

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE

CENTRE D'ETUDES NUCLEAIRES DE SACLAY

Service de Documentation

F91191 GIF SUR YVETTE CEDEX

CEA-CONF -- 7896

M 2

MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DU CARBURE DE BORE AVANT
ET APRES IRRADIATION AUX ELECTRONS

STOTO, T.; ZUPPIROLI, L.

-CEA, CEN FAR, SESI

BEAUVY, M.; ATHANASSIADIS, T.

-CEA, CEN Saclay, Lab. Mat. Abs.

Communication présentée à : 27. Colloquium on metallurgy
Saclay (France)

18-20 Jun 1984

MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DU CARBURE DE BORE AVANT ET APRES IRRADIATION AUX
ELECTRONS

T. STOTO, L. ZUPPIROLI

Section d'Etude des Solides Irradiés, Centre d'Etudes Nucléaires, B.P. n°6,
92260 Fontenay-aux-Roses, France.

M. BEAUVY*, T. ATHANASSIADIS

Laboratoire des Matériaux Absorbants, Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay,
91191 Gif-sur-Yvette, France

Summary : The microstructure of boron carbide has been studied by electron microscopy and related to the composition of the material. After electron irradiations in an usual transmission electron microscope and in a high voltage electron microscope at different temperatures and fluxes no change of these microstructures have been observed but a sputtering of the surface of the samples, which has been studied quantitatively.

Résumé : Nous avons étudié la microstructure du carbure de bore par microscopie électronique en relation avec la composition du matériau. Après des irradiations électroniques conduites dans un microscope électronique à transmission conventionnel et dans un microscope à haute tension nous n'avons pas observé de changements de ces microstructures, mais une pulvérisation de la surface des échantillons, que nous avons étudiée quantitativement.

1. INTRODUCTION

Le carbure de bore est une céramique d'intérêt industriel et nucléaire. C'est un matériau réfractaire, très dur et un efficace absorbant de neutrons. Grâce à sa dernière propriété il est utilisé comme élément de contrôle dans plusieurs réacteurs de fission ; on en envisage aussi l'utilisation dans les réacteurs de fusion.

Ce matériau existe dans un large domaine de stoechiométrie ($B_4C - B_9C$) ; au voisinage de la limite de phase du carbone libre peut aussi être présent. Nous avons étudié le carbure de bore par microscopie électronique avec le souci de caractériser ce matériau très désordonné dont les propriétés varient soit avec la composition, soit avec le mode de fabrication et au même temps de connaître son comportement sous irradiation.

* Adresse actuelle : DECPu, Centre d'Etudes Nucléaires de Cadarache, B.P. n° 1,
13115 Saint-Paul-Lez-Durance, France

Un premier effort, dans ce sens, a été l'étude systématique des microstructures en fonction de la composition, un autre effort a consisté à étudier le rôle des défauts ponctuels créés par irradiation dans l'endommagement du carbure de bore.

2. CARACTERISATION

Nous avons caractérisé la microstructure d'échantillons frittés de carbure de bore de composition variable entre $B_{3,72}C$ et $B_{5,41}C$ plus quelques pourcent de carbone libre. Ce matériau a un caractère polycristallin : tous les échantillons montrent des grains à taille variable entre 1 et 100 μm [1]. Dans tous les échantillons nous avons observé la présence de macles : c'est un phénomène courant dans les structures rhomboédriques [1]. Pourtant, dans certains échantillons la densité de ces défauts est telle que la distance entre plans de macles est de l'ordre de 10 nm comme le montre la figure 1.

