

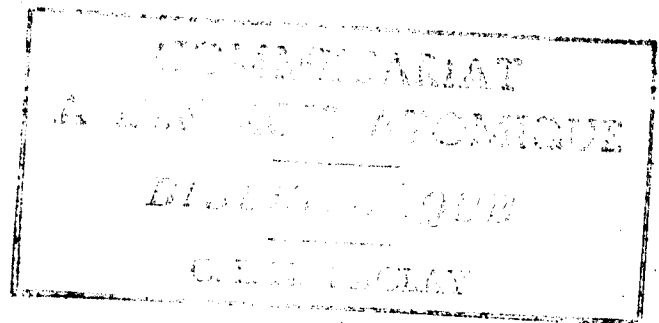
A

- Note C.E.A. n° 433 -

Département de Métallurgie

**MICROANALYSEUR A SONDE ELECTRONIQUE  
RAPPORT ANNUEL 1962**

par



M. A. KIRIANENKO, Melle F. MAURICE

MM. SEGUIN et Y. ADDA

# MICROANALYSEUR A SONDE ELECTRONIQUE

## RAPPORT ANNUEL 1962

### I - INTRODUCTION

La quatrième année de fonctionnement du microanalyseur à sonde électronique à Saclay (fig. 1, 2), l'année 1962, est caractérisée par les faits suivants :

- La grande majorité des analyses a été effectuée à la demande du département de métallurgie (cf. chapitre II). L'importance de cette méthode d'analyse en tant que complément indispensable de toute étude métallographique est apparue de façon plus spectaculaire par l'acquisition du dispositif de balayage automatique qui donne une "image X" de la plage explorée de l'échantillon (cf. chapitre IV) (baie de gauche sur la figure 1).

- L'étude des corrections à appliquer aux résultats expérimentaux a incité les microanalystes à réexaminer les bases physiques de la microanalyse ponctuelle et à effectuer de nombreuses vérifications expérimentales pour voir dans quelles conditions la microanalyse peut conduire à des résultats quantitatifs (cf. chapitre III).

- Le C.E.A. a fait l'acquisition d'une part, de deux microanalyseurs type "CAMECA" : l'un servant dans la Section de Métallurgie du Plutonium au Département du Plutonium (C.E.N. F.A.R. début 1962), l'autre au Service d'études de la séparation des Isotopes de l'Uranium au Département de Physico-Chimie (Saclay, septembre 1962), et d'autre part, d'un microanalyseur type "CAMBRIDGE" destiné au Service de Recherches de Métallurgie Appliquée au Département de Métallurgie. Les utilisateurs de ces appareils ont effectué des stages de formation dans notre laboratoire (cf. chapitre V).

- Un échange de spécialistes de microanalyse par rayons X a pu être organisé avec un laboratoire de Grande-Bretagne (cf. chapitre VI).

## II - ANALYSES

### A. - Département de Métallurgie

#### 1 - Services de Technologie

##### Service de Recherches de métallurgie appliquée

Recherche de la nature des inclusions dans un tube de béryllium.

Examen d'un couple de diffusion : alliage Fe-Al-carbure d'uranium.

Recherche de la nature des inclusions observées dans un échantillon de béryllium filé.

Mise en évidence de précipités de phase  $\epsilon$  dans un alliage uranium-zirconium à 3 pour cent en poids d'uranium (fig. 3).

##### Service des éléments combustibles et structures

Examen de zones de diffusion et étude de la répartition des éléments dans les échantillons suivants :

- soudure acier inoxydable - zircalloy
- soudure acier inoxydable - mince dépôt de cuivre - zircalloy
- placage d'acier inoxydable sur acier doux.

#### 2 - Service de Chimie des Solides

##### Section des Combustibles Céramiques

Recherche de la nature des inclusions observées dans un échantillon d'oxyde d'uranium  $UO_2$  fritté.

Etude de la répartition d'impuretés dans  $UO_2$  fritté.

Recherche du silicium dans un  $UO_2$  fritté (contamination pouvant provenir de la nacelle de silice utilisée pour le traitement).

Recherche de la nature des précipités observés dans des pastilles d'uranium fritté : sur deux échantillons, mise en évidence de la contamination due aux creusets de traitement en tantale ; sur deux autres échantillons, contamination provenant du fil de chauffage en tungstène disposé au centre des pastilles (fig. 4, 5, 6).

##### Section d'Etude des Réfractaires

Recherche de la nature des précipités dans les joints de grains d'oxyde de béryllium fritté avec de la chaux (fig. 7).

##### Section d'Etude de la Corrosion par Gaz et Métaux liquides

Etude de la nature des couches d'oxydation de différents échantillons d'acier au chrome-molybdène.

3 - Section d'Etude de la Corrosion Aqueuse et Electrochimie

Examen d'un échantillon de soudure de tôle d'acier présentant la corrosion en "lame de couteau" : examen métallographique préalable puis recherche au microanalyseur de la nature des précipités observés.

Etude de la nature des couches d'oxydation d'un échantillon de zirconium Van Arkel.

4 - Service de Recherches de Métallurgie Physique et Chimique

Gaz - Recherche de krypton dans un alliage cuivre - aluminium.

Thermoéléments : Vérification de l'homogénéité d'alliages "thermoéléments" :

Te - Bi - Sb

Te - Ag - Sb - Sn - Pb

Etude des hétérogénéités observées dans les "thermoéléments".

Etude de diffusion dans les "thermoéléments".

Diffusion intermétallique

Etude de couples de diffusion béryllium - alliages béryllium - nickel : détermination de limites de solubilité du nickel dans le béryllium - détermination de courbes de diffusion (fig. 8).

Etude de couples de diffusion béryllium - alliages béryllium cobalt.

Etude de couples de diffusion béryllium - alliages béryllium - fer.

Etude de couples de diffusion zirconium - magnésium.

Etude de couples de diffusion uranium - magnésium.

Diagrammes d'équilibre : Diagramme fer - aluminium

Analyses d'échantillons d'alliages fer - aluminium à 40 pour cent en poids d'aluminium recuits à différentes températures et trempés (domaine à deux phases  $\alpha + \zeta$ ). Recherche de la limite de solubilité de l'aluminium dans le fer.

Vérification de l'homogénéité d'alliages fer - aluminium à 40 pour cent at. d'aluminium.

B - Département de Physico-Chimie

Service d'étude sur la séparation des isotopes de l'uranium

Détermination de la nature des précipités dans un alliage ternaire plomb - argent - étain (60 pour cent Sn - 34,5 pour cent Pb - 3 pour cent Ag) (fig. 9).

Etude d'une liaison aluminium - acier inoxydable : Nature des précipités observés dans les joints de grains de l'acier inox. Composition de la zone de diffusion.

C - Laboratoires extérieurs au C.E.A.

Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris

Laboratoire de Chimie Minérale :

Recherche de traces de silicium et d'aluminium dans les germes d'oxydes formés au cours de l'attaque de fer pur de zone fondue par le mélange  $H_2 - H_2O$ .

Ecole Centrale des Arts et Manufactures

Recherche de traces d'aluminium et de silicium dans les joints de grains d'éprouvettes de béryllium de traction à chaud.

III - ETUDE DES CORRECTIONS

L'analyse à la microsonde donne une valeur "expérimentale"  $C_0$  de la concentration, déduite en première approximation d'une simple relation linéaire.

$$\frac{I_A}{I_{(A)}} = C_0$$

où  $I_A$  désigne l'intensité X émise par l'échantillon dans la raie analysée, et  $I_{(A)}$  - l'intensité X émise dans les mêmes conditions par le témoin pur.

Rappelons brièvement les facteurs essentiels définis par R. Castaing (Castaing 1951 - Castaing et Descamps 1955 - Castaing et Descamps 1958 - Castaing 1960) et dont il faut tenir compte pour évaluer les corrections à apporter à la relation linéaire :

- 1° - Ralentissement et rétrodiffusion des électrons.
- 2° - Absorption du rayonnement X émis.
- 3° - Emission secondaire de fluorescence.

Ces différentes corrections doivent nous permettre de passer de la concentration  $C_0$  précédemment définie à la concentration vraie  $C_A$ .

Nous avons poursuivi l'étude de l'analyse de l'uranium commencée en 1961, dans les systèmes binaires du type U-M, où M est un élément quelconque de la classification périodique.

Cette étude nous a conduit :

- à calculer la correction due à la fluorescence excitée par le spectre continu (en liaison avec J. Hénoc du CNET) (Hénoc 1962).
- à déterminer des courbes expérimentales  $f(\chi)$  de correction d'absorption (courbes définies par R. Castaing 1951) (fig. 10, 11).
- à tenir compte du ralentissement et de la rétrodiffusion des électrons par l'introduction de coefficients  $\alpha$  de seconde approximation (ou correction de numéro atomique).

$$C_1 = \frac{\alpha_A C_A}{\alpha_A C_A + \alpha_B C_B}$$

ou 
$$C_1 = \frac{C_A}{C_A + \alpha (1 - C_A)} \quad \text{en posant } \alpha = \frac{\alpha_B}{\alpha_A}$$

$C_1$  est le rapport des intensités mesurées au spectrographe en supposant que l'absorption et la fluorescence n'existent pas.

