



Universidad de Valladolid



**ESCUELA DE INGENIERÍAS
INDUSTRIALES**

UNIVERSIDAD DE VALLADOLID

ESCUELA DE INGENIERIAS INDUSTRIALES

Grado en Ingeniería de Organización Industrial

CONCEPCION PORTA MUESTRAS DE JANNUS

Autor:

PALOMO ALVAREZ, Violeta

Responsable de Intercambio en la Uva : Blanca Giménez Olavarría

Valladolid, Marzo 2018

TFG REALIZADO EN PROGRAMA DE INTERCAMBIO

TÍTULO: CONCEPTION PORTE ECHANTILLON JANNUS
ALUMNO: Violeta Palomo Álvarez
FECHA: 21/06/2017
CENTRO: Centro ENSAM de Paris
TUTOR: Drouin Bernard

RESUMEN

El proyecto se trata de un porta muestras (lugar habilitado a depositar muestras de materiales para someterlos a diferentes pruebas y/o estudios) partiendo de un modelo previo , realizado por otros ingenieros del equipo.

Este muestrario permite irradiar iones para después analizar los efectos de la irradiación en el Sincrotrón(máquina de rayos X), la muestra que se va a irradiar debe estar a temperatura de 500 ° C y al vacío.

El modelo está sometido a varias restricciones para ser compatible con la máquina de rayos X y con los instrumentos de análisis.

El trabajo realizado durante este proyecto ha consistido en realizar diferentes pruebas y analizar los resultados para optimizar el modelo.

PALABRAS CLAVE

Jannus, porta muestras, irradiación, Sincrotrón , Rayos X

-PJE 09-

CONCEPTION PORTE ECHANTILLON JANNUS

PALOMO, Violeta
Juin 2017
PA-13

Contenu

1.INTRODUCCION	7
1.1. Le CEA	7
1.2 Projet JANNuS : << Joint Accelerators for Nano-science and Nuclear Simulation>>	8
1.2.1. Jumelage d'accélérateurs	8
1.2.2. JANNuS pour les nanosciences	9
1.2.3. JANNuS dans le nucléaire	9
1.2.4. Simulation	9
2. PORTE-ECHANTILLON	10
2.1 Cahier de Charges	10
2.2 Études précédents	12
2.3 Calcul thermique	13
2.3.1 Solution retenu	14
2.4 Essais pratiques	15
2.4.1 Vibration de la poudre avec actuateur piézoélectrique	15
2.4.2 Vibration de la poudre avec un haut-parleur	18
2.4.3 Agitation de la poudre par un champ électrique	19
2.4.4 Agitation de la poudre par un flux d'air	20
2.4.5 Conclusion des essais précédents	20
2.5 Simulation SRIM	21
2.5.1 Conclusion	21
2.6 Calculs des angles pour l'analyse par rayon x	22
2.7 Design final	23
2.7.1 Prototype	23
3.CONCLUSION	25
4.BIBLIOGRAPHIE	26

Liste des TABLEAUX

Tableau 1: Description des fonctions.....	11
Tableau 2: Tableau fonctionnel du PE JANNUS	12
Tableau 3: Caractéristiques de l'actuateur.....	15
Tableau 4 : Dimensions de poutres en acier.....	16

Liste des FIGURES

Figure 1: Localisation des différents centres CEA en France.....	7
Figure 2: Diagramme de Pieuvre	10
Figure 3: Schéma de principe de la première conception	12
Figure 4: Fenêtre de Si_3N_4	13
Figure 5: Vue en coupe du PE JANNUS montrant l'emplacement des joints.....	14
Figure 6: Résultat du gradient de température du PE JANNUS (maillage fin, Celsius)	14
Figure 7: Actuateur piézo-électrique	15
Figure 8: Mise en place de l'essai de vérification	16
Figure 9: Signal fourni par le capteur.....	17
Figure 10: Schéma de principe de l'essai	17
Figure 11: Schéma de principe.....	18
Figure 12: Mise en place	18
Figure 13: Mise en place	18
Figure 14: Schéma de principe.....	18
Figure 15: Mise en place	19
Figure 16: Mise en place de l'essai.....	19
Figure 17: Schéma de principe du montage Figure 18: Montage	20
Figure 19: Représentation des angles d'incidence et sortie	22
Figure 20: Fenêtres sur l'échantillon Figure 21: Fenêtres retournées.....	23
Figure 22: Prototype PE	23
Figure 23: Vue de coupe du PE.....	24

1.INTRODUCCION

1.1. Le CEA

Le Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives (CEA) est un organisme public de recherche à caractère scientifique, technique et industriel (EPIC).

Le CEA a été créé par le général de Gaulle en 1945 et c'est grâce à ça que la France est devenue la première à fonder un organisme civil pour présider au développement de l'ensemble du domaine révolutionnaire des applications de la fission du noyau de l'atome d'uranium.

Dans l'actualité, le CEA c'est l'acteur majeur de la recherche, du développement et de l'innovation, et intervient dans quatre domaines : la défense et la sécurité, les énergies nucléaire et renouvelables, la recherche technologique pour l'industrie et la recherche fondamentale (sciences de la matière et sciences de la vie).

S'appuyant sur une capacité d'expertise reconnue, le CEA participe à la mise en place de projets de collaboration avec de nombreux partenaires académiques et industriels.

Actuellement le CEA se trouve dans 10 centres partout la France :

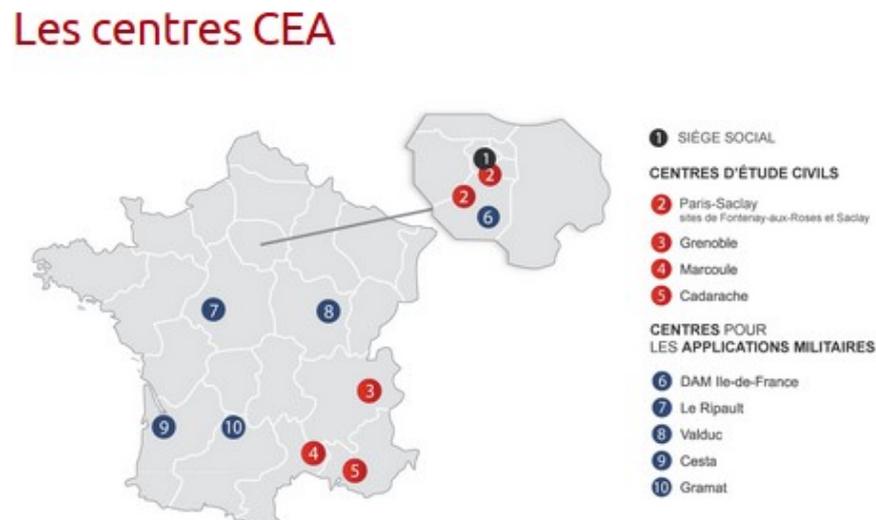


Figure 1: Localisation des différents centres CEA en France

On va s'intéresser par le centre CEA SACLAY , localisée dans la région Ile-de-France car le sujet dont on va aborder se développe là-bas.

Le centre CEA de Saclay est **un des 10 centres de recherche** du CEA. Il constitue un centre de recherche et d'innovations de premier plan au niveau européen. Plus de 7000 personnes y travaillent. Il joue un rôle majeur dans le développement économique régional. Pluridisciplinaire, il exerce ses activités dans des domaines tels que l'énergie nucléaire, les sciences du vivant, les sciences de la matière, le climat et l'environnement, la recherche technologique et l'enseignement.

Aussi il fait partie de la communauté d'universités et d'établissements "Université Paris-Saclay" qui fait environ un 15% de la recherche.

