



Développement d'un outil couplé d'analyse élémentaire et morphologique adapté au solide divisé

La synthèse et l'élaboration des poudres et matériaux poreux est une problématique partagée par de nombreux secteurs industriels tels que les catalyseurs, les composites, la cimenterie. La métallurgie des poudres est également au cœur des procédés de l'industrie nucléaire, en particulier des procédés de traitement / re-fabrication de combustibles.

Une caractérisation physicochimique précise est essentielle pour la compréhension du comportement de ces matériaux en service et la maîtrise des procédés d'élaboration. Selon le procédé, les poudres formées sont généralement composées de particules de tailles et de formes différentes. La polydispersité, la morphologie et la composition élémentaire des solides sont des paramètres majeurs vis-à-vis de la réactivité des poudres, en particulier à travers les étapes, de transport, filtration, calcination et de frittage de ces poudres, qui sont sensibles aux phénomènes d'agglomération et de ségrégation.

Ce projet de recherche met l'accent sur la maîtrise et l'adaptation des techniques analytiques non destructives aux différentes poudres obtenues. En effet, actuellement la quantification élémentaire par microanalyse des poudres brutes « en l'état » est entachée d'erreur en raison de la géométrie non plane de la surface du matériau. Une telle analyse nécessite donc une corrélation morphologique précise. L'objectif de la thèse est le développement de modèles de correction géométrique pour la microanalyse X (EDS, WDS, microsonde) sur poudre, par simulation Monte-Carlo. Ce travail s'appuiera sur des poudres étalons, inactives et uranifères, de compositions et de formes variées, et leurs mélanges synthétisés par différents laboratoires contribuant au développement des procédés. Ces étalons permettront d'appréhender la mesure des éléments constitutifs en fonction de la forme et de la taille des poudres et de valider les modèles géométriques développés dans des configurations représentatives des cas de figure concrètement rencontrés en microanalyse, avant la transposition de la microanalyse couplée ainsi optimisée aux cas de composés plutonifères et à base d'actinides mineurs.

Formation : Master ou école d'ingénieur, sciences chimiques, sciences physiques, sciences des matériaux

Encadrement universitaire : Ecole doctorale UPMC ED 388

Dr. Philippe JONNARD

Directeur de Recherche - CNRS

Laboratoire de Chimie Physique - Matière et Rayonnement

CNRS UMR 7614, Université Pierre et Marie Curie

Philippe.jonnard@upmc.fr

<http://www.lcpmr.upmc.fr/themes-A2.php>

4 place Jussieu, F-75252 Paris Cedex 05, France

tel : +33 (0)1 44 27 63 03

Encadrant industriel : Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA) :

Emmanuelle Brackx

Ingénieur chercheur

Laboratoire de Métallographie et d'Analyse Chimique

Service génie chimique et système

Emmanuelle.brackx@cea.fr

CEA Marcoule

BP 17171

30207 Bagnols sur Cèze

Tel : +33 (04) 66 33 92 54

Le financement de l'étudiant en thèse sera effectué par le projet de recherche avec le soutien du CEA. La localisation de travail de l'étudiant sera au Laboratoire de Métallographie et d'Analyse Chimique du CEA centre de MARCOULE. Des collaborations avec l'IFPEN seront menées afin de développer les outils de travail pour la modélisation Monté Carlo.



Development of coupled tools adapted to the analysis of overall shape and microanalysis of divided solids

The synthesis and preparation of porous powders and materials is an issue common to many industrial sectors, including those involved in catalysts, composites, or cements. Powder metallurgy is also at the heart of nuclear industry processes, in particular processes for the treatment/re-fabrication of future fuels such as UAmO₂ or MOX composites, the WAR process, etc.

An accurate physical and chemical characterization is essential in order to understand the way these materials will behave in service and how to control the preparation processes. Depending on the technique employed, the powders formed are generally made up of particles with different sizes and shapes. The polydispersity, the morphology and the element composition of the solids are major parameters as concerns the powder reactivity. This is particularly important as the material passes through the transport, filtration, calcination and sintering stages, given that the powders are highly sensitive to phenomena of agglomeration and of segregation.

This research project will focus on mastering and adapting non destructive analytical techniques to the different powders obtained. At present, raw powder element quantification by microanalysis is hampered by errors caused by the uneven (non flat) surface geometry of the material. Such analyses therefore require a highly accurate morphological correlation. The objective of the thesis is the development of geometrical correction models for powder microanalysis (EDS, WDS, microprobe), by Monte-Carlo simulation. The study will be based on inactive uranium-containing standard powders with varying compositions and shapes, and mixtures of them synthesized by different laboratories which are contributing to process development. These standards will enable management of the composition element measurements depending on the shape and the size of the powders, and validation of the geometrical models developed in typical representative configurations encountered in microanalysis. This will be followed by the transposition of the coupled microanalysis thus optimized to compounds containing plutonium and to those based on minor actinides.

Background: Masters or Engineering school degree in chemical sciences, physical sciences, materials sciences

University supervision: Ecole doctorale UPMC ED 388

Dr. Philippe JONNARD

Directeur de Recherche - CNRS

Laboratoire de Chimie Physique - Matière et Rayonnement

CNRS UMR 7614, Université Pierre et Marie Curie

Philippe.jonnard@upmc.fr

<http://www.lcpmr.upmc.fr/themes-A2.php>

4 place Jussieu, F-75252, F-75231 Paris Cedex 05, France

tel : +33 (0)1 44 27 63 03

Industrial supervision: Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA) :

Emmanuelle Brackx

Ingénieur chercheur

Laboratoire de Métallographie et d'Analyse Chimique

Service génie chimique et système

Emmanuelle.brackx@cea.fr

CEA Marcoule

BP 17171

30207 Bagnols sur Cèze

Tel : +33 (04) 66 33 92 54

Funding for the PhD student will be provided by CEA. The work location of the student will be at the Laboratory of Metallography and Chemical Analysis of CEA center of MARCOULE. Collaborations with IFPEN will be carried out in order to develop the working tools for Monte Carlo simulations.