$C_A$  est la concentration vraie.

A propos de l'analyse de l'uranium à l'aide de la microsonde de Castaing, nous pouvons dire que :

- l'effet de la fluorescence due au fond continu est un effet de second ordre que l'on peut en général négliger ;

- pour une haute tension choisie, nous pouvons utiliser une courbe  $f(\chi)$  de correction d'absorption unique, indépendante du numéro atomique ;

- les valeurs des  $\alpha$  de seconde approximation sont très différentes de l'unité mais il semble que ces valeurs varient peu pour des taux d'excitation élevés (analyse de l'uranium à l'aide de la raie  $M\alpha_1$ ). Dans ce cas,  $\alpha \rightarrow \frac{S_M}{S_U} \times \frac{1 - r_U}{1 - r_M}$ , rapport des coefficients de ralentissement massique des électrons, peut être obtenu expérimentalement ou extrapolé à partir de la comparaison des valeurs tabulées et de quelques résultats expérimentaux.

Nous connaissons déjà les coefficients de rétrodiffusion des électrons  $r_U$  et  $r_M$ . Ainsi, à partir d'une courbe d'absorption  $f(\chi)$  (fonction de la haute tension utilisée) et grâce à l'emploi de la seconde approximation de Castaing (rendue nécessaire pour une grande différence de numéro atomique entre U et M), nous pouvons calculer les corrections à appliquer aux résultats expérimentaux lors de l'analyse de l'uranium (ou d'éléments lourds voisins tels que thorium et plutonium) en présence d'autres éléments ; ceci nous dispense de l'emploi d'étalons toujours très difficiles à préparer.

Cette étude a fait l'objet d'une communication au troisième symposium international sur la microanalyse par rayons X qui s'est tenu à Stanford (U.S.A.) en août 1962 (Kirianenko A., et al. 1962).

#### IV - DEVELOPPEMENT DES POSSIBILITES DE L'APPAREIL

Rappelons que nous avons, au cours de l'année 1961 :

- a) Adapté un tube binoculaire sur le microscope métallographique.
- b) Acquis un deuxième ensemble de mesure de rayonnement X.
- c) Muni le spectrographe analyseur d'un marqueur d'angle.

Cette année, les modifications apportées concernent :

- a) Le problème des filaments.
- b) La détection des éléments lourds au moyen d'un compteur proportionnel scellé.
- c) Le dispositif de balayage automatique.
- d) La mesure du courant électronique transmis par l'échantillon.

##### A - Le problème des filaments

Les filaments librés par le fournisseur habituel n'étant pas satisfaisants :

- profil, stabilité au chauffage, durée de vie variables d'un filament à l'autre ;
- délais de livraison et prix trop élevés ;

nous avons d'une part :

- réalisé un nouveau porte-filament de façon à utiliser les filaments du microscope

électronique "JEM" (fig. 12).

d'autre part :

- nous avons mis au point la fabrication de filaments au laboratoire d'après les indications aimablement fournies par M. Philibert (I.R.S.I.D). Ces derniers filaments s'avèrent d'une grande stabilité, qualité indispensable pour l'obtention "d'images X" correctes à l'aide du dispositif de balayage automatique (durée normale de prise de vue : 20, 30 ou 40 minutes).

#### B - Détection des éléments lourds au moyen d'un compteur proportionnel scellé

La CAMECA a adapté un compteur proportionnel scellé à remplissage de Xénon sur le spectrographe à rayonnements "durs" (0,6 à 4 Å) (fig. 13). Son avantage principal est de supprimer la correction de temps mort du compteur. Cette correction rendait en particulier inexploitable l'analyse rapide d'échantillons à l'aide du dispositif de lecture automatique des échelles de comptage, dispositif qui existe sur notre deuxième ensemble de mesure de rayonnement X.

Nous avons pu analyser "automatiquement" des échantillons d'alliages fer-- aluminium biphasés destinés à l'étude du diagramme d'équilibre Fe-Al- (durée d'analyse réduite au quart environ).

#### C - Dispositif de balayage automatique

Rappelons que dans ce dispositif, l'échantillon se déplace sous l'impact de la sonde, de telle façon que la sonde "balaye" une plage choisie de l'échantillon (carré de 100, 200 ou 300 microns de côté). L'intensité de la raie X analysée module la brillance du faisceau d'un oscilloscope cathodique animé d'un mouvement synchrone à celui de l'échantillon. On obtient grâce à ce dispositif, une "image X" de la plage explorée de l'échantillon. Cette image qualitative est directement comparable à la micrographie optique. Elle permet une identification rapide des principaux constituants d'un échantillon. (Rouberol et al. 1961 - Philibert J. et Weinryb E., 1962a).

Notre microanalyseur a été équipé de cet appareillage au mois de mars 1962. L'emploi courant de cette technique a été rendu possible par l'utilisation d'un appareil photographique à dos "Polaroid" à développement instantané qui supprime les opérations de développement et de tirage des prises de vue ordinaires.

En liaison avec MM. Derian et Escumpavit (E.S.U.-D.P.C.) nous avons profité de la rapidité du mouvement  $\gamma$  de balayage mécanique du dispositif "CAMECA" (1 ligne de 100, 200 ou 300 microns parcourue en 4, 6, 12, 24 ou 36 secondes) synchronisé avec le mouvement X du faisceau de l'oscilloscope cathodique, pour obtenir une image persistante du gradient de concentration étudié. Pour ce faire l'amplificateur vertical de l'oscilloscope est attaqué par la tension qui provient de l'intégrateur des impulsions X reçues par le compteur ; le déplacement vertical du spot est ainsi proportionnel à l'intensité de la radiation reçue par le détecteur.

Ce dispositif permet donc de sélectionner rapidement les zones intéressantes de l'échantillon et remplace avantageusement dans de nombreux cas l'enregistrement potentiométrique ; il permet d'obtenir en effet la courbe concentration-distance en un temps record (inférieur à la minute) grâce à l'appareil photographique à dos "Polaroid" (fig. 14, 15, 16, 17).

#### D - La mesure du courant électronique transmis par l'échantillon

Le coefficient de rétrodiffusion des électrons varie en fonction du numéro atomique de la cible bombardée. Ce fait peut être exploité dans la microsonde par la mesure du courant électronique transmis par l'échantillon à la masse (Philibert J. , et Weinryb E. , 1962 b).

On obtient ainsi le numéro atomique "moyen" des points analysés, ce qui fournit un complément d'information très utile, en particulier dans le cas où l'on se trouve en présence d'éléments légers dont les raies caractéristiques X sont inaccessibles (Lithium à Fluor).

Nous avons isolé l'échantillon de la masse et adapté un amplificateur à courant continu pour effectuer des mesures. Le dispositif de balayage linéaire appliqué dans ce cas donne une image de l'intensité du courant électronique transmis par l'échantillon (fig. 18).

L'obtention d'une "image électronique" est en cours de réalisation (MM. Derian et Esculpavit - E.S.U).

Nous bénéficions dans ce domaine de l'expérience de M. Philibert (I.R.S.I.D).

#### V - FORMATION DE STAGIAIRES

A la demande des services du C.E.A. qui ont fait en 1962 l'acquisition de microanalyseurs nous avons reçu des ingénieurs pour les initier à la microanalyse par rayons X.

Il s'agit de M. D. Calais - Section de Métallurgie du Département du Plutonium. C.E.N. - F.A.R.), novembre 1961 à février 1962.

M.J.C. Derian - Service d'Etudes de la séparation des isotopes de l'uranium du Département de Physico-Chimie (Saclay). , février à juillet 1962.

Mme Mény - Service de Recherches de Métallurgie Appliquée du Département de Métallurgie, septembre-octobre 1962.

D'autre part, nous avons reçu en stage au mois de septembre Mr Pierre Sommelet (rapport de stage DM/SRMPC-2223) élève de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne. Cette école a fait l'acquisition d'un microanalyseur type "CAMECA" en octobre 1962. A cette occasion, M. le Professeur Goux est venu également s'informer des problèmes concernant la microanalyse X.

#### VI - RELATIONS EXTERIEURES

##### A - Coopération avec d'autres laboratoires

Institut de Recherches de la Sidérurgie (I.R.S.I.D) Département de Physique

(M. Philibert)

Nous avons consacré une journée à des essais à différentes hautes tensions sur la nouvelle microsonde de l'I.R.S.I.D dont le wehnelt est à polarisation variable. Les essais ont porté sur nos alliages étalons U-M aux faibles hautes tensions en particulier (inférieures à 15 kV).

Office National d'Etudes et de Recherches aéronautiques (O.N.E.R.A)(M. Descamps)

Toujours dans le cadre d'essais en fonction de la haute tension, nous avons travaillé sur



le prototype ONERA qui permet d'atteindre 38 kV (pour notre part, nous sommes limités à 34 kV).

Centre National d'Etudes des Télécommunications, C.N.E.T. Département Physique  
Chimie - Métallurgie (MM. Devaux et Henoc)

Dans son travail de thèse, Hénoc a déterminé une formule qui donne, à la sortie d'une anticathode simple ou complexe, l'intensité du rayonnement secondaire de fluorescence dû au fond continu. Grâce à la collaboration avec M. Hénoc nous avons pu appliquer ce travail à notre étude des alliages U-M pour calculer les corrections dues à la fluorescence excitée par le fond continu.

