



(21) 申请号 202110729435.X

(22) 申请日 2021.06.29

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 113552144 A

(43) 申请公布日 2021.10.26

(73) 专利权人 中国原子能科学研究院

地址 102413 北京市房山区新镇三强路1号
院

(72) 发明人 钱进 卞伟 郭一帆 郭丽娜

梁政强

(74) 专利代理机构 北京英创嘉友知识产权代理

事务所(普通合伙) 11447

专利代理师 董琳

(51) Int. Cl.

G01N 23/04 (2018.01)

G01N 23/2008 (2018.01)

G01N 1/32 (2006.01)

G01N 1/28 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 110681925 A, 2020.01.14

陈雷英等. GaN薄膜材料TEM样品的制备.《半
导体技术》. 2008,

审查员 王瑞

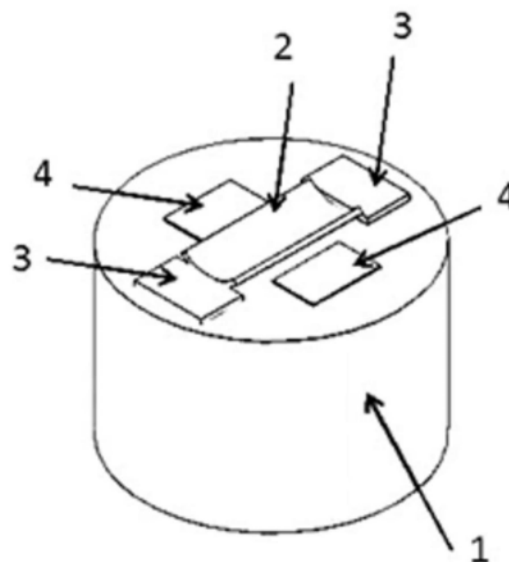
权利要求书1页 说明书5页 附图4页

(54) 发明名称

一种制备压水堆乏燃料棒包壳管透射电镜
薄片样品的方法

(57) 摘要

本公开涉及一种制备压水堆乏燃料棒包壳管透射电镜薄片样品的方法,该方法包括将包壳管的弧形待测样品和第一参考厚度片固定至样品台的表面,第一参考厚度片的厚度大于弧形待测样品的壁厚;根据第一参考厚度片的厚度,将弧形待测样品的内壁进行切削处理;将切削内壁后的样品的切削面与第一参考厚度片进行第一机械减薄处理;使内壁减薄后的样品和第二参考厚度片固定至样品台的表面;内壁减薄后的样品的磨光面朝向样品台,第二参考厚度片的厚度与最终样品的厚度一致;根据第二参考厚度片的厚度,对内壁减薄后的样品的外壁进行第二机械减薄处理。本发明的方法可以有效地控制样品薄片的厚度,减少制备过程对人员的辐射剂量。



1. 一种制备压水堆乏燃料棒包壳管透射电镜薄片样品的方法,其特征在于,该方法包括:

S1、将包壳管的弧形待测样品和第一参考厚度片固定至样品台的表面,其中,所述第一参考厚度片的厚度大于所述弧形待测样品的壁厚,所述弧形待测样品的外壁朝向所述样品台;

S2、根据所述第一参考厚度片的厚度,将所述弧形待测样品的内壁进行切削处理,得到切削内壁后的样品;

S3、将所述切削内壁后的样品的切削面与所述第一参考厚度片一起进行第一机械减薄处理,得到内壁减薄后的样品;其中采用磨抛仪进行所述第一机械减薄处理,直至所述内壁形成平面;

S4、使所述内壁减薄后的样品和第二参考厚度片分别固定至所述样品台的表面;其中,所述内壁减薄后的样品的磨光面朝向所述样品台,所述第二参考厚度片的厚度与最终样品的厚度一致;

S5、根据所述第二参考厚度片的厚度,对所述内壁减薄后的样品的外壁进行第二机械减薄处理。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤S1中,采用粘结剂将所述弧形待测样品和所述第一参考厚度片与所述样品台固定连接;所述粘结剂选自石蜡、松香和合成树脂胶粘剂中的一种或几种。

3. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述第一参考厚度片的个数为1-4个,所述第一参考厚度片分别设置在所述弧形待测样品的弧形边的两侧。

4. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤S2包括:采用低速锯对所述弧形待测样品的内壁进行切削处理,以切削除去所述弧形待测样品高于所述第一参考厚度片的部分。

5. 根据权利要求4所述的方法,其中,所述样品台的底面具有与所述低速锯适配的安装孔。

6. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤S3中,所述内壁减薄后的样品与所述第一参考厚度片具有相同的厚度。

7. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述样品台的形状和尺寸与所述磨抛仪相匹配。

8. 根据权利要求1所述的方法,其中,步骤S5包括:采用磨抛仪进行所述第二机械减薄处理,直至所述第二参考厚度片的表面出现磨损;

经所述第二机械减薄处理得到的电镜薄片样品的厚度为0.1-0.2mm。

9. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述第一参考厚度片和所述第二参考厚度片材料各自独立地选自Fe、Al、Cu或Mo。

10. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述包壳管的厚度为0.57-0.70mm,所述第一参考厚度片的厚度较所述弧形待测样品的壁厚大0-0.1mm。

11. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述弧形待测样品的圆心角为45-180°;沿所述包壳管的轴向进行剖切得到所述包壳管的弧形待测样品。

12. 根据权利要求1所述的方法,其中,在热室或手套箱内进行所述步骤S1-步骤S5。

一种制备压水堆乏燃料棒包壳管透射电镜薄片样品的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及透射电子显微镜样品制备领域,尤其是涉及一种制备压水堆乏燃料棒包壳管透射电镜薄片样品的方法。

背景技术

[0002] 通常情况下,压水堆燃料棒直径范围为9.5-10mm,包壳壁厚范围0.57-0.70mm,经辐照后,乏燃料棒包壳管存在较高放射性,需要在热室和手套箱内开展辐照后检验。透射电镜样品制样过程中,一般首先需要制备厚度0.1-0.2mm的薄片(薄片厚度通过测量方式检测),薄片宽度大于3mm,然后在薄片上,冲样制成直径为3mm透射电镜样品。

[0003] 辐照后检验领域,为了深入研究压水堆燃料包壳管材料辐照后性能,需要开展包壳管材料透射电镜分析,因此,需要预先制备包壳管透射电镜薄片样品。为了反映包壳管材料真实辐照后微观组织,需要避免包壳材料出现机械弯曲变形。

[0004] 由于燃料包壳管放射性剂量高,样品数量有限,因此在包壳管透射电镜样品制样过程中,要求在保障样品制样成功率的基础上,尽可能减少人员辐射剂量。对于燃料包壳管薄片样品制备方法,目前国内外缺乏相关的技术资料介绍。

发明内容

[0005] 本公开的目的是提供一种制备压水堆乏燃料棒包壳管透射电镜薄片样品的方法,该方法可以有效地控制样品薄片的厚度,减少制备过程对人员的辐射剂量。

[0006] 为了实现上述目的,本公开提供一种制备压水堆乏燃料棒包壳管透射电镜薄片样品的方法,该方法包括:

[0007] S1、将包壳管的弧形待测样品和第一参考厚度片固定至样品台的表面,其中,所述第一参考厚度片的厚度大于所述弧形待测样品的壁厚,所述弧形待测样品的外壁朝向所述样品台;

[0008] S2、根据所述第一参考厚度片的厚度,将所述弧形待测样品的内壁进行切削处理,得到切削内壁后的样品;

[0009] S3、将所述切削内壁后的样品的切削面与所述第一参考厚度片一起进行第一机械减薄处理,得到内壁减薄后的样品;

[0010] S4、使所述内壁减薄后的样品和第二参考厚度片分别固定至所述样品台的表面;其中,所述内壁减薄后的样品的磨光面朝向所述样品台,所述第二参考厚度片的厚度与最终样品的厚度一致;

[0011] S5、根据所述第二参考厚度片的厚度,对所述内壁减薄后的样品的外壁进行第二机械减薄处理。

[0012] 步骤S1中,采用粘结剂将所述弧形待测样品和所述第一参考厚度片与所述样品台固定连接;所述粘结剂选自石蜡、松香和合成树脂胶粘剂中的一种或几种。

[0013] 可选地,所述第一参考厚度片的个数为1-4个,所述第一参考厚度片分别设置在所

述弧形待测样品的弧形边的两侧。

[0014] 可选地,步骤S2包括:采用低速锯对所述弧形待测样品的内壁进行切削处理,以切削除去所述弧形待测样品高于所述第一参考厚度片的部分;

[0015] 可选地,所述样品台的底面具有与所述低速锯适配的安装孔。

[0016] 可选地,步骤S3包括:采用磨抛仪进行所述第一机械减薄处理,直至所述内壁形成平面;所述内壁减薄后的样品与所述第一参考厚度片具有相同的厚度;

[0017] 可选地,所述样品台的形状和尺寸与所述磨抛仪相匹配。

[0018] 可选地,步骤S5包括:采用磨抛仪进行所述第二机械减薄处理,直至所述第二参考厚度片的表面出现磨损;