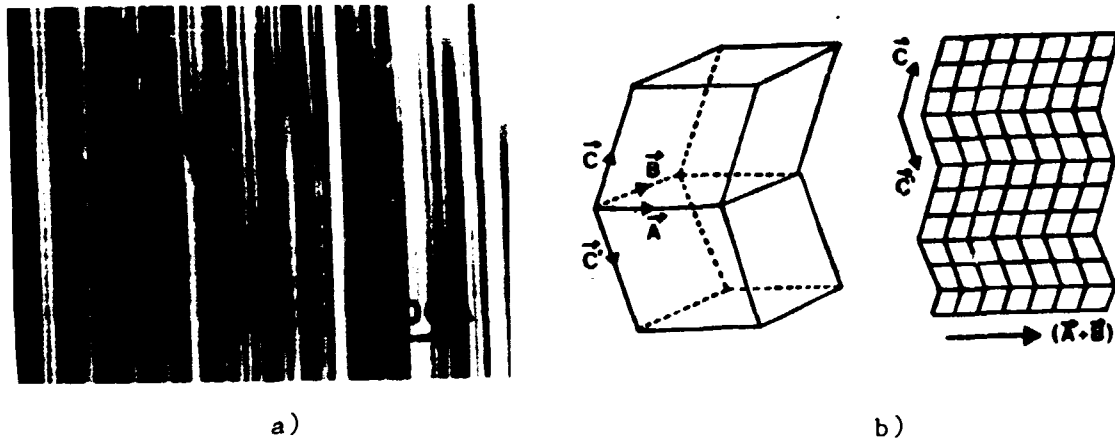


FIG. 1 - Micromacles dans un échantillon de composition $B_{4,2}C$ observées par microscopie électronique à 100 keV - a) et représentation schématique des macles dans le carbure de bore - b) A, B, C, sont les trois vecteurs de la maille rhomboédrique, (A, B) est le plan de macle [1].

Nous avons montré que cette structure lamellaire micromaclée est probablement liée à la présence du carbone libre. Les valeurs mesurées de la surface spécifique des macles sont consignées sur le tableau 1 : elles augmentent avec le pourcentage de carbone libre mesurées par diffraction X [1].

TABLEAU 1 - Surfaces spécifiques des macles en fonction du taux de carbone.

Echantillon	Taux de carbone libre (at %)	Surface spécifique des macles (cm^2/cm^3)
$B_{3,8}C$	0,7	$4,8 \times 10^5$
$B_{3,92}C$	0,6	$2,9 \times 10^5$
$B_{4,2}C$	< 0,2	$1,3 \times 10^5$
$B_{5,41}C$	0	$0,6 \times 10^5$

Ceci confirme l'hypothèse d'une déposition d'une partie de carbone libre aux plans de macles sous forme de quelques couches atomiques de graphite [1].

3. IRRADIATION AUX ELECTRONS

Le comportement du carbure de bore sous irradiation neutronique, son gonflement et sa microfracturation [3], ont suscité l'intérêt des chercheurs travaillant sur les matériaux des réacteurs nucléaires.

Avec le souci de comprendre comment les défauts d'irradiation interviennent dans l'évolution de la microstructure du carbure de bore nous avons irradié des échantillons de cette céramique de différentes compositions, par des électrons de 1 MeV, à trois températures (20 K, 300 K, 1000 K) et à des flux instantanés capables de produire des endommagements jusqu'à 3 d.p.a., grâce au microscope à haute tension du Département de Métallurgie de Grenoble [2].

Les observations conduites pendant les irradiations à 1 MeV et des observations ultérieures à 100 keV n'ont pu mettre en évidence le moindre signe d'accumulation des défauts ponctuels en amas, ni sur les images des zones irradiées, ni sur les clichés de diffraction. Le seul effet dû à l'irradiation est une courbure anisotrope de la lame mince et une attaque inhomogène de la surface [2].

En vue d'une utilisation éventuelle du carbure de bore dans les réacteurs de fusion, dans lesquels un effet limitatif est la pulvérisation de la surface par les ions du plasma. Nous avons conduit des expériences de pulvérisation sur le carbure de bore par des électrons de 100 keV. Ce phénomène est bien évident à cette énergie et il produit le développement d'une microstructure superficielle qui varie en fonction de la composition de l'échantillon et de son homogénéité la figure 2 en montre un exemple.