#### B - Réunions - Congrès

1 - "The Institute of Physics and the Physical Society" - Londres 2 février 1962.  
"Electron Microscopy and Analysis Group"

Participation aux discussions de la Conférence sur les aspects quantitatifs de la microanalyse à la sonde électronique.

2 - "Institute of Metals" - Londres 22 mars 1962.

Participation au "Spring Meeting" de l'Institute of Metals, symposium sur la microanalyse par rayons X.

Deux contributions de notre part :

a) Contribution à la détermination des diagrammes d'équilibre par microanalyse à la microsonde électronique (en liaison avec M. Philibert).

b) Contribution à l'analyse à la microsonde des échantillons radioactifs : analyse quantitative du système plutonium - fer (en liaison avec M. D. Calais).

A l'occasion de ce symposium nous avons rendu visite à plusieurs laboratoires qui travaillent sur la microanalyse par rayons X.

1° - Atomic Energy Research Establishment (A.E.R.E), Centre de Harwell, Drs M.B. Waldron et D.M. Poole, au laboratoire possédant la microsonde "CAMECA".

2° - Associated Electrical Industries Ltd, Research Laboratory à Aldermaston Berks. Dr. T. Mulvey, microsondes "A.E.I."

3° - Tube Investments Research Laboratories Hinxton Hall - Cambridge. Drs P. Duncumb et D.A. Melford, Microsondes anglaises "Cambridge Instruments".

4° - Université de Cambridge - Laboratoire de Minéralogie et Laboratoire "Cavendish" Microsondes spéciales construites par ces laboratoires.

5° - Atomic Weapon Research Establishment, Centre d'Aldermaston. Drs V.D. Scott et G.V.T. Ranzetta. Microanalyse des échantillons contenant du plutonium au moyen de la microsonde "CAMBRIDGE".

Compte rendu de mission en Grande Bretagne de Mlle F. Maurice, MM. D. Calais, J.C. Derian et A. Kiriánenko - DM/SRMPC-2048.

3 - Saclay 11 mai 1962

La réunion de la sous-commission "Microsonde" de l'A.N.R.T. s'est tenue à Saclay

dans la salle de la Documentation sous la présidence de M. J. Philibert en présence de M. le Professeur R. Castaing. Cette réunion a groupé 53 participants dont 7 étrangers.

La matinée a été consacrée à deux exposés :

1° - L'excitation de fluorescence par le spectre continu

par M.J. Hénoc

2° - L'analyse quantitative des systèmes binaires à base d'uranium

par M.A. Kirianenko

Au cours de l'après midi, M. Philibert a donné un compte-rendu du "Symposium on Electron Probe microanalysis" (Londres - 22 mars 1962), puis il a fait le point concernant la mesure des coefficients d'absorption par les différents laboratoires qui ont accepté de se charger de ces déterminations.

Monsieur le Professeur Castaing a bien voulu rappeler au cours d'un petit exposé l'essentiel des remarques qu'il avait faites au symposium de Londres concernant le ralentissement et la rétrodiffusion des électrons et la façon dont il fallait en tenir compte pour le problème épineux du calcul des corrections.

MM. J. Lemaitre et R. Theisen ont décrit un nouveau porte-échantillon universel qu'ils ont mis au point au Centre de Recherches d'Ispra et qui a été breveté par l'EURATOM. Ce porte-échantillon sera vraisemblablement construit sous licence CAMECA et pourra nous rendre un grand service.

En fin d'après-midi, les participants de la réunion ont pu visiter les laboratoires du Service et de nombreux échanges de vue ont eu lieu.

#### 4 - Troisième Symposium international

Stanford (Californie U.S.A.) 22-24 août 1962

"On X-ray Optics and X-ray Microanalysis"

En liaison avec M.D. Calais, nous avons présenté la communication suivante :  
(voir également chapitre III du présent rapport).

"L'analyse des éléments lourds ( $Z > 80$ ) au moyen de la microsonde de Castaing"  
par A. Kirianenko, Melle F. Maurice, D. Calais et Y. Adda. (DM/1210).

#### C - Echange de spécialistes de microanalyse par rayons X

L'échange a eu lieu entre :

d'une part - Miss P.K. Shields des "Tube Investments Research Laboratories" (Hinxton Hall - Grande Bretagne) qui a effectué un stage en notre laboratoire du 8 au 26 octobre 1962.

et d'autre part - Melle F. Maurice qui a effectué un stage en Grande Bretagne du 19 novembre au 8 décembre 1962.

Cet échange a permis :

1° - la comparaison des méthodes de calcul utilisées pour les corrections dans le cas d'une analyse quantitative,

2° - L'étude de la détection des éléments très légers ( $Z < 11$ ),

3° - L'étude de l'utilisation des électrons transmis et des électrons rétrodiffusés pour obtenir un complément d'information,

4° - La comparaison des images X obtenues avec un système de balayage mécanique (microsonde française) et avec un système de balayage magnétique (microsonde anglaise).

cf. Compte-rendu de mission en Grande-Bretagne du 19 novembre au 8 décembre 1962, de Melle F. Maurice (DM/SRMPC-2361).

Avant de terminer ce rapport, citons la liste des laboratoires ayant fait l'acquisition du microanalyseur "CAMECA" en 1962.

- Deux laboratoires du C.E.A. et l'Ecole des Mines de Saint-Etienne - déjà signalés.
- Aciéries Schneider au Creusot (Saône et Loire).
- Max Plank Institute à Heidelberg (Allemagne).
- Aciéries Böhler à Vienne (Autriche).
- Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris en liaison avec le C.N.R.S.

(Pour liste complète antérieure, voir le rapport annuel 1961, Note C.E.A. n° 385).

Nous avons reçu de l'Institute of Physics, la liste des laboratoires possédant des micro-analyseurs en Grande-Bretagne. :

43 laboratoires sont équipés :

- Il existe : 7 modèles construits par les laboratoires eux-mêmes

23 microanalyseurs type "CAMBRIDGE"

16 microanalyseurs type "A.E.I."

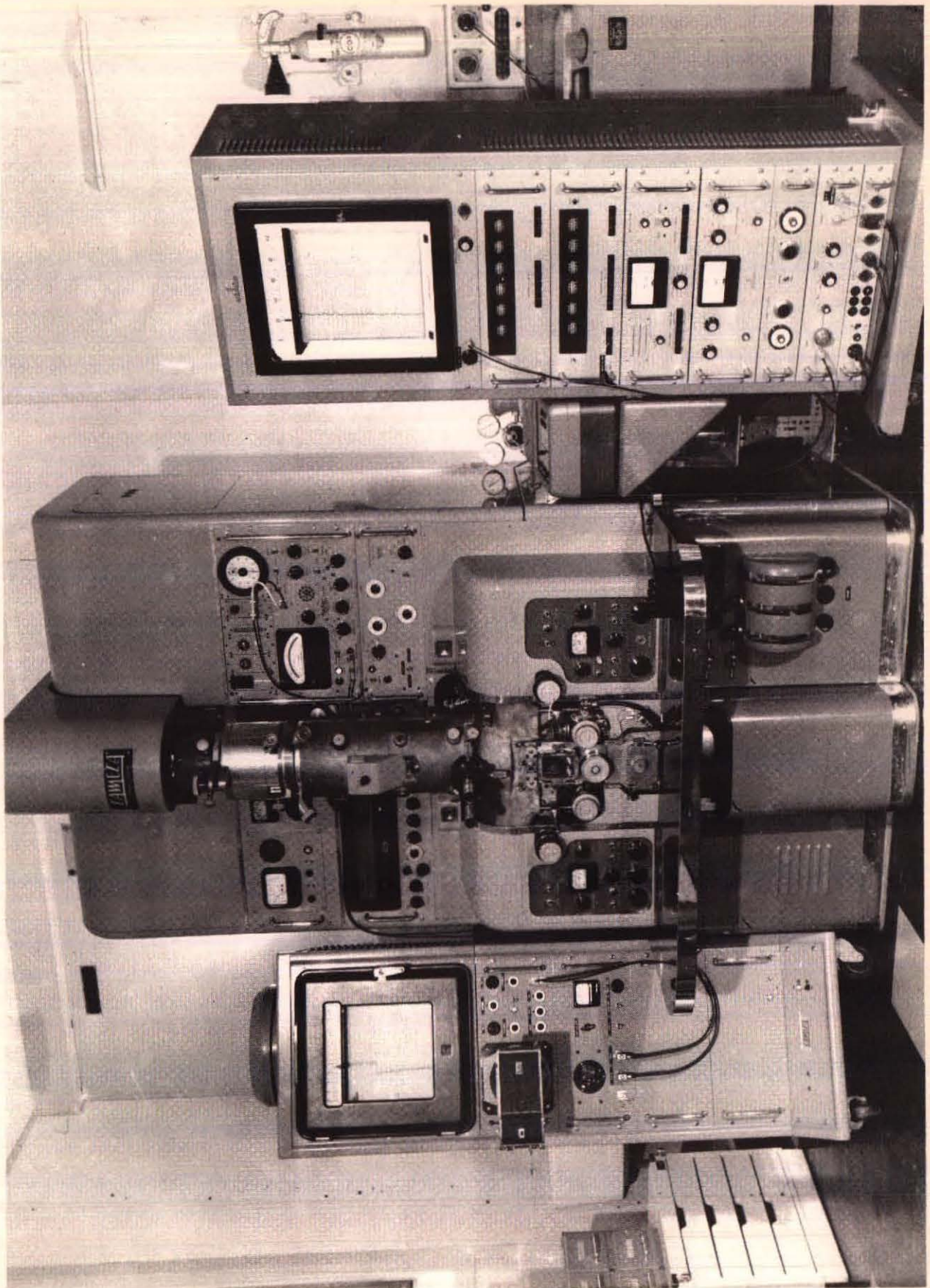
1 microanalyseur type "CAMECA" (au centre de Harwell).

