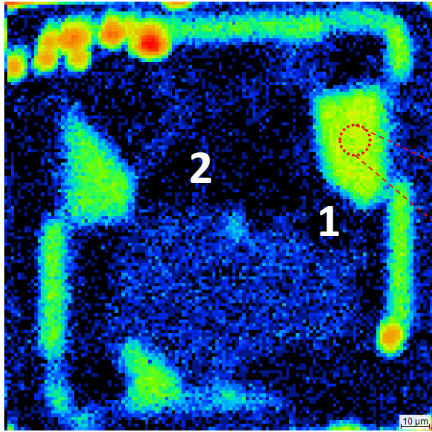


Balayage de 150 μm

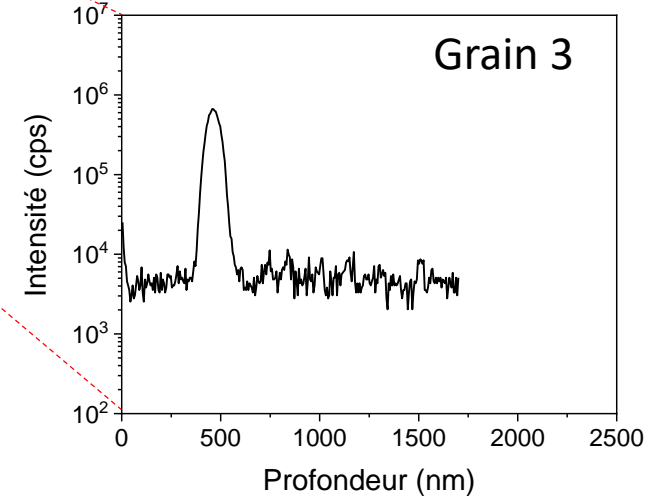
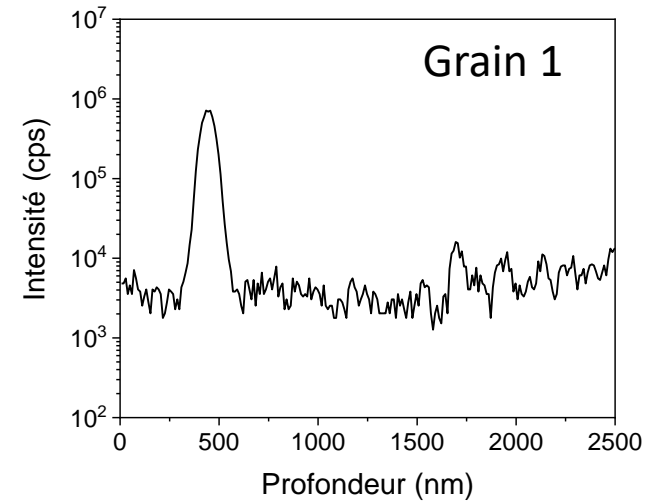
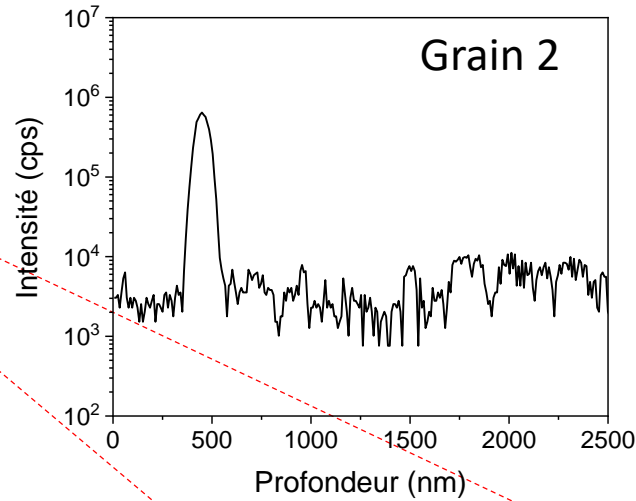
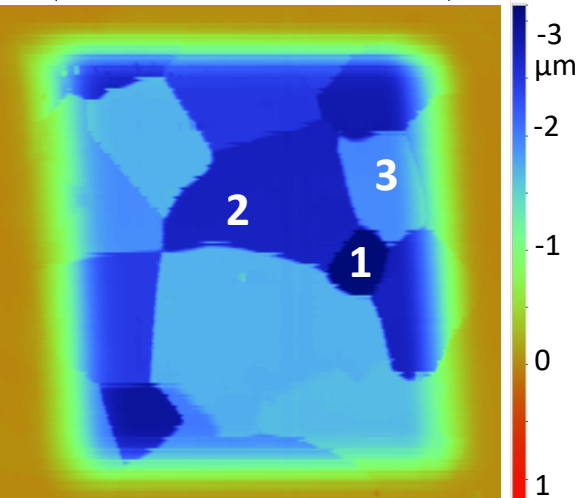