1.2 Projet JANNuS : << Joint Accelerators for Nano-science and Nuclear Simulation >>

L'objectif de ce projet c'est de simuler expérimentalement le vieillissement de matériaux en réacteur nucléaire par un bombardement d'ions lourds et d'ions légers.

Ce projet permet d'étudier la tenue et le comportement des matériaux utilisés dans les réacteurs nucléaires utilisés.

On étudie expérimentalement l'endommagement de la matière, et pour ça on bombarde cela avec neutrons car l'irradiation neutronique modifie l'architecture atomique des matériaux utilisés et aussi il peut arriver une évolution dans leur structure et composition chimique.

Tout ça c'est influent sur le comportement mécanique, la conduction thermique et des autres propriétés des matériaux.

Le projet JANNuS présente deux avantages à l'heure d'étudier ces phénomènes:

-Les différents faisceaux d'ions utilisés reproduisent le bombardement des neutrons sans rendre radioactifs les échantillons étudiés.

- Les faisceaux reproduisent en un temps très court, de l'ordre d'un jour, le dommage supporté pendant plusieurs années en réacteur.

La plateforme JANNuS permet d'irradier des matériaux par des flux de particules chargées. Ses principales applications sont dans le domaine des nanosciences et pour le développement de matériaux pour le nucléaire.

Elle réunit des chercheurs autour d'équipements de pointe répartis sur deux ensembles expérimentaux :

- L'un à Orsay au Centre de spectrométrie nucléaire et de spectrométrie de masse, unité mixte de recherche CNRS et Université Paris-Sud ;
- L'autre sur le centre CEA de Saclay au Département des matériaux pour le nucléaire

La plateforme JANNuS permet au CEA, au CNRS et à l'Université Paris-Sud de disposer aujourd'hui d'un équipement sans équivalent en Europe. Il rassemble une vingtaine de chercheurs permanents et est ouvert à la communauté scientifique internationale, ainsi qu'aux industriels.

1.2.1. Jumelage d'accélérateurs

Le couplage de différents accélérateurs permet de « co-irradier » par 2, voire 3 faisceaux différents, un même matériau. De plus, à Orsay, un microscope électronique permet d'observer en temps réel les modifications induites par les irradiations. Ces caractéristiques font de JANNuS une plateforme unique en Europe.

La concentration de plusieurs faisceaux d'ions sur une même cible expérimentale permet de simuler différents types d'endommagement, en un temps très court. L'évolution de la structure de la matière, de sa composition chimique, et de ses propriétés physiques peut ainsi être étudiée en fonction des conditions d'irradiation.

1.2.2. JANNuS pour les nanosciences

Les équipements de JANNuS permettent de modifier de façon contrôlée des matériaux d'intérêt technologique par implantation/irradiation.

En implantant des ions de nature différente dans un matériau, on a la possibilité de synthétiser des matériaux hors équilibre, ce qui est impossible à réaliser par voie chimique. La structure intime de ces matériaux est alors modifiée, et le système peut présenter des propriétés physiques, thermiques, mécaniques, électriques, magnétiques ou optiques nouvelles, intéressantes tant sur le plan fondamental que sur le plan appliqué. JANNuS contribue ainsi au développement de nouveaux composants en microélectronique, en optoélectronique, et pour les technologies nanométriques.

1.2.3. JANNuS dans le nucléaire

JANNuS permet d'étudier le comportement et la tenue sous irradiation des matériaux utilisés dans les réacteurs nucléaires, en reproduisant expérimentalement l'endommagement de la matière sous l'effet d'un bombardement neutronique.

Dans un réacteur nucléaire, les matériaux utilisés sont fortement sollicités ; l'irradiation neutronique modifie leur architecture atomique et peut faire évoluer leur structure et leur composition chimique. Cela influe sur le comportement mécanique, la conduction thermique, la résistance à la corrosion... des matériaux, et donc sur leur tenue dans le temps.

JANNuS présente un double avantage pour étudier ces phénomènes : les différents faisceaux d'ions utilisés reproduisent le bombardement des neutrons sans rendre radioactifs les échantillons étudiés ; ces faisceaux reproduisent en un temps très court, de l'ordre d'un jour, le dommage subi pendant plusieurs années en réacteur.

1.2.4. Simulation

L'instrumentation de la plateforme permet aux chercheurs de simuler expérimentalement le comportement d'un matériau sous irradiation neutronique.

Pour les matériaux du nucléaire, les résultats acquis sur JANNuS sont analysés en fonction des conditions d'irradiation, en couplage étroit avec la simulation numérique et les développements théoriques. Une fois le lien entre conditions d'irradiation et évolution microstructurale établi, la transposition à l'irradiation neutronique, dont les effets ne peuvent être mesurés que par des expériences plus lourdes menées en réacteur, devient possible et la prédiction du comportement des matériaux à très long terme en est améliorée *via* le lien microstructure/comportement.

2. PORTE-ECHANTILLON

2.1 Cahier de Charges

L'environnement du PE commun pour l'irradiation aux ions est fait à température ambiante et à 500°C d'échantillons solides massifs et de poudres nanométriques libre.

Le système d'analyse pour des échantillons solides massifs existant déjà, l'étude porte donc sur un PE qui permettrait d'irradier des échantillons de poudre nanométrique libre puis de les analyser sans ajouter d'autre manipulation que la fixation du PE sur les différents postes. Ces poudres doivent être agitées pendant l'irradiation pour que tout le volume soit irradié.

Grace à l'étude fait par Maxime QUEMENER pendant son stage on peut reprendre son cahier des charges, à voir ci dessous:

[Y:\Data_catia\PE_JANNUS_JONQUERES\RT_DO_BCCR_PE_JANNUS]

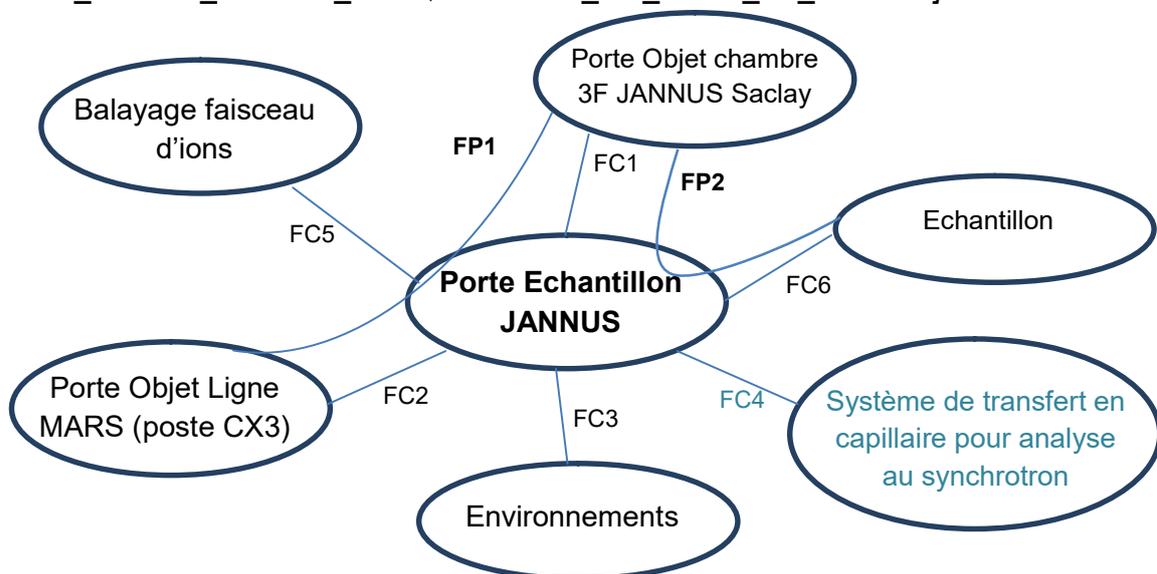


Figure 2: Diagramme de Pieuvre

Fonctions principales	
FP 1	Adapter le PE pour être monté dans la chambre 3F de JANNUS Saclay et sur le poste d'analyse CX3 de la ligne MARS du synchrotron Soleil
FP 2	Irradier l'échantillon
Fonctions contraintes	
FC 1	Limiter l'épaisseur maximale du PE (dans la chambre JANNUS) à partir du plan supérieur de la pièce d'interface qui ne doit pas être supérieure à 10 mm.
FC 2	Permettre une analyse sur le poste CX3 de la ligne MARS en transmission et en réflexion (micro faisceau). Une face de l'échantillon irradié doit être dans le plan d'une des faces du PE