Notons plus particulièrement 1 appareil réalisé par le Dr Duncumb "EMMA" qui est une combinaison d'un microscope électronique et d'un microanalyseur et permet l'étude des lames minces.

*Manuscrit reçu le 1 avril 1963*

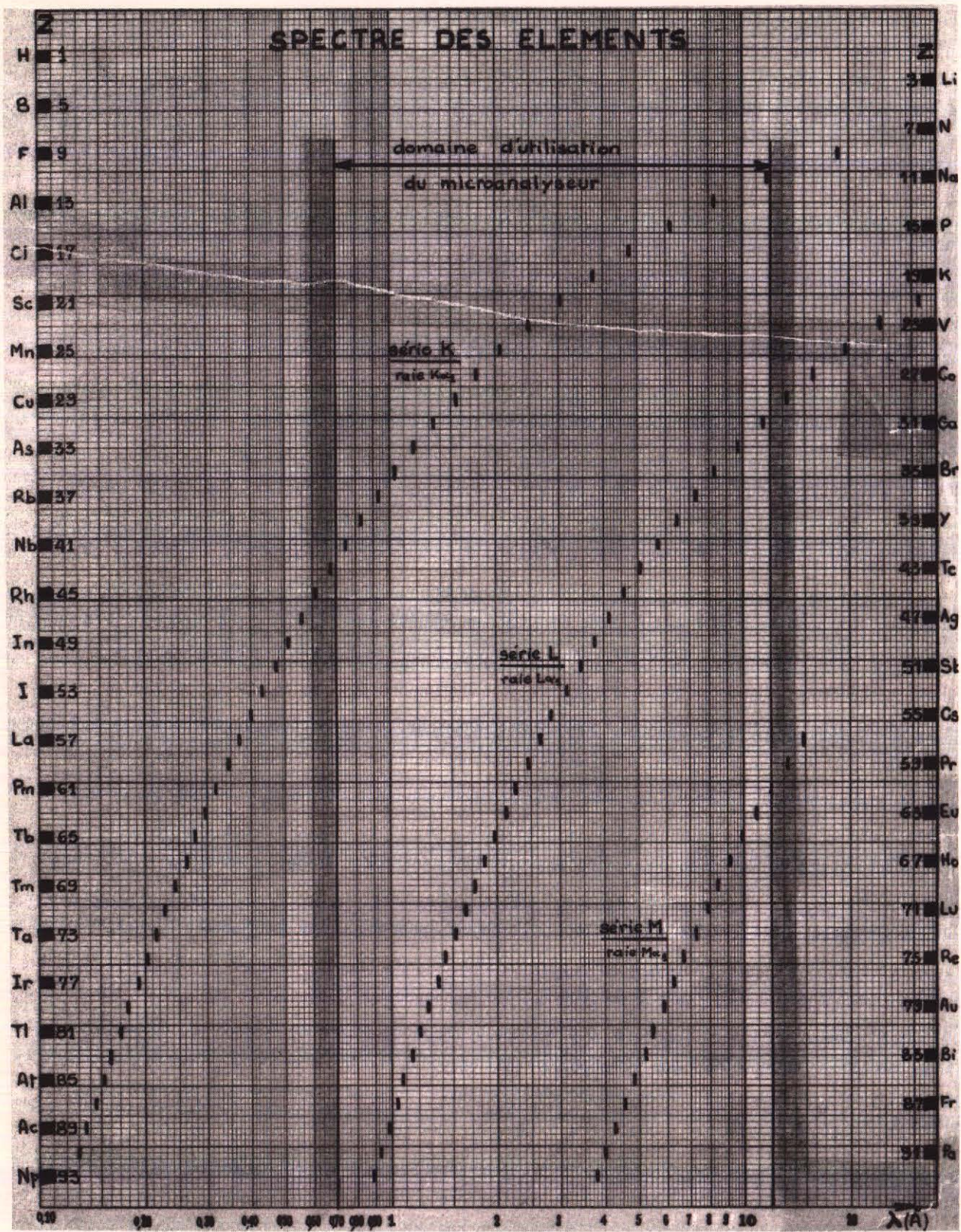
- BIBLIOGRAPHIE -

- 1 CASTAING R.  
1951, Thèse - Paris - Publication ONERA n° 55.
- 2 CASTAING R.  
1960, Advances in Electronics and Electron, Phys. XIII, p. 317.
- 3 CASTAING R. et DESCAMPS J.  
1955, J. Phys. Radium 16, p. 304.
- 4 CASTAING R. et DESCAMPS J.  
1958, Recherche Aéronautique 63, p. 41.
- 5 HENOC J.  
1962, Thèse, Paris - Publication C.N.E.T. n° 655 P.C.M.
- 6 KIRIANENKO A. , Melle MAURICE F. , CALAIS D. , ADDA Y.  
1962, Communication au "Third International Symposium on X ray optics and X-ray Microanalysis", Stanford 22-24 août.
- 7 PHILIBERT J. et WEINRYB E.  
1962a, J. Microscopie 1, p. 13-22.
- 8 PHILIBERT J. et WEINRYB E.  
1962b, C.R. Acad. Sc. , t. 255, p. 2757-2759.
- 9 ROUBEROL J.M. , TONG M. , WEINRYB E. et PHILIBERT J.  
1962, Mémoires Scientifiques Rev. Métallurgie LIX n° 4.



- Fig. 1 -





- Fig. 2 -



E 520

Mise en évidence de précipités de phase  $\epsilon$   
dans un alliage Uranium-Zirconium à 3%  
en poids d'Uranium.

Micrographie optique

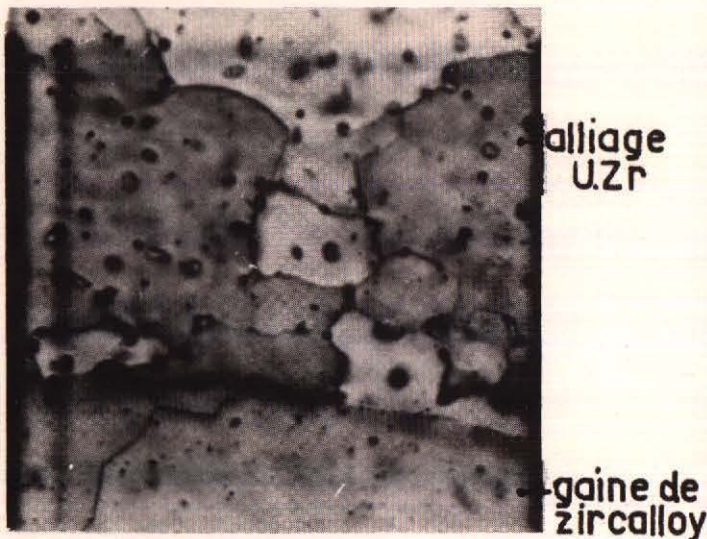
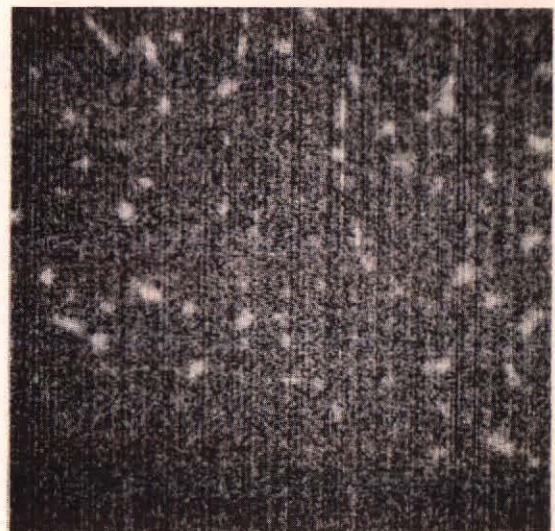