[0019] 经所述第二机械减薄处理得到的电镜薄片样品的厚度为0.1-0.2mm。

[0020] 可选地,所述第一参考厚度片和所述第二参考厚度片材料各自独立地选自Fe、Al、Cu或Mo。

[0021] 可选地,所述包壳管的厚度为0.57-0.7mm,所述第一参考厚度片的厚度较所述弧形待测样品的壁厚大0-0.1mm。

[0022] 可选地,所述弧形待测样品的圆心角为45-180°;沿所述包壳管的轴向进行剖切得到所述包壳管的弧形待测样品。

[0023] 可选地,在热室或手套箱内进行所述步骤S1-步骤S5。

[0024] 通过上述技术方案,本公开的方法可以满足在热室和手套箱内制备包壳管薄片样品,有效地控制薄片样品的制备厚度,同时减少对放射性样品的操作步骤,降低人员的辐射剂量。

[0025] 本公开的其他特征和优点将在随后的具体实施方式部分予以详细说明。

附图说明

[0026] 附图是用来提供对本公开的进一步理解,并且构成说明书的一部分,与下面的具体实施方式一起用于解释本公开,但并不构成对本公开的限制。在附图中:

[0027] 图1是本公开的弧形待测样品、第一参考厚度片和第二参考厚度片在样品台上的示意图。

[0028] 图2是本公开的样品台的一种具体实施方式的结构示意图。

[0029] 图3是本公开的包壳管及弧形待测样品的示意图。

[0030] 图4是本公开的方法中进行切削处理的样品设置方式的俯视图。

[0031] 图5是本公开的方法中进行切削处理的样品设置方式的侧视图。

[0032] 图6是本公开的方法中进行切削处理的示意图。

[0033] 图7是本公开的内壁减薄后的样品的示意图。

[0034] 图8是本公开的方法中进行第二机械减薄处理的样品设置方式的俯视图。

[0035] 图9是本公开的方法中进行第二机械减薄处理的样品设置方式的侧视图。

[0036] 图10是本公开的薄片样品的示意图。

[0037] 附图标记说明

[0038] 1、样品台 2、弧形待测样品 3、第一参考厚度片

[0039] 4、第二参考厚度片 5、安装孔

具体实施方式

[0040] 以下结合附图对本公开的具体实施方式进行详细说明。应当理解的是,此处所描述的具体实施方式仅用于说明和解释本公开,并不用于限制本公开。

[0041] 本公开提供一种制备压水堆乏燃料棒包壳管透射电镜薄片样品的方法,该方法包括:

[0042] S1、将包壳管的弧形待测样品和第一参考厚度片固定至样品台的表面,其中,所述第一参考厚度片的厚度大于所述弧形待测样品的壁厚,所述弧形待测样品的外壁朝向所述样品台;

[0043] S2、根据所述第一参考厚度片的厚度,将所述弧形待测样品的内壁进行切削处理,得到切削内壁后的样品;

[0044] S3、将所述切削内壁后的样品的切削面与所述第一参考厚度片一起进行第一机械减薄处理,得到内壁减薄后的样品;

[0045] S4、使所述内壁减薄后的样品和第二参考厚度片分别固定至所述样品台的表面;其中,所述内壁减薄后的样品的磨光面朝向所述样品台,所述第二参考厚度片的厚度与最终样品的厚度一致;

[0046] S5、根据所述第二参考厚度片的厚度,对所述内壁减薄后的样品的外壁进行第二机械减薄处理。

[0047] 本公开的方法能够在手套箱内制备包壳管薄片样品,首先对样品内壁进行机械磨光,再对样品外壁进行机械减薄,可以有效降低样品放射性剂量,降低后续操作难度,并减少人员接触剂量,同时可以保证样品中间部位在制样过程中厚度最大,有效避免样品在制样过程中产生变形,导致制样失败。本公开的方法中还采用第一参考厚度片定位切割位置及保护样品磨光面平整性,提高样品制样质量,采用第二参考厚度片来控制样品减薄厚度,避免通过手工测量样品厚度的环节,进一步有效地降低人员的接触量。

[0048] 在本公开的一种具体实施方式中,步骤S1中,采用粘结剂将所述弧形待测样品和所述第一参考厚度片与所述样品台固定连接;所述粘结剂选自石蜡、松香和合成树脂胶粘剂中的一种或几种。其中,合成树脂胶粘剂为本领域的技术人员所常规采用的,在此不再赘述。

[0049] 在本公开的一种具体实施方式中,所述第一参考厚度片的个数为1-4个,所述第一参考厚度片分别设置在所述弧形待测样品的弧形边的两侧。优选地,第一参考厚度片的个数为偶数个,对称的分别设置在弧形待测样品的弧形边两侧。