FC 3	S'adapter à l'environnement (échantillon en pression – température)
FC 4	Pouvoir transférer la poudre irradiée, si nécessaire, dans un capillaire pour analyse au rayonnement synchrotron.
FC 5	Respecter les dimensions du faisceau d'ions de la chambre 3F de JANNUS Saclay qui balaye une surface de 2 x 2 cm de coté
FC 6	Avoir un volume de poudre irradié de manière homogène suffisant

Tableau 1: Description des fonctions

Aussi on a repris le tableau fonctionnel du PE JANNUS

Cet outil permet de caractériser les fonctions selon leurs critères, niveaux et flexibilité (Avec le coefficient d'importance K (1 : souhaitable, 2 : important, 3 : incontournable))

Fonctions	Critères	Niveau	Flexibilité	Coefficient d'importance
FP1 : Adapter le PE pour être monté dans la chambre 3F de JANNUS Saclay et sur la ligne MARS du synchrotron Soleil	Dimension du PE pour sa fixation sur les portes objets	Taille des chambres	0	3
FP2 : Irradier l'échantillon (poudre nanométrique libre)			0	3
FC1 : Limiter l'épaisseur maximale du PE (dans la chambre JANNUS) à partir du plan supérieur de la pièce d'interface qui ne doit pas être supérieure à 10 mm.	Hauteur entre la platine de fixation et la face supérieure	$h \leq 10 \text{ mm}$	2	2
FC2 : Permettre une analyse sur le poste CX3 de la ligne MARS en transmission et en réflexion (micro faisceau). Une face de l'échantillon irradié doit être dans le plan d'une des faces du PE			0	3
FC3 : S'adapter à l'environnement (échantillon en pression – température)	Environnement (chambre sous vide, irradiation) Matériau	Cuivre (meilleur conductivité)	0	2
FC4 : Pouvoir transférer la poudre irradiée, si nécessaire, dans un capillaire pour analyse au rayonnement synchrotron.		Aucun	1	1

FC5 : Respecter les dimensions du faisceau d'ions de la chambre 3F de JANNUS Saclay qui balaye une surface de 2 x 2 cm de coté	Surface d'échantillon	$S \leq 2 \times 2 \text{ cm}$	2	2
FC6 : Avoir un volume de poudre irradié de manière homogène suffisant	Agitation (vibration de la poudre)	Fréquence à définir	1	2

Tableau 2: Tableau fonctionnel du PE JANNUS

D'après un étude fait par la stagiaire Léna HACLIN la **FC4 a été abandonné**

En plus des fonctions présentées ci-dessus s'ajoutent des contraintes liées à l'irradiation aux ions et à l'analyse par absorption des rayons X.

Le porte-échantillon devait être conçu pour l'irradiation avec des ions de faible énergie (typiquement des ions Fer de 3 MeV) pour irradier une poudre de pyrochlore $\text{Y}_2\text{T}_2\text{O}_7$.

Contraintes :

- L'irradiation se fait dans une chambre sous vide, il faut donc confiner les poudres.
- L'irradiation de l'échantillon se fait à température ambiante et à 500°C.
- Les paramètres d'irradiation (ions Fe 3MeV) choisi impliquent que:
 - Les faisceaux d'ions ne pénètrent pas dans la matière sur plus de quelques micromètres.

Pour l'analyse par absorption des rayons X, notamment au seuil $\text{K}\alpha$ de l'Y ($E_0 = 17,038 \text{ keV}$) on a besoin d'une épaisseur de poudre minimum d'environ 25 μm .

2.2 Études précédents

La première conception (cf. 1_RT_DO_BCCR_PE_JANNUS(Maxime)) prévoyait de contenir la poudre entre deux fenêtres de Nitrure de Silicium (Si_3N_4) espacées par une feuille d'aluminium de 3 μm d'épaisseur. Le tout était contenu dans une enceinte en acier dont l'étanchéité au vide est réalisée par des joints toriques (Figure 3)

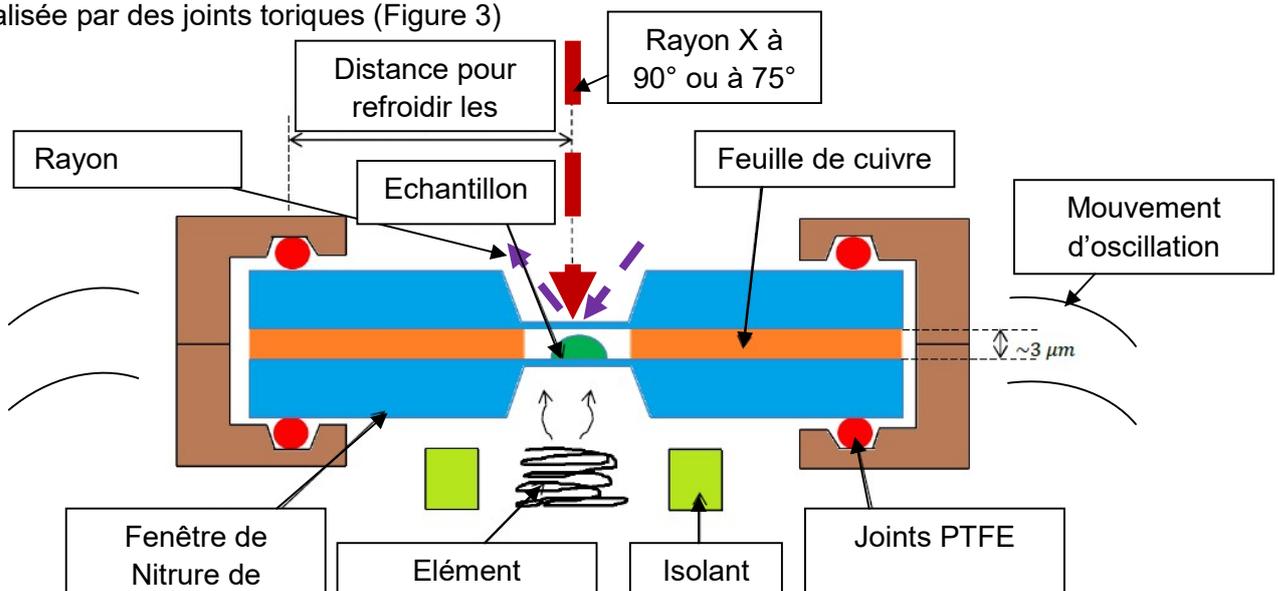


Figure 3: Schéma de principe de la première conception

Les fenêtres de Nitrure de Silicium (Si_3N_4) permettent de laisser passer les ions et les rayons X. Elles sont élaborées à partir d'un wafer de Silicium sur lequel est déposé le Nitrure de Silicium. L'épaisseur final de la fenêtre est obtenue par attaque chimique jusqu'à atteindre une membrane extrêmement fine de 100 nm d'épaisseur (Figure 4; **Error! No se encuentra el origen de la referencia.**).