Post-traitement : zone d'analyse de Φ 12 μm

Image n° : 68

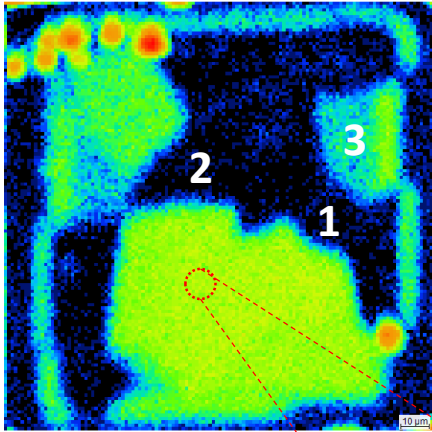


Balayage de 150 μm

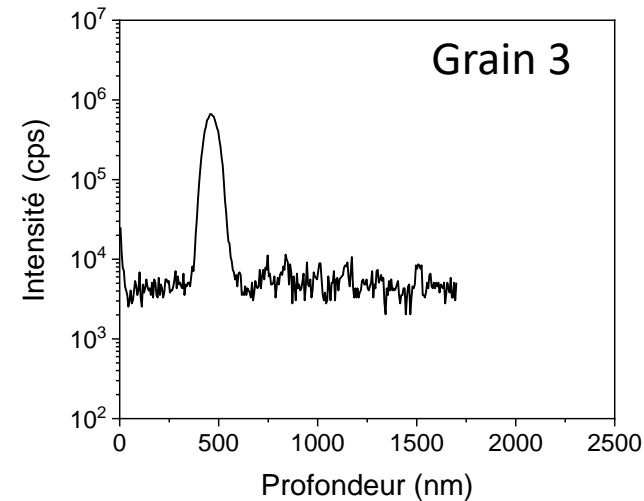
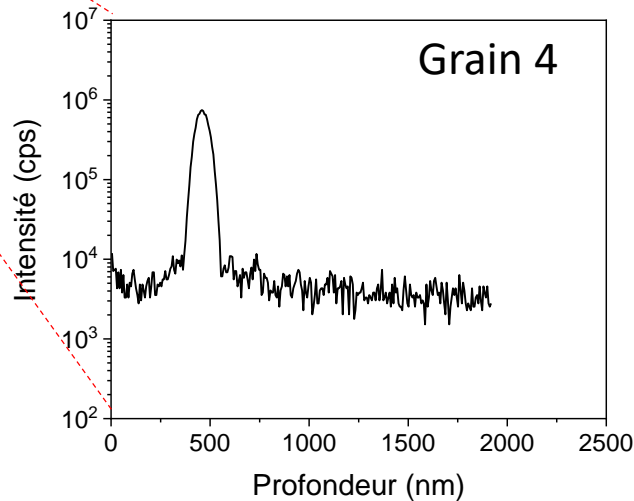
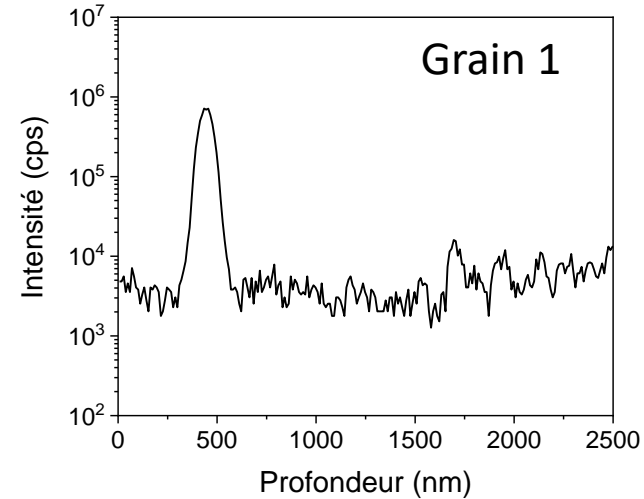
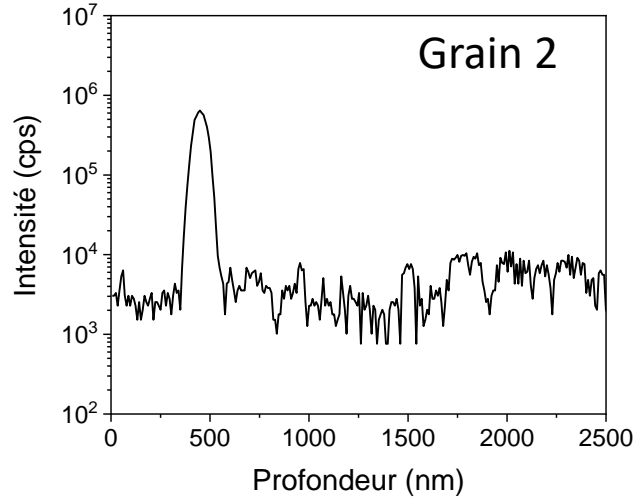
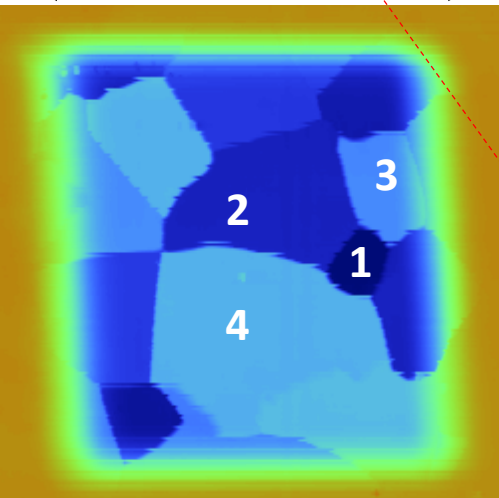