Image  $UL\alpha_1$



plage balayée

100  $\mu$  x 100  $\mu$

- Fig. 3 -



E 551

MISE EN EVIDENCE DE LA CONTAMINATION  
PAR LE TUNGSTENE DE PASTILLES D' $UO_2$  FRITTE

Micrographie optique

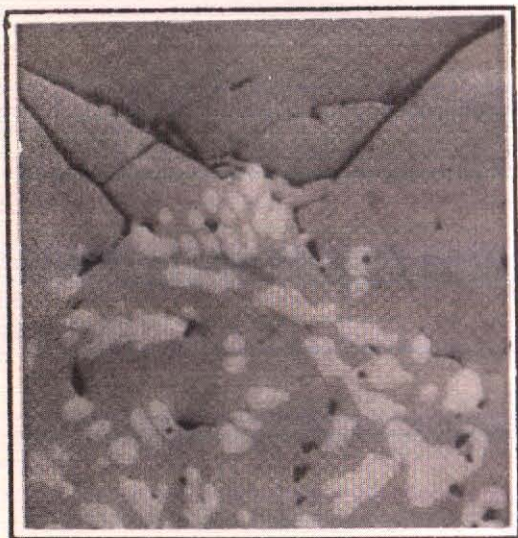
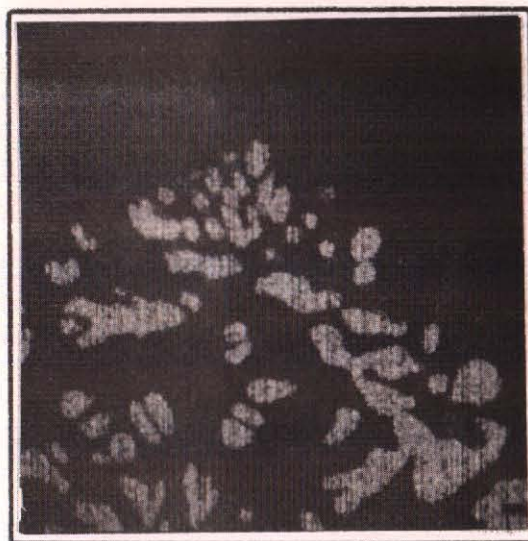


Image  $WL\alpha_1$



plage balayée

$100\mu \times 100\mu$



E.546

MISE EN EVIDENCE DE LA CONTAMINATION  
PAR LE TANTALE DE PASTILLES D'UO<sub>2</sub> FRITTE

Micrographie optique

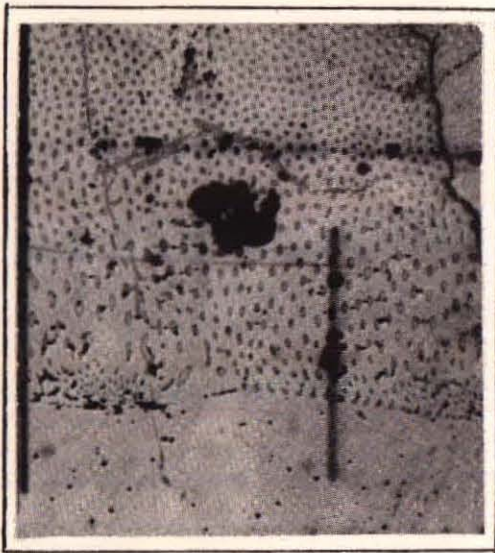
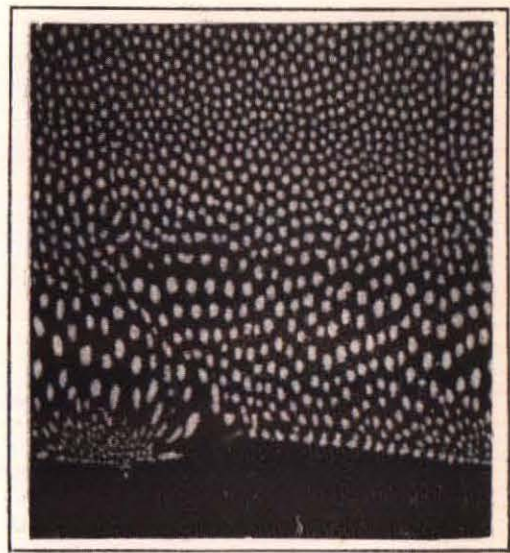


Image Ta L $\alpha_1$



plage balayée  
180 $\mu$  x 200 $\mu$

E.547

Mise en évidence de précipités de tantale  
dans les joints de grains de pastilles d' $\text{UO}_2$  fritté

Micrographie optique

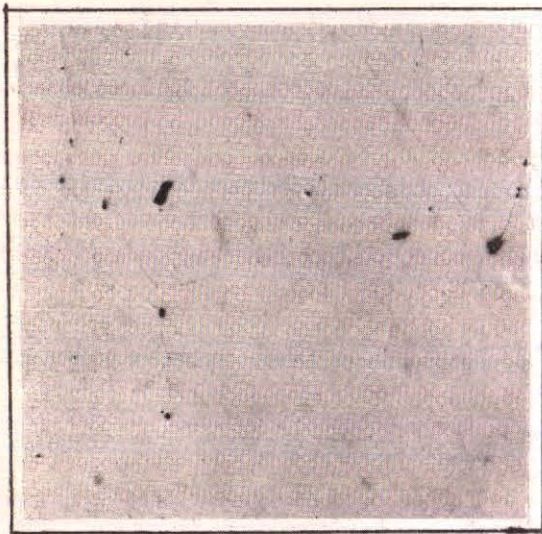
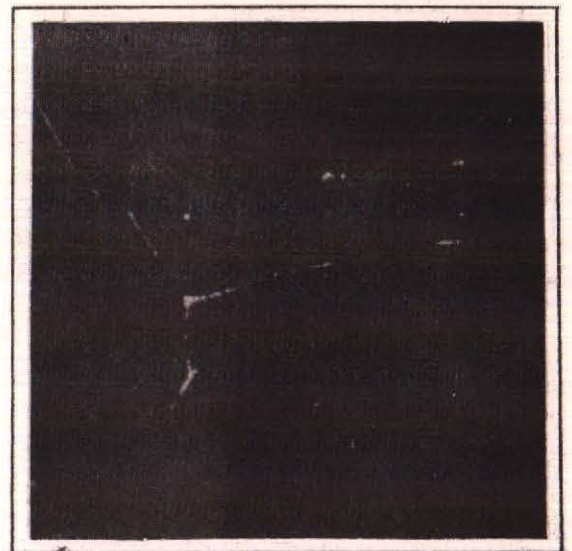


Image  $\text{TaL}\alpha_1$



plage balayée  
 $200\mu \times 200\mu$

- Fig. 6 -



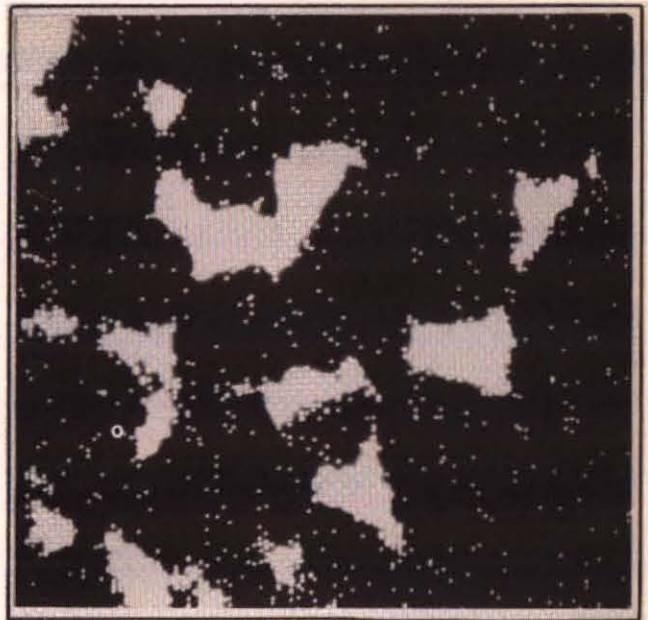
E477

Fritté naturel d'oxyde de béryllium  
à la chaux.

micrographie



Ca  $K\alpha_1$



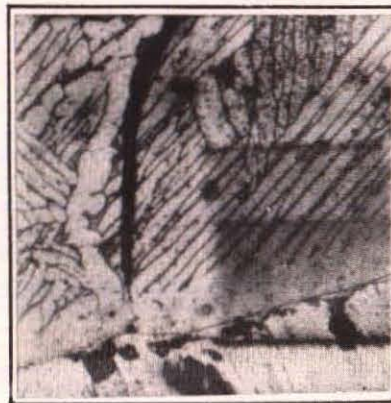
plage balayée  $100\mu \times 100\mu$

DIFFUSION Be - Be Ni

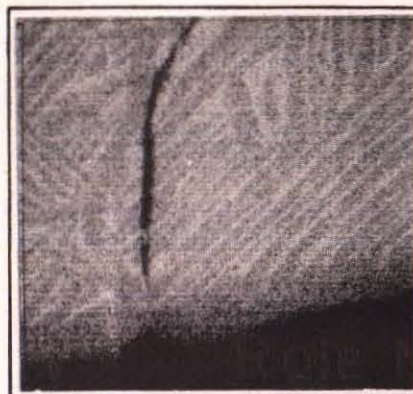
E.536

HT = 28,5 KV

Raie Ni  $K\alpha$



micrographie



g

plage balayée  $200\mu \times 200\mu$

600 lignes

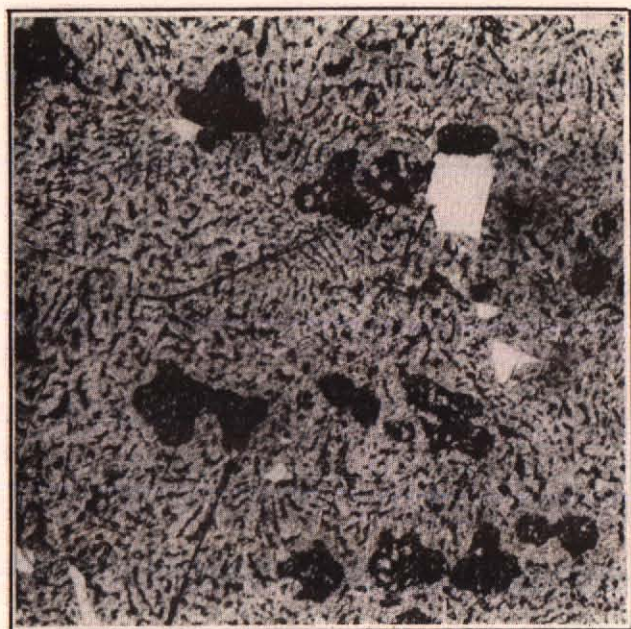
durée ligne 4 sec.