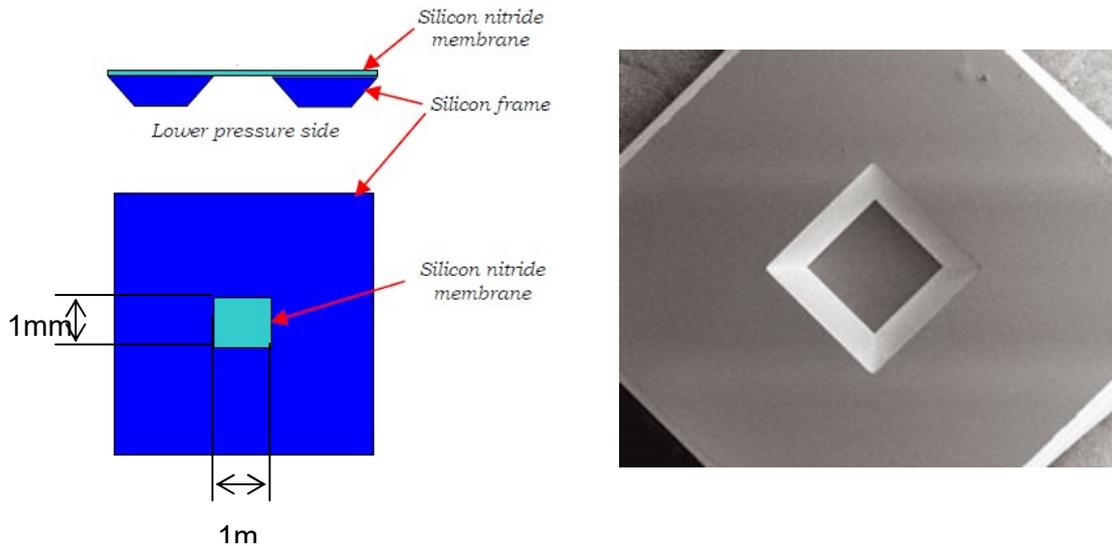


Figure 4: Fenêtre de Si_3N_4

Selon quelques valeurs fournis par le fabricant des fenêtres, Silson on a choisi une membrane de dimension de 1mm x 1mm avec une épaisseur de 100 nm pour que la membrane puisse résister un différentiel de pression de 2 bar en ayant une surface maximum d'irradiation.

Le volume de poudre est donc déterminé par la surface de la membrane ainsi que par l'épaisseur minimum de poudre nécessaire pour l'analyse par absorption des rayons X. Le volume de poudre est donc d'environ 1mm x 1mm x 25 μm .

2.3 Calcul thermique

Le calcul thermique doit montrer que les joints résistent bien à la chaleur en fonction de leur plage de fonctionnement. Trois joints sont disposés dans la conception. Ils assurent l'étanchéité du système et empêche la poudre de se répandre. Ce calcul thermique a été réalisé à l'aide du logiciel élément fini, Cast3M. (Figure 5)

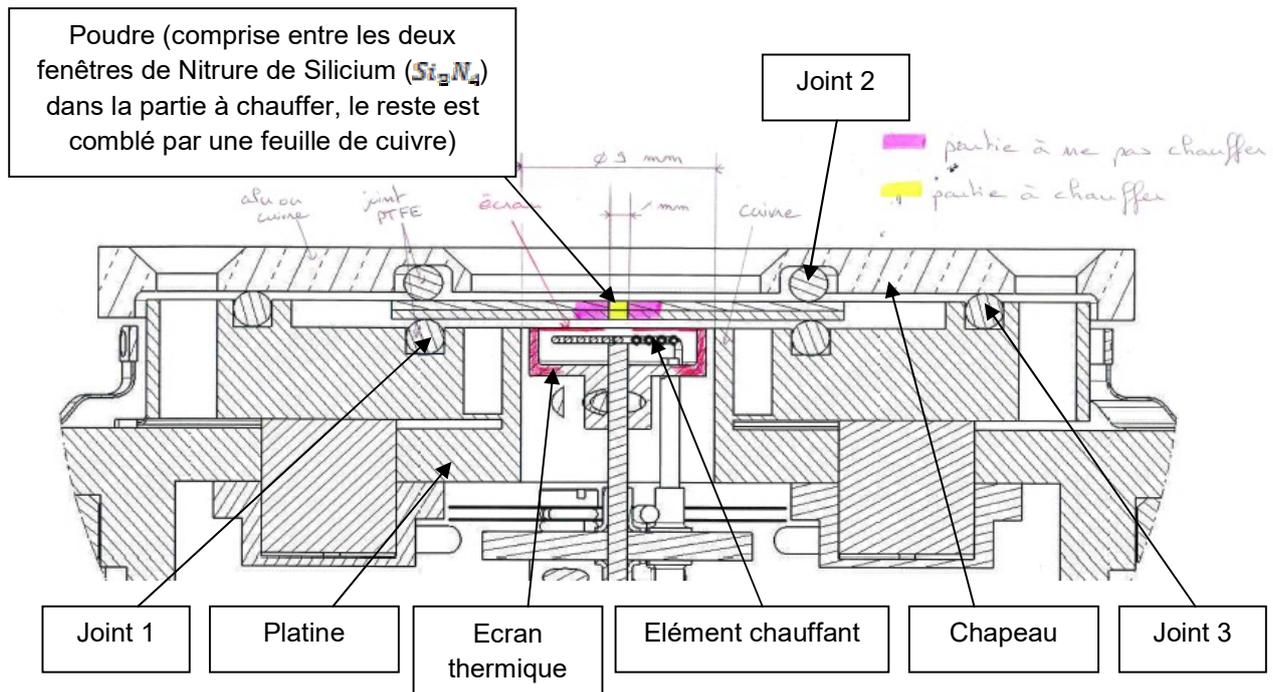


Figure 5: Vue en coupe du PE JANNUS montrant l'emplacement des joints

2.3.1 Solution retenu

D'après quelques essais on a retenu le suivante gradient de température, obtenu à l'aide du maillage (cf figure 6). Les conditions aux limites se retrouvent bien dans l'échelle avec la température de l'azote liquide et la température de l'élément chauffant qui est à 1000°C pour obtenir une température de la poudre d'environ 500°C.

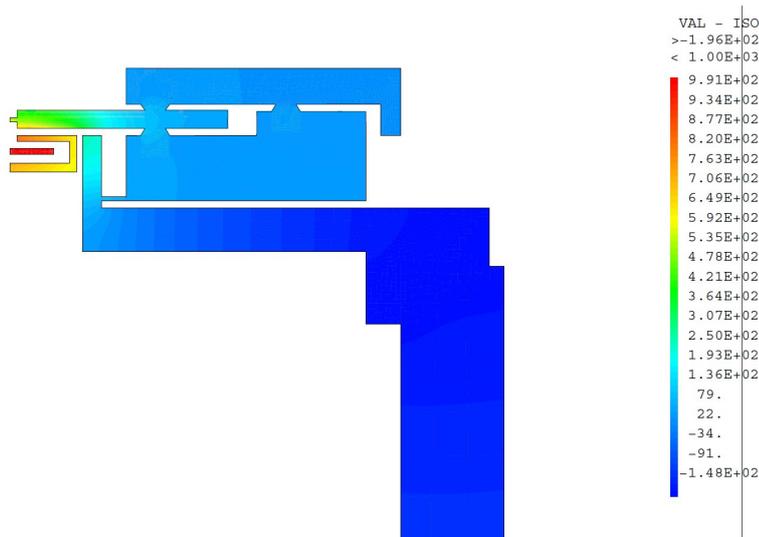


Figure 6: Résultat du gradient de température du PE JANNUS (maillage fin, Celsius)

Pour conclure sur la température au niveau des joints, quand l'irradiation des poudres se fait à 500°C, le joint 1 est soumis à une température entre 105°C et 40°C. Le joint 2 est soumis à une

température entre 87°C et 26°C. Le joint 3 est soumis à une température entre 31°C et 20°C. Les joints résistent donc aux deux modes de fonctionnement (500°C et 20°C).