Post-traitement : zone d'analyse de Φ 12 μm

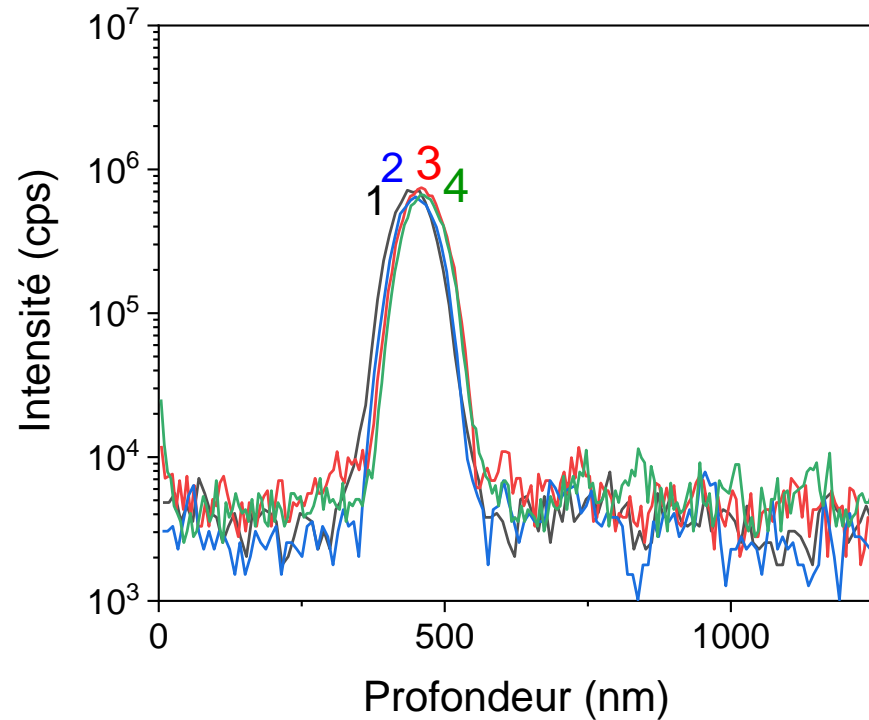
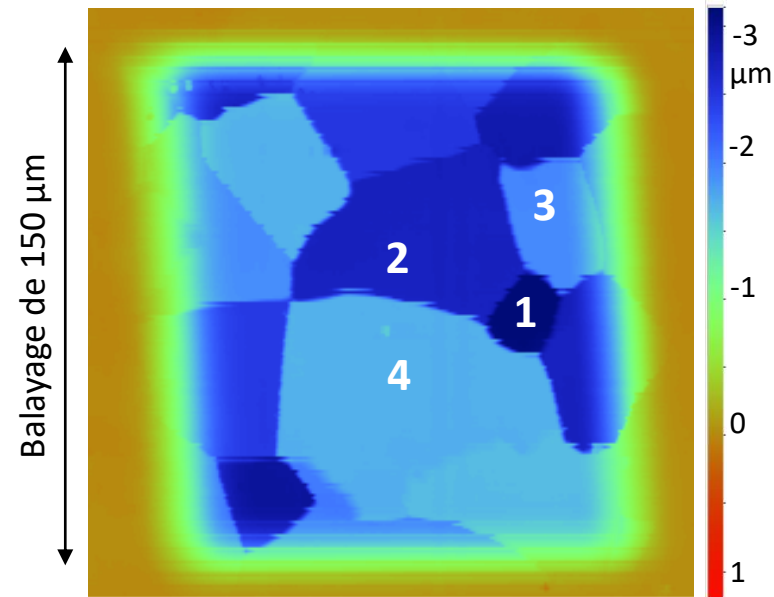
Image n° : 81



Balayage de 150 μm



Superposition des pics



Grâce à l'étude de cet échantillon de référence, il est maintenant possible de quantifier la concentration d'oxygène dans des échantillons d'acier ODS traités (e.g. après traitement thermique).

Conclusions

Acier polycristallin implanté oxygène

- référence pour les prochains échantillons d'acier traité
- grains de grande taille (>5-10 μm)

IMS7f → mode checker board essentiel

- sensibilité adéquate pour l'analyse de ^{16}O
- ensemble important de données pour la post-analyse

Combiné avec d'autres techniques d'analyse, cette méthode participe à la compréhension des propriétés physiques et mécaniques des aciers.

Chenwei HE est maintenant docteur en Physique des matériaux.

“Experimental study of the interaction of vacancy defects with Y, O and Ti solutes to better understand their roles in the nanoparticles formation in ODS steels”