- Fig. 8 -

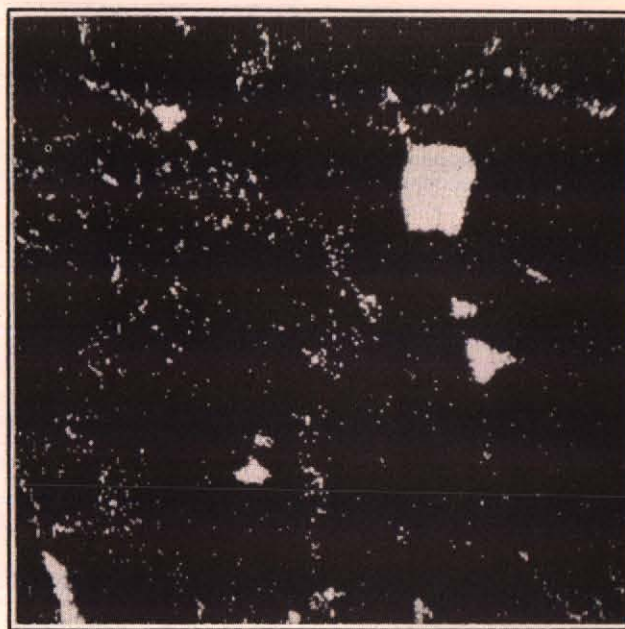


E 468

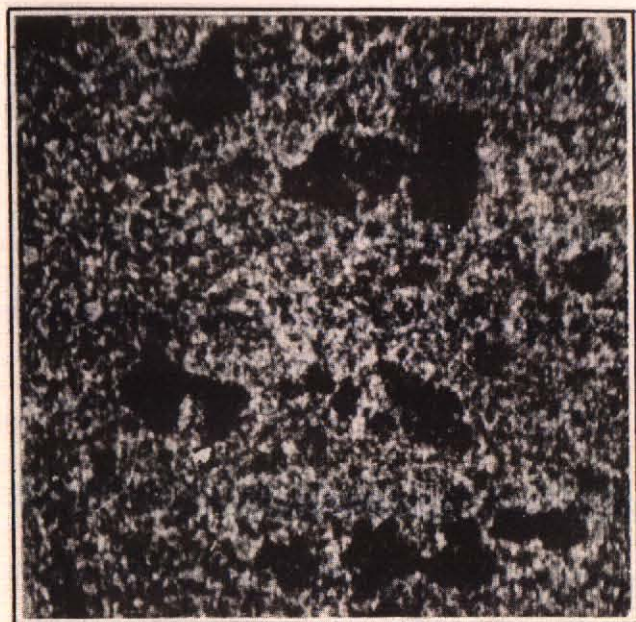
ALLIAGE Pb-Sn-Ag



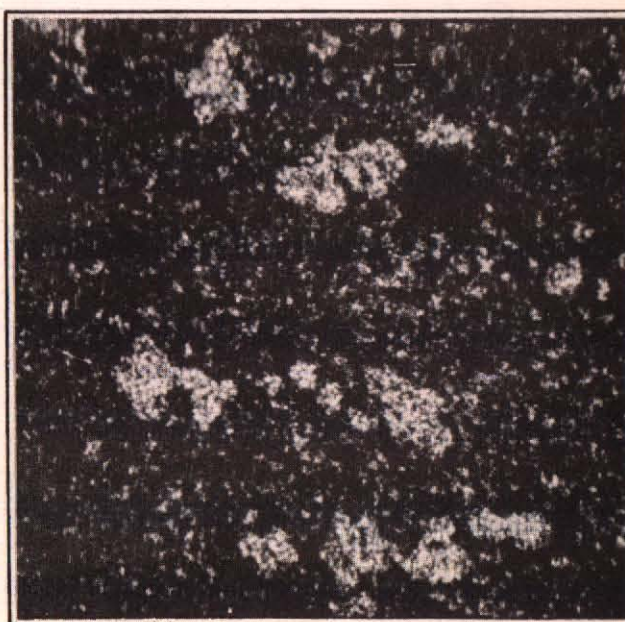
micrographie



Ag L $\alpha$



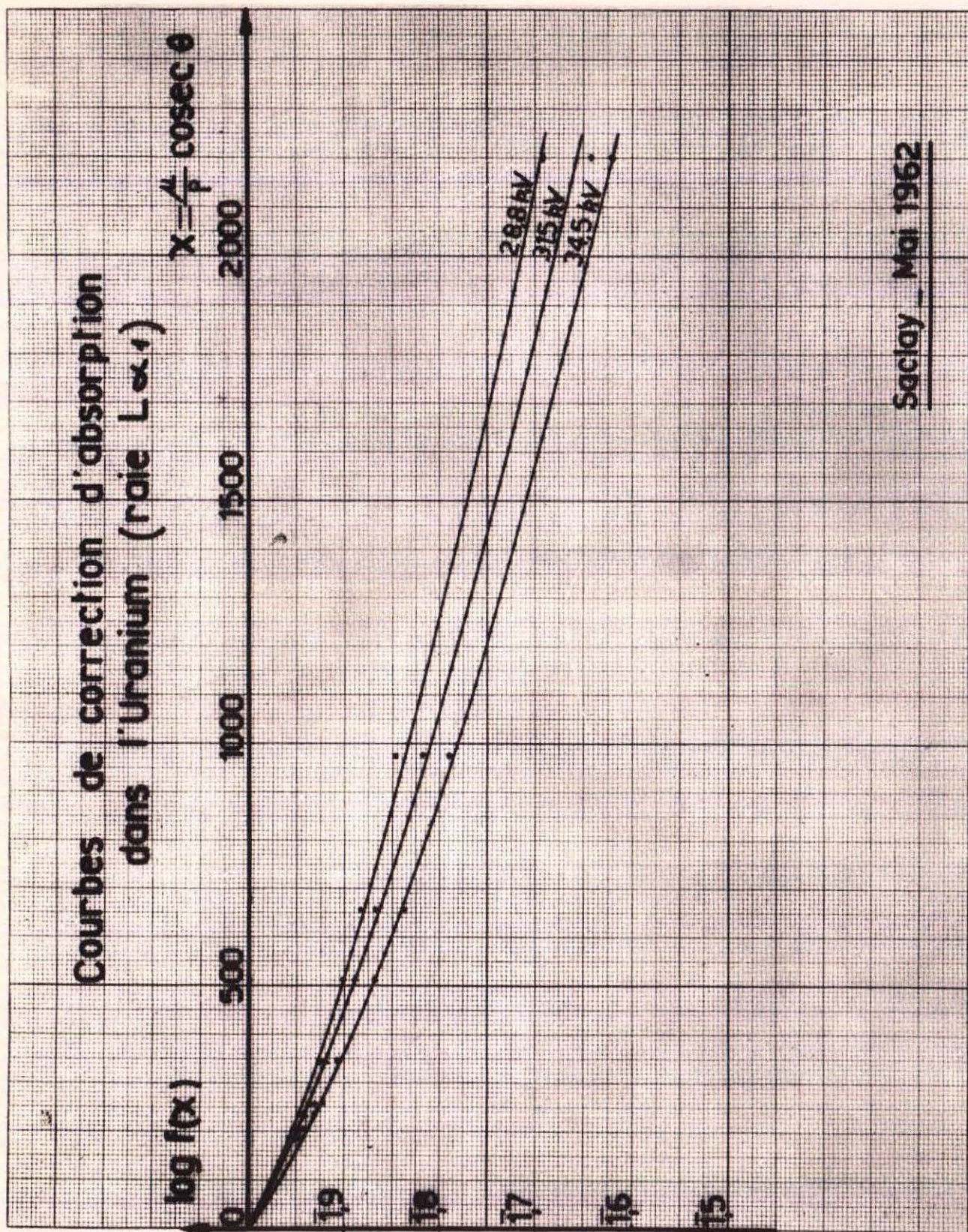
Sn L $\alpha$



Pb L $\alpha$

plage balayée 200 $\mu$  x 200 $\mu$





Saclay - Mai 1962

- Fig. 10 -



# Courbes de correction d'absorption dans le Molybdène (raie $L\alpha_1$ )

$$X = \frac{A}{\rho} \cos \sec \theta$$

10000  
5000

Log  $\mu(X)$

0  
1,9  
1,8  
1,7  
1,6  
1,5

12 kV

14,4 kV

17,2 kV

20 kV

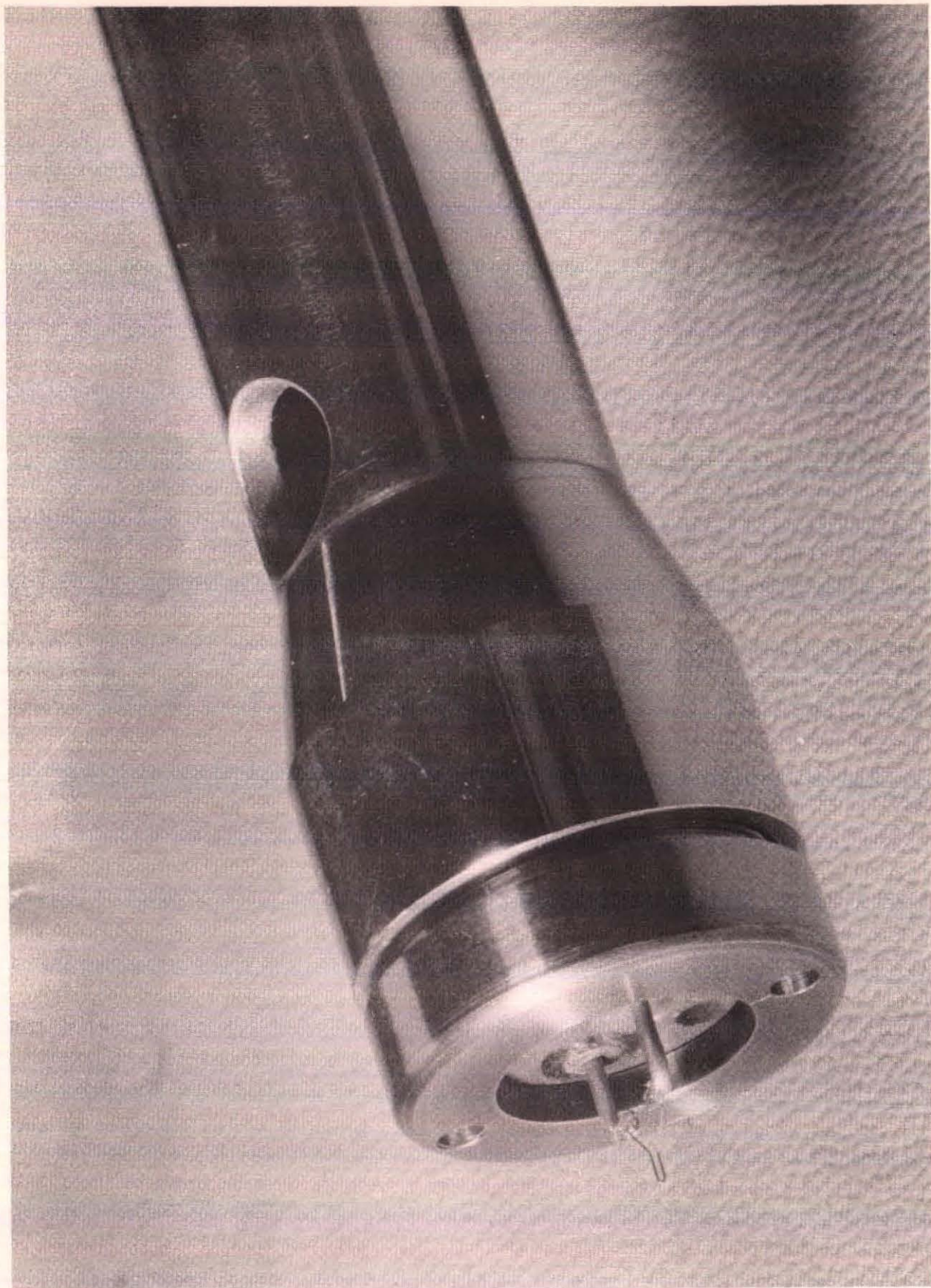