De plus, les essais doivent se faire à 500°C, le résultat de la température moyenne au niveau de la poudre pour cet essai est de 518°C quand l'élément chauffant est à une température de 1000°C. Remarque : Les joints toriques sont en PTFE (Polytétrafluoroéthylène), plage de température - 150°C à 250°C.

2.4 Essais pratiques

L'objectif de ces essais était de vérifier que l'on pouvait obtenir la convection libre de la poudre avec une fréquence d'environ 2000 Hz et une amplitude de mouvement de 30 µm

2.4.1 Vibration de la poudre avec actuateur piézoélectrique

L'objectif de ces essais était de vérifier que l'on pouvait mélanger la poudre en la faisant vibrer à une fréquence de 2000Hz avec une amplitude d'environ 30 µm [5].

Pour cela nous avons à notre disposition le prototype du porte-échantillon et un actuateur piézoélectrique.

Le piézo-électrique utilisé est le modèle FPA-0550EHK-P-2054-150-SS-4M3 (Figure 7) du fournisseur DSM (Dynamic Structures & Materials). Le **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** présente les caractéristiques de l'actuateur.

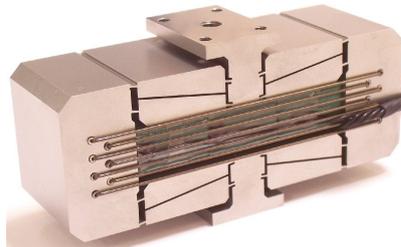


Figure 7: Actuateur piézo-électrique

Specifications

		Tolerance
Open-loop Travel (µm):	550	±10%
Operating Voltage (V):	-30 to +150	
Stiffness in motion direction (N/µm):	2.5	±10%
Unloaded resonant frequency (Hz):	340	
Blocking Force (N):	1375	±10%
Capacitance (µF):	48.00	Max
Material:	17-4 PH Stainless Steel	
Mass (g):	560	±5%

Tableau 3: Caractéristiques de l'actuateur

Les caractéristiques qui nous intéressent sont la course maximale (open-loop Travel) et l'effort maximal (Blocking force) que peut atteindre l'actuateur.

Afin de réduire le travail de celui-ci on avait décidé de placer le prototype du porte-échantillon au bout d'une poutre afin de pouvoir obtenir une fréquence de vibration importante avec le moins d'effort possible.

Calcul de dimensionnement

La première étape pour réaliser ces essais a été de dimensionner une poutre afin d'obtenir une fréquence de résonance proche de 2000Hz afin de réduire le travail de l'actuateur. Les matériaux disponibles étaient de l'aluminium ou de l'acier.

Pour une poutre en acier les valeurs permettant d'atteindre une fréquence de 2000 Hz sont présentées dans le tableau suivant.

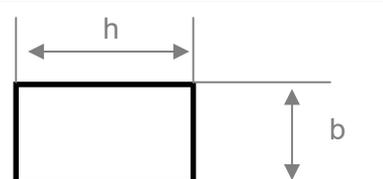
E (Pa)	ρ (kg/m ³)	M(kg)	l barre (mm)	b (mm)	h (mm)	
2,10E+11	8000	0,2	40	14	20	
2,10E+11	8000	0,2	50	15	30	
2,10E+11	8000	0,2	70	30	35	

Tableau 4 : Dimensions de poutres en acier

Vérification de la théorie

Ensuite afin de valider les calculs un essai avec une poutre seule a été réalisé pour vérifier la cohérence entre la fréquence de résonance mesurée et la fréquence calculée. Le dispositif expérimental est présenté : **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia. 8**

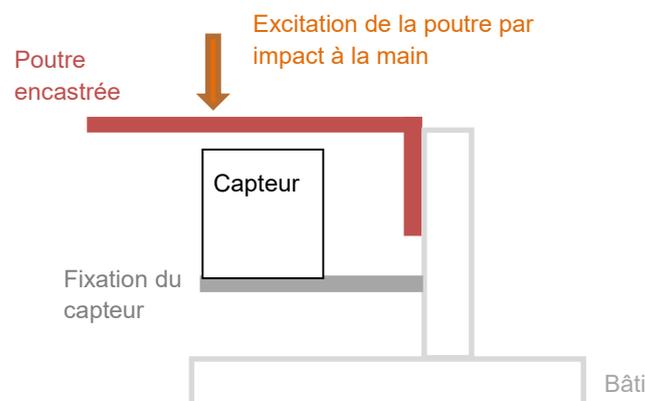


Figure 8: Mise en place de l'essai de vérification

Afin de mesurer la fréquence de résonance de la poutre nous avons utilisé un capteur inductif (modèle KD2306 KAMAN) et le logiciel LabView pour l'acquisition des données du capteur. LabView récupère un signal analogique fourni par le capteur ce qui permet d'obtenir directement un signal exploitable. On peut donc obtenir simplement la fréquence du signal qui correspond à la fréquence de vibration de la poutre (Figure 9).

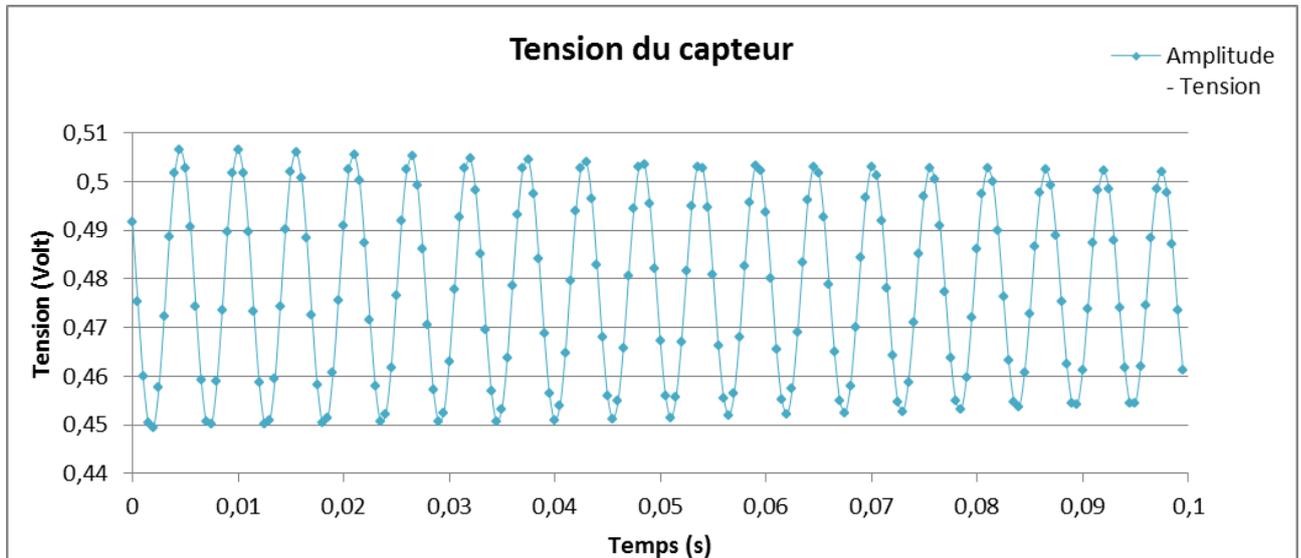


Figure 9: Signal fourni par le capteur

Calculs de l'effort nécessaire pour un déplacement voulu

Une fois la validation des calculs théoriques de fréquences de résonance de nouveaux calculs ont été fait afin de connaître l'effort nécessaire à appliquer sur la poutre afin d'atteindre un déplacement de 30 μm . L'objectif est de réaliser l'essai avec le porte-échantillon fixé au bout de la poutre afin de vérifier que la poudre est mise en mouvement.