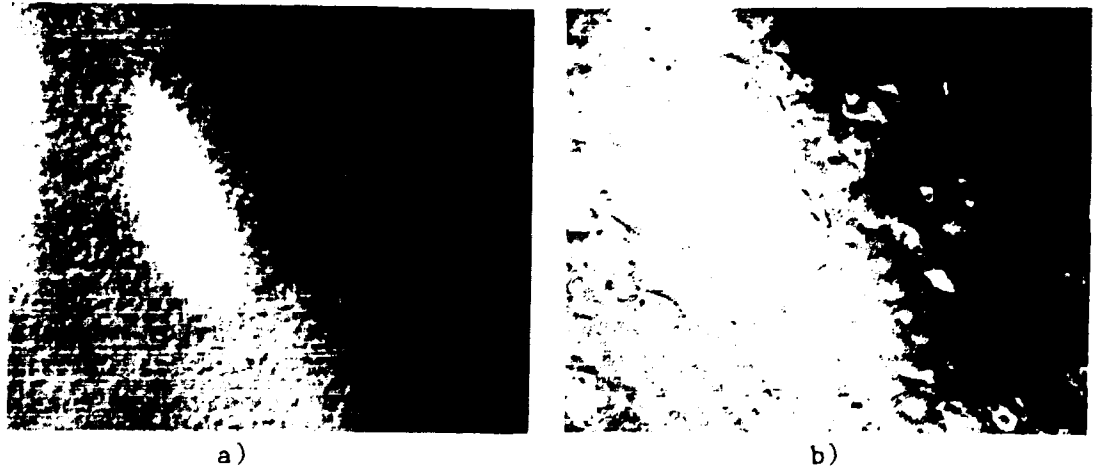


FIG. 2 - Aspect de la surface d'un échantillon de composition $B_{3,86}C$ contenant 0,9 at. % de carbone libre avant - a) et après - b) une irradiation prolongée aux électrons de 100 keV à l'ambiante.

Nous avons calculé le taux de pulvérisation (rapport entre le nombre des atomes éjectés et le nombre des électrons incidents) après avoir mesuré la vitesse de recul d'un trou après une irradiation prolongée.

Pour un flux instantané de l'ordre de 10^{21} électrons $cm^{-2} s^{-1}$ un échantillon de composition $B_{3,56}C$ contenant 1,5 at. % de carbone libre et un échantillon de composition $B_{5,41}C$ se pulvérisent avec des taux de pulvérisation de 3×10^{-8} et 8×10^{-8} atomes par électron respectivement. Les valeurs obtenues sont déterminées à un facteur 3 ou 4 près lié aux incertitudes sur les valeurs des flux électroniques et elles sont en accord avec les résultats de pulvérisation par des ions (4,5).

4. CONCLUSION

Les informations que nous avons obtenues concernent seulement des échantillons frittés de composition proche de B_4C plus éventuellement quelques pourcent de carbone libre. Nous envisageons d'étudier le carbure de bore dans l'ensemble de son large domaine d'existence ($B_6C - B_4C$) sur des échantillons préparés de

façons différentes (frittage, fusion par bombardement électronique, dépôt chimique). Nous pourrions ainsi corréler la microstructure et le comportement sous irradiation de ce matériau à la composition et au mode de fabrication.

5. BIBLIOGRAPHIE

- [1] ZUPPIROLI (L.), KORMANN (R.) et LESUEUR (D.), Rapport C.E.A., 1983, CEA-R-5237.
- [2] STOTO (T.), ZUPPIROLI (L.), et PELISSIER (J.), à paraître dans Radiation Effects, 1984.
- [3] ZUPPIROLI (L.), Effets de l'irradiation sur le carbure de bore : gonflement et microfracturation ; cette conférence.
- [4] ROTH (J.), BOHDANSKY (J.), et MARTINELLI (A.P.), Radiation Effects, 1980, 48, 213.
- [5] BOHDANSKY (J.), BAY (H.L.), et GUTENBERGER (W.), Journal of Nuclear Materials, 1978, 163, 76-77.