--- Courbes déterminées à l'aide de la raie  $K\alpha_1$   
pour les tensions respectives de :

- 25,5 kV
- 28,5 kV
- 31,2 kV
- 34,5 kV

- 20 kV
- ▲ 17,2 kV
- 14,4 kV
- × 12 kV

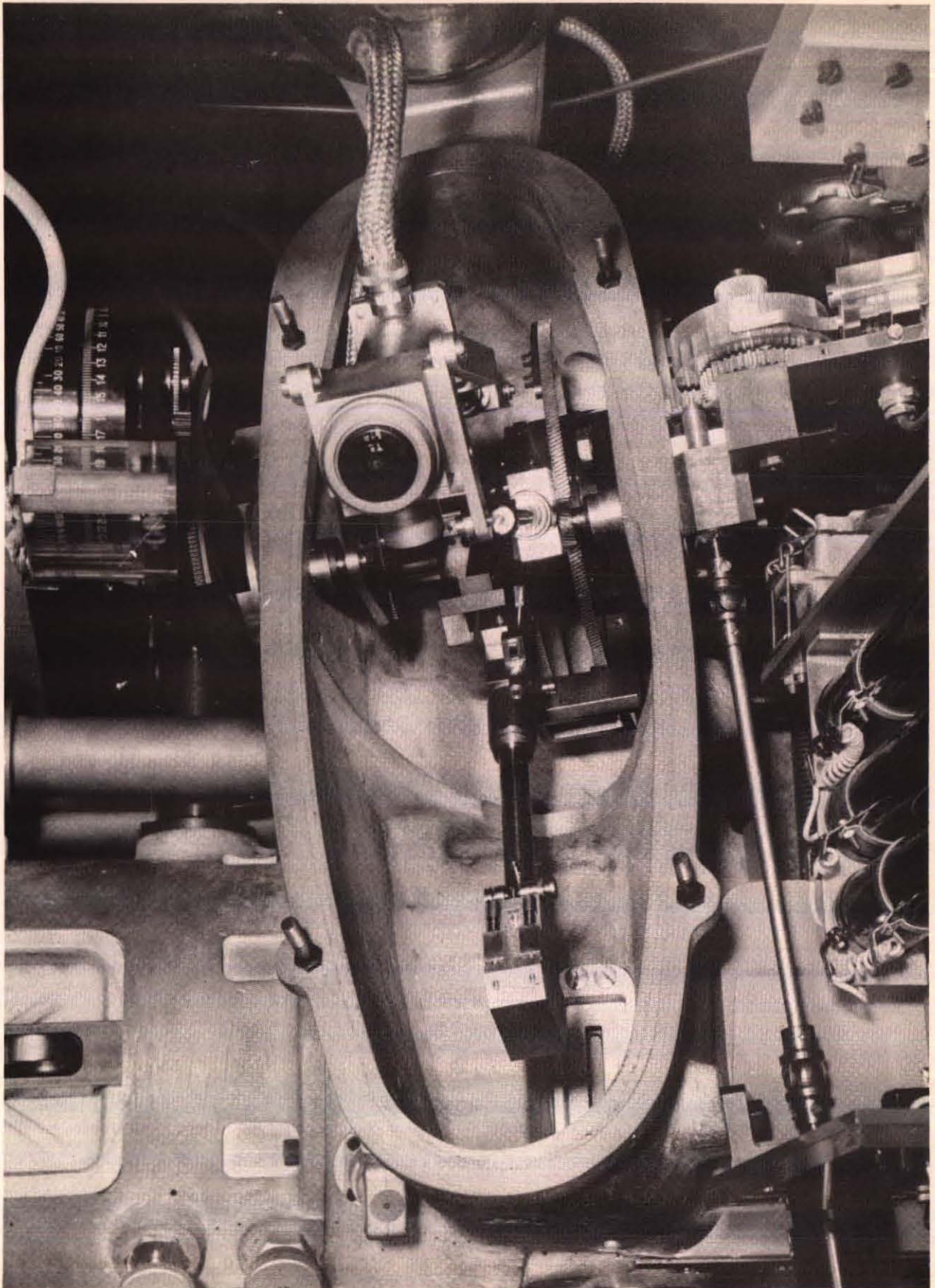
- Fig. 11 -





- Fig. 12 -



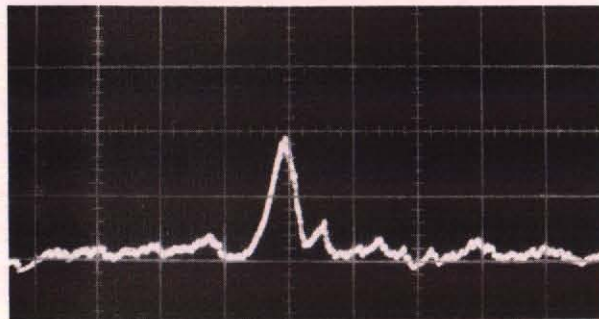


- Fig. 13 -



E.575

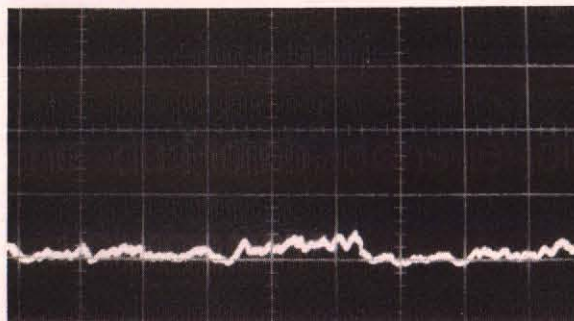
# Recherche du Plomb dans le joint d'un bicristal d'aluminium



Pb L $\alpha$



← 1<sup>er</sup> passage  
Micrographie optique



Pb L $\alpha$



← 4<sup>er</sup> passage  
Micrographie optique

Ligne balayée : 100microns en 24secondes.