Le montage réalisé est présenté sur la Figure 10.

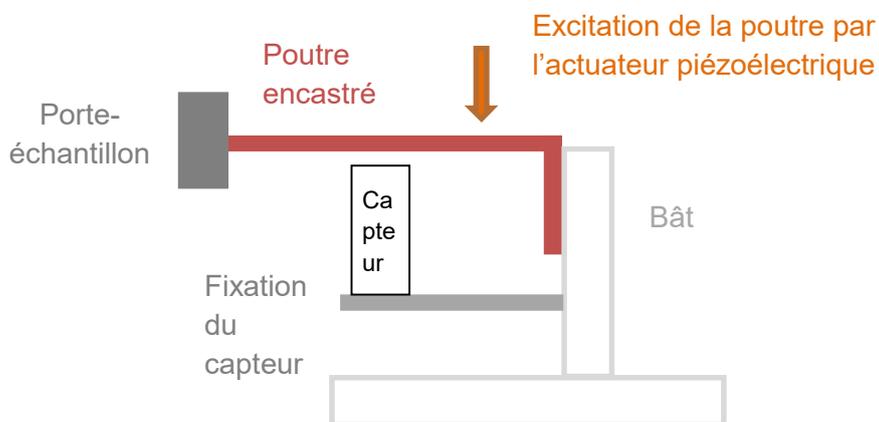


Figure 10: Schéma de principe de l'essai

Après quelques calculs faites on peut dire qu'il n'est pas possible de mettre en vibration le porte-échantillon, à 2000Hz avec un déplacement de 30 μm , avec l'actuateur piézoélectrique dont nous disposons car l'effort nécessaire est trop important. L'effort maximum de l'actuateur étant de 1375N.

2.4.2 Vibration de la poudre avec un haut-parleur

L'utilisation d'un haut-parleur permet d'atteindre des fréquences de vibrations très élevées sans nécessiter d'effort important. L'objectif étant toujours d'atteindre une fréquence de 2000 Hz avec un déplacement de 30 μm .

Pour ces essais la poudre était placée entre deux lames de verres entre lesquelles étaient intercalées des feuilles de papier (épaisseur : 0,06mm) percées au centre. Celles-ci servaient à créer un espace entre les lames pour y déposer la poudre. Des essais dans deux sens de vibration ont été réalisés.

- Poudres perpendiculaire aux vibrations du haut-parleur (Figure 11 et Figure 12)

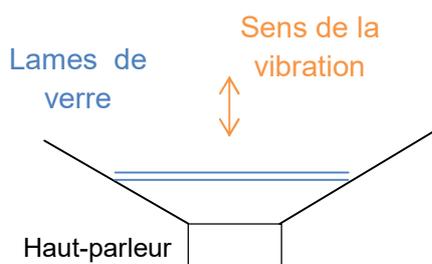


Figure 11: Schéma de principe

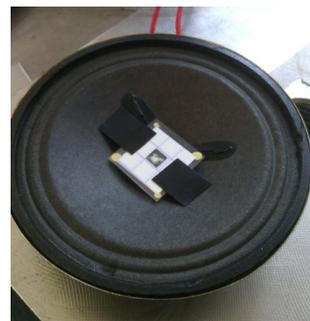


Figure 12: Mise en place

- Poudres perpendiculaire aux vibrations du haut-parleur (Figure 14 et Figure 13).

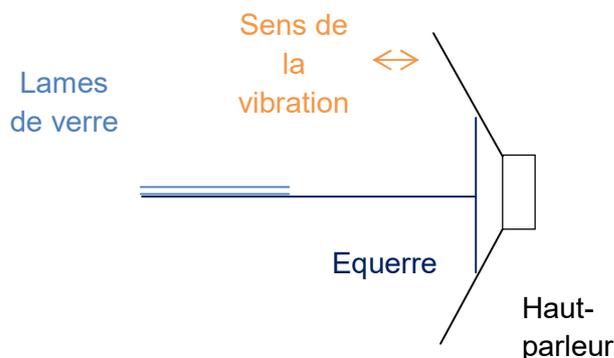


Figure 14: Schéma de principe



Figure 13: Mise en place

De plus, il est difficile de mettre en mouvement les particules seules. En effet, il est difficile de transmettre une accélération à une particule nanométrique, dont la masse approchée est quasiment nulle, sans la présence d'un milieu transmetteur. L'utilisation d'un milieu transmetteur est notamment rendu impossible étant donnée la faible profondeur de pénétration des ions de faible énergie utilisés pour l'irradiation.

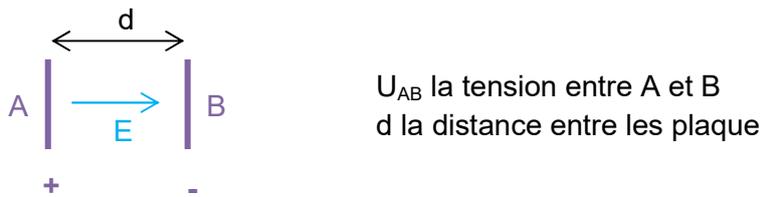
L'idée d'utiliser un milieu transmetteur afin d'assurer un transfert de la quantité de mouvement suffisant a été discutée. Cependant cette solution n'a pas été retenue car ce milieu interagirait avec le faisceau d'ions de basse énergie, au détriment des particules nanométriques.

Il a donc été décidé d'entreprendre de nouveaux essais **sans utiliser le principe de vibration**.

2.4.3 Agitation de la poudre par un champ électrique

La poudre $Y_2Ti_2O_7$ étant légèrement électrostatique, nous avons essayé de mettre en mouvement la poudre grâce à un champ électrique créée entre deux plaques de laiton.

Le champ électrique créée entre deux plaque est uniforme et vaut :



Les lames de verre qui contiennent la poudre sont placées entre les deux plaques de laiton et on applique une tension sinusoïdale aux bornes des plaques. La Figure 16 présente une illustration de la mise en place expérimentale pour réaliser un test.

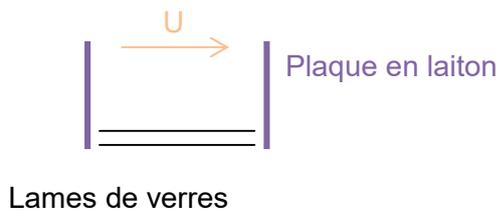


Figure 16: Mise en place de l'essai



Figure 15: Mise en place

Pour mettre en mouvement une particule il faudrait parvenir à arracher un électron de sa structure. Avec les valeurs de champs électriques obtenues cela est impossible. En effet, à titre de comparaison sur un MEB (Microscope Electronique à Balayage) le champ d'extraction d'un électron de la source est de 300 000 V/m.

De plus, un champ de cette intensité aurait détérioré le faisceau d'ions lors de l'irradiation en déviant les trajectoires des particules chargées. Cette solution a donc été **abandonnée**.

2.4.4 Agitation de la poudre par un flux d'air

La poudre nanométrique $Y_2Ti_2O_7$ est extrêmement volatile nous avons donc réalisé des essais pour vérifier si l'on pouvait obtenir un mélange homogène en faisant circuler un flux d'air dans une enceinte fermée contenant la poudre.

La poudre est contenue entre deux lames de verre et isolée de l'extérieur grâce à un joint. Un tuyau fin en entrée permet de faire entrer l'air à l'aide d'une poire soufflante. En sortie un filtre récupérateur pour les poudres est installé (Figures 17 et 18).

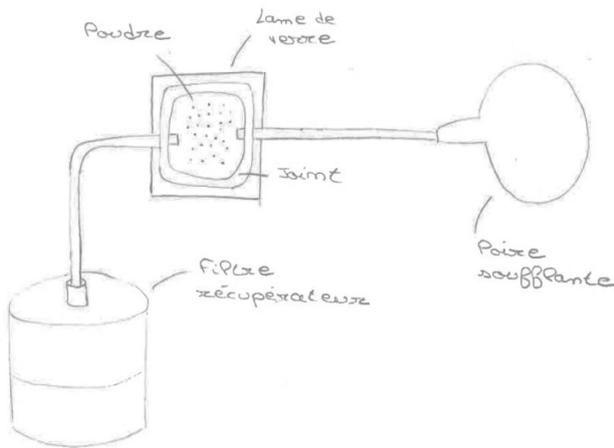


Figure 17: Schéma de principe du montage



Figure 18: Montage

Cet essai a été concluant mais il a été réalisé à une échelle plus importante que les dimensions imposées par le porte-échantillon réel (épaisseur de poudre d'environ $25\ \mu\text{m}$). Pour que la poudre puisse bouger librement il ne faut pas remplir le volume disponible entièrement (environ $1/3$ du volume) ce qui réduit le volume effectif de poudre.

Cependant cette solution semble compliquée à mettre en œuvre compte tenu des faibles dimensions du volume de poudre à irradier.

2.4.5 Conclusion des essais précédents

Concernant la vibration de la poudre pour atteindre la convection libre, la taille des grains ainsi que l'agglomération des grains nous contraignent à utiliser une très haute fréquence couplée à une grande amplitude de déplacement en utilisant des matériaux complexes à mettre en œuvre et onéreux.

L'utilisation d'un champ électrique élevé dégraderait trop le faisceau d'ions et la circulation d'un flux d'air dans un volume réduit est complexe.

Pour ces raisons une nouvelle réflexion a été menée sur les conditions d'irradiation désirées ainsi que les techniques d'analyses choisies.

En effet l'irradiation peut être réalisée avec des ions de plus forte énergie ce qui permettrait d'augmenter la distance à laquelle les ions pénètrent dans la matière. De plus un autre moyen d'analyse existe sur la plateforme JANNUS, la spectroscopie Raman.

Cet outil permet d'analyser l'évolution de la structure des matériaux sous irradiation. On peut donc contrôler en temps réel l'évolution des endommagements induits par la simple, double ou triple irradiation.

Enfin, afin d'éliminer le problème de l'homogénéisation de l'irradiation dans le volume de poudre et de garder l'aspect libre de la poudre nous avons décidé de la conditionner sous forme de pastille compactée à environ 80%.

Les particules ne sont donc pas complètement jointes entre elles et l'échantillon n'est pas considéré comme un solide massif. Cette solution permet de pouvoir analyser la poudre quasiment à l'état libre et permet **d'éliminer la fonction contrainte FC6**.

Pour cela l'irradiation a été redimensionnée en utilisant des ions de plus forte énergie tels que l'Or ou le Tungstène. Nous avons décidé d'utiliser la spectroscopie Raman pour les analyses en plus des analyses par rayons X qui se feront uniquement en réflexion.

En effet, les analyses en transmissions ne sont pas possible avec la pastille car le faisceau interagirait avec la partie non irradiés de l'échantillon. **La fonction FC2 est donc modifiée** (analyse uniquement en réflexion).

2.5 Simulation SRIM

Dans le cadre de notre étude les simulations ont été menées avec le logiciel SRIM afin de calculer les épaisseurs d'irradiation dans la poudre $Y_2Ti_2O_7$.

Lors des simulations nous avons cherché à avoir un profil homogène et un pic d'implantation éloigné de la surface de l'échantillon.

Nous avons choisie d'utiliser des ions Or, Tungstène ainsi que des protons d'Hydrogène permettant de couvrir une gamme importante d'énergie.

De plus nous utilisons toujours les fenêtres de Si_3N_4 présentées précédemment. SRIM permet de simuler une irradiation dans une cible constitué de plusieurs couches de différents matériaux. Cela a permis d'analyser l'influence de l'épaisseur des fenêtres sur la profondeur du pic d'implantation et donc de dimensionner la taille des fenêtres.

2.5.1 Conclusion

D'après diverses essais et mesures faites on peut dire qu'on peut voir que les ions Or et Tungstène présentent des profils d'implantation assez similaires. Les profils sont homogènes et on a une pénétration dans la matière qui est quasiment la même pour une même énergie.

Les protons sont très intéressants en termes de profondeur d'implantations cependant le nombre de déplacement par atomes est très faible. Afin d'augmenter les doses reçu par le matériau il faudrait des temps d'irradiation très long (plusieurs jours) ce qui est compliqué actuellement sur la plateforme JANNUS.

Les **protons n'ont donc pas été retenus** pour la suite du projet.

On peut choisir les dimensions de la membrane afin d'assurer une bonne tenue au vide et en température (500°C).

Ça été choisi une épaisseur de 500 nm ce qui permet une tenue jusqu'à 2 bar pour une surface de 3,5 mm x 3,5 mm

Les pastilles ne peuvent avoir une épaisseur de moins de 1 mm ce qui implique qu'avec cette solution tout le volume de poudre n'est pas irradié. En effet, on peut avoir une irradiation maximum de 5 μm avec des ions Tungstènes de 48 MeV. Cette contrainte impose la géométrie d'analyse par rayon X. En effet l'analyse en transmission n'est pas possible car le faisceau interagirait aussi avec les particules non irradié et les résultats ne seraient pas exploitables.

Il a donc été décidé que l'analyse se ferait par absorption des rayons X en réflexion avec un angle d'incidence faible et par spectroscopie Raman.

2.6 Calculs des angles pour l'analyse par rayon x

Pour finaliser la conception et réaliser la CAO, il est nécessaire de calculer les angles d'incidence à appliquer pour uniquement sonder le volume de matière irradié avec le faisceau de rayon X et pour que le porte échantillon ne gêne pas les mesures, notamment par occultation des faisceaux.

Les calculs des angles d'incidence sont nécessaires pour s'assurer que la géométrie du porte-échantillon ne gênera pas la mesure.

Les détails de calculs se trouvent dans le fichier :

Y:\PE_JANNUS_JONQUERES\5_Calculs fluorescence\calcul_fluorescence.xlsx

Pour avoir une mesure fiable il faut avoir un angle d'incidence de 88° et un angle de sortie de 2° (¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.9).