E.575

Recherche du Plomb dans le joint d'un  
bicristal d'aluminium.



Pb L $\alpha$



Bi L $\alpha$



← 3<sup>e</sup> passage  
Micrographie optique

Ligne balayée : 100microns en 24secondes



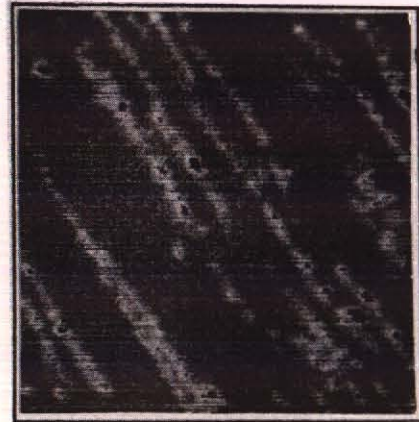
E 577

ETUDE DES SÉGRÉGATIONS  
DU ZIRCALLOY 2  
traité 400h à 575°

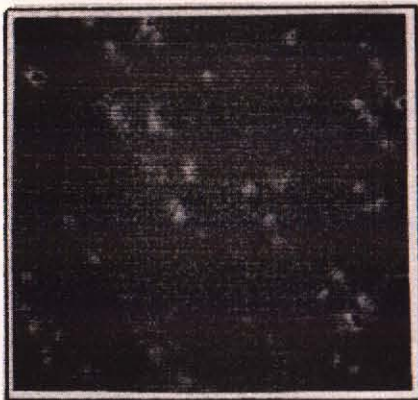
HT= 28,5 KV



micrographie optique



Fe  $K\alpha$



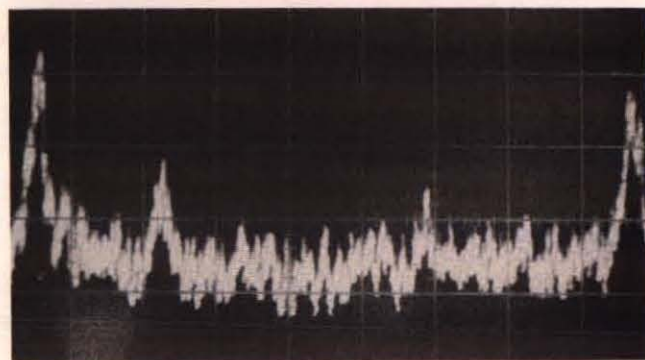
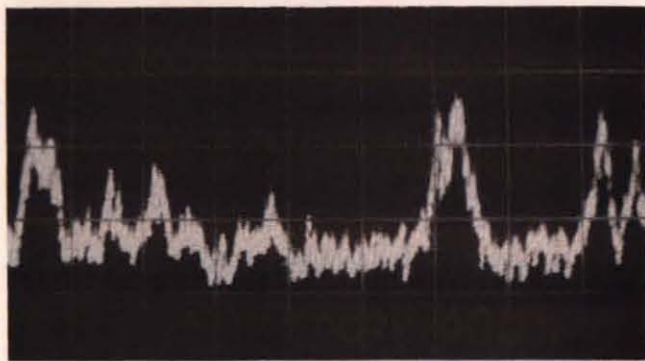
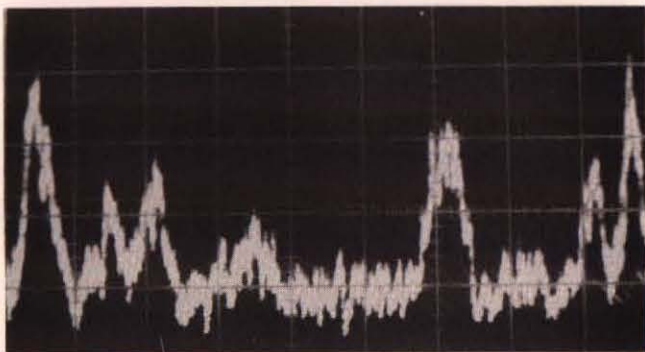
Ni  $K\alpha$



Cr  $K\alpha$

PLAGE BALAYÉE 100 $\mu$  x 100 $\mu$

E 577  
SEGRÉGATIONS DANS DU ZIRCALLOY 2  
traité 400h à 575°  
HT: 28,5 KV

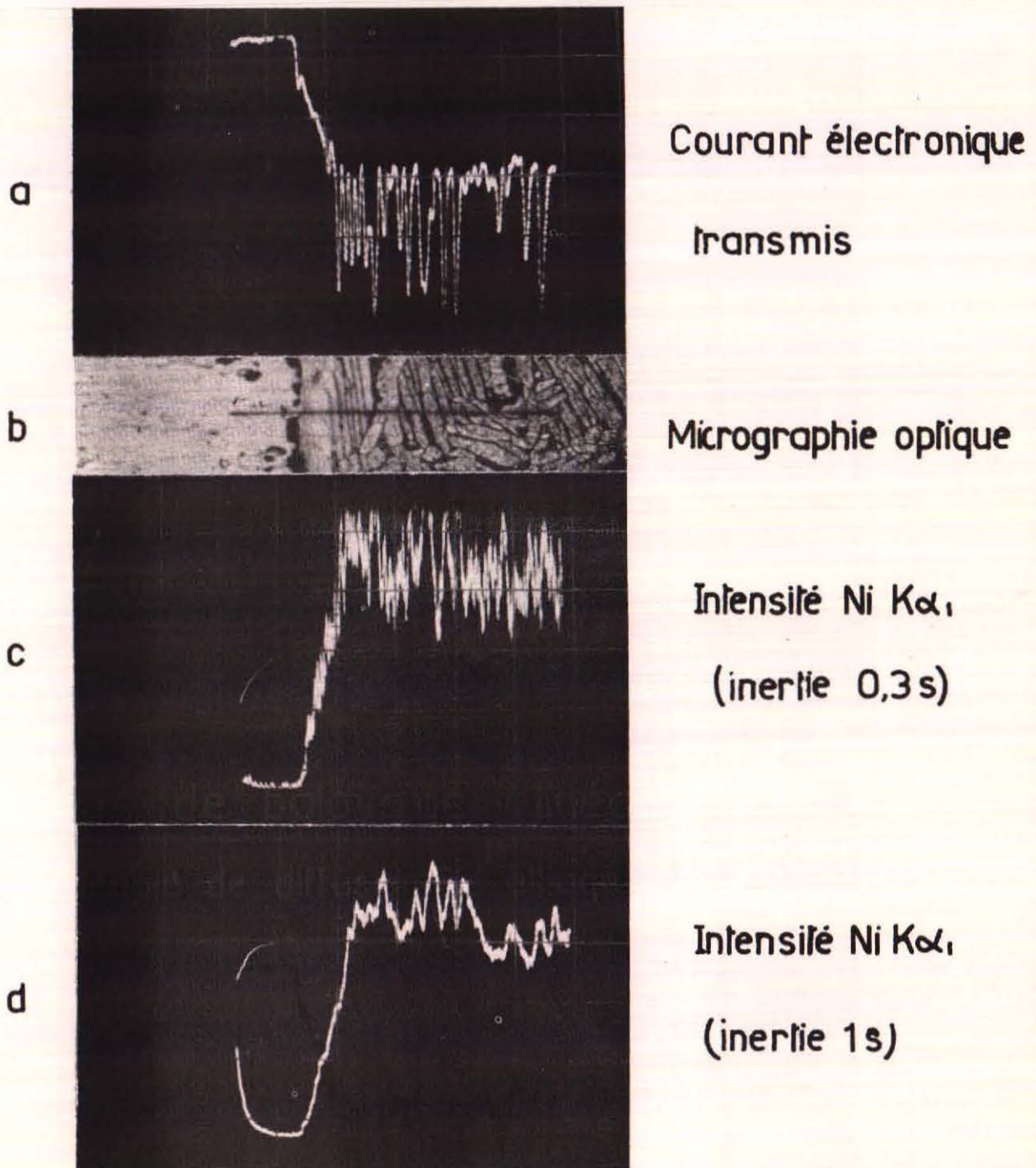


balayage linéaire: 100  $\mu$  - 24 secondes



Essais de balayage linéaire E.566

Couple de diffusion Be-alliage Be.Ni



Ligne balayée : 300 microns en 24 secondes.

*Edité par  
le Service de Documentation du C.E.A.  
Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay  
Boîte Postale n° 2 - GIF-sur-YVETTE (S.-et-O.)  
France.*