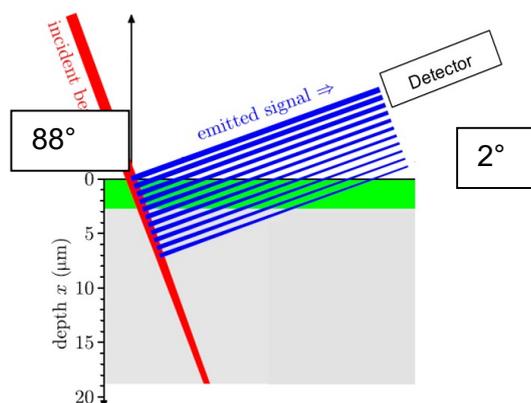


Figure 19: Représentation des angles d'incidence et sortie

Compte tenu de cet angle de sortie extrêmement faible nous avons décidé de retourner les fenêtres.

En effet les rayons X ne traversent pas le silicium, les fenêtres auraient donc aussi gêné les mesures. Cela permet aussi de diminuer le risque de casser les fenêtres si la surface de la pastille de poudre n'est pas régulière.



Figure 20: Fenêtres sur l'échantillon

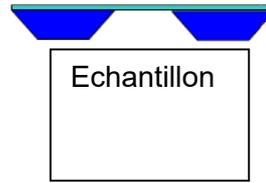


Figure 21: Fenêtres retournées

2.7 Design final

Il a finalement été décidé que comme la poudre est sous forme de pastille nous n'avons plus besoin de la confiner dans un espace hermétique. C'est pourquoi, le capillaire permet de créer une micro fuite pour que le vide se fasse progressivement dans le volume qui contient la poudre. Cela permet aussi de diminuer le différentiel de pression entre l'intérieur du PE (chauffé à 500°C) et l'extérieur sous vide.

2.7.1 Prototype

Les fichiers CAO et plans se trouvent dans
Y :\\PE_JANNUS_JONQUERES\6_Catia\7_PE_Version_ProtoFinale

Le prototype va nous permettre de :

- Tester la résistance des fenêtres de Si_3N_4 en température (500°C).
- Vérifier qu'on chauffe correctement l'échantillon (500°)
- Vérifier la tenue de la pastille sous irradiation en chauffant à 500°C

Les Figures 22 et 23 présentent la version prototype du porte échantillon.

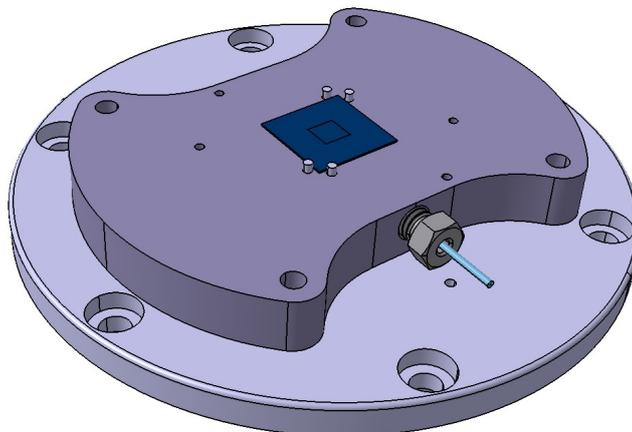


Figure 22: Prototype PE

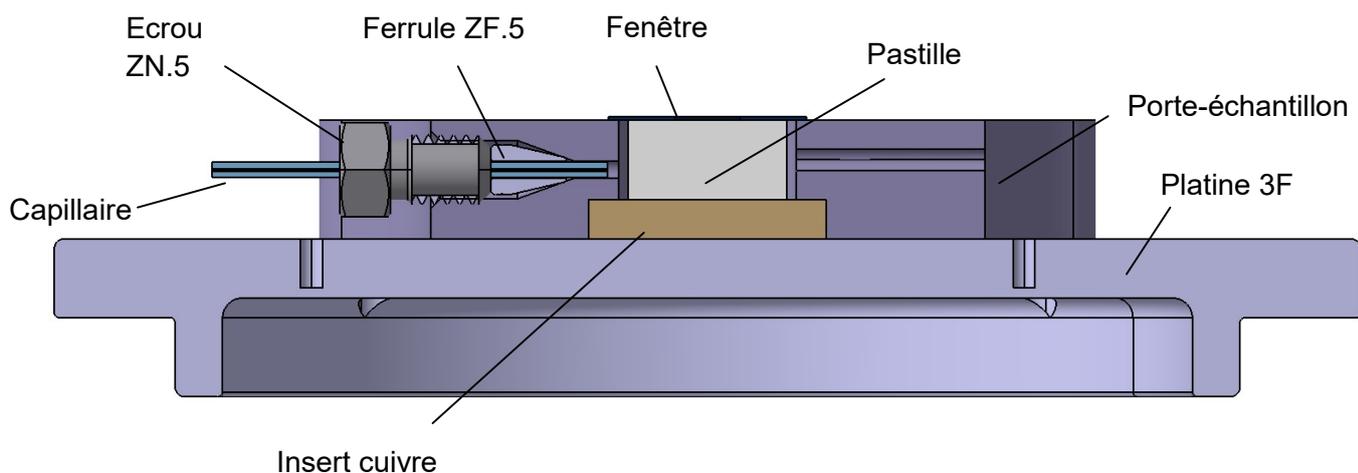


Figure 23: Vue de coupe du PE

La pièce est en inox avec un insert en cuivre qui a un bon coefficient thermique et permet de chauffer correctement l'échantillon. La version prototype ne permet pas de se fixer sur la ligne MARS de SOLEIL mais uniquement sur la platine 3F de JANNUS. Le prototype a été usiné par la société ARK.

Donc d'après plusieurs différentes études le PE répond aux fonctions du cahier des charges :

- **FP2** : Irradier l'échantillon
- **FC1** : Limiter l'épaisseur maximale du PE (dans la chambre JANNUS) à partir du plan supérieur de la pièce d'interface qui ne doit pas être supérieure à 10 mm.
- **FC3** : S'adapter à l'environnement (échantillon en pression – température)
- **FC5** : Respecter les dimensions du faisceau d'ions de la chambre 3F de JANNUS Saclay qui balaye une surface de 2 x 2 cm de côté
- **FC2** : Permettre une analyse sur le poste CX3 de la ligne MARS en réflexion (micro faisceau). Une face de l'échantillon irradié doit être dans le plan d'une des faces du PE

La fonction FP1 sera réalisée dans la version finale du PE :

- **FP1** : Adapter le PE pour être monté dans la chambre 3F de JANNUS Saclay et sur le poste d'analyse CX3 de la ligne MARS du synchrotron Soleil

3.CONCLUSION

Ce projet d'expertise m'a permis de bien comprendre le contexte et le système sur lequel je vais travailler plus en profondeur et à temps plein à partir de la fin de Juillet.

Mon objectif pour ce projet d'expertise a été de comprendre tous les aspects du projet : le contexte général, le principe du fonctionnement , les différents parties ainsi comment les différents essais faites par les autres stagiaires pour arriver au modèle final

4.BIBLIOGRAPHIE

<http://www.cea.fr/Pages/PAGES-SPECIALES/Recherche-locale.aspx?k=jannus>
http://www.cea.fr/Pages/le-cea/acteur-clef-de-la-recherche-technologique.aspx#/scene_Imj_1/
<http://www.enerzine.com/2/12280+jannus---la-plateforme-aux-3-visages-saclay---orsay+.html>
<http://www-centre-saclay.cea.fr/fr/Installations-et-plate-formes-experimentales>
<http://www-centre-saclay.cea.fr/fr/Presentation-generale>
<http://jannus.in2p3.fr/>
http://www.materials.cea.fr/Images/astlmg/65/Plaqueette_JANNUS.pdf

Documents fournis pour CEA :

Rapport de stage de Léna HACLIN

Rapport de stage de Maxime QUEMENER

Dossier "PE JANNUS" avec diverses documents concernant le projet