[0050] 在本公开的一种具体实施方式中,步骤S2包括:采用低速锯对所述弧形待测样品的内壁进行切削处理,以切削除去所述弧形待测样品高于所述第一参考厚度片的部分,使得样品厚度与第一参考厚度片的厚度相近或相同,简化操作并进一步减少人员与样品的接触并保护样品。可选地,所述样品台的底面具有与所述低速锯适配的安装孔,在一种实施方式中,安装孔为螺纹孔,以便于样品台与低速锯的安装和拆卸。低速锯为本领域的技术人员所熟知的,在此不再赘述。

[0051] 在本公开的一种具体实施方式中,步骤S3包括:采用磨抛仪进行所述第一机械减薄处理,直至所述内壁形成平面;所述内壁减薄后的样品与所述第一参考厚度片具有相同的厚度。本公开的方法采用第一参考厚度片来定位切割位置及保护样品磨光面的平整性,

并结合磨抛仪的使用,以简化操作进一步减少人员与样品的接触,并可以提高制样质量。可选地,所述样品台的形状和尺寸与所述磨抛仪相匹配。磨抛仪为本领域的技术人员所熟知的,在此不再赘述。

[0052] 在本公开的一种具体实施方式中,步骤S4中所述第一参考厚度片位于所述内壁减薄后的样品直边两侧,以提高在进行第二机械减薄处理时样品磨光的稳定性,进一步提高磨光面平整度。在一种实施方式中,保持所述第一参考厚度片的位置不变,调整所述第一参考厚度片与所述内壁减薄后的样品的相对位置关系,使所述第一参考厚度片位于所述内壁减薄后的样品直边两侧。

[0053] 在本公开的一种具体实施方式中,步骤S5包括:采用磨抛仪进行所述第二机械减薄处理,直至所述第二参考厚度片的表面出现磨损。本公开的方法采用第二参考厚度片标定机械减薄处理的程度,可以通过外观检查的方法有效地监控样品减薄厚度,减少了样品制样过程中剩余高度测量环节,采用磨抛仪进行所述第二机械减薄处理,简化操作进一步有效的降低了人员接触剂量。经所述第二机械减薄处理得到的电镜薄片样品的厚度可以为0.1-0.2mm,优选为0.1-0.15mm。

[0054] 根据本公开,本公开对第一厚度参考片和第二厚度参考片的材料不做具体限制,只要是具有一定的强度并能够被机械减薄即可,例如可以为金属片,优选地,第一厚度参考片和第二厚度参考片的材料各自独立地选自Fe、Al、Cu或Mo。

[0055] 根据本公开,所述包壳管的厚度可以为0.57-0.70mm,所述第一参考厚度片的厚度较所述弧形待测样品的壁厚大0-0.1mm,优选地,所述第一参考厚度片的厚度较所述弧形待测样品的壁厚大0-0.05mm。

[0056] 根据本发明,所述弧形待测样品的圆心角可以在较大的范围内变化,例如可以为45-180°,优选为60-120°,当本公开的弧形待测样品的圆心角在上述范围内时,可以进一步降低人员接触的放射剂量。

[0057] 在本发明的一种具体实施方式中,沿所述包壳管的轴向进行剖切得到所述包壳管的弧形待测样品。

[0058] 如图1所示,在本发明的一种优选的具体实施方式中,制备压水堆乏燃料棒包壳管透射电镜薄片样品的方法包括:

[0059] S1、沿包壳管的轴向进行剖切得到弧形待测样品切割,将弧形待测样品2的外壁朝向样品台并粘接至样品台1的台面,同时将第一参考厚度片3粘结至样品台的台面,其中,第一参考厚度片3的厚度大于弧形待测样品2的壁厚;

[0060] S2、将样品台1通过安装孔5安装到低速锯上,将弧形待测样品2的内壁进行切削处理,即切割弧形待测样品上高于第一参考厚度片3的边缘部分,得到切削内壁后的样品;

[0061] S3、将样品台1安装到小型磨抛仪上,将切削内壁后的样品的切削面与所述第一参考厚度片3一起进行第一机械减薄处理,直到样品内壁磨成完整平面,得到内壁减薄后的样品,在此过程中,第一参考厚度片3跟随切削内壁后的样品磨光;

[0062] S4、将内壁减薄后的样品的磨光面朝向所述样品台1并粘接至样品台的台面,同时将第二参考厚度片4粘结固定至样品台的表面;

[0063] S5、将样品台安装到小型磨抛仪上,进行第二机械减薄处理即外壁磨光,直到观察到第二参考厚度片4出现磨损,此时样品厚度为最终样品厚度。

[0064] 下面通过实施例来进一步说明本公开,但是本公开并不因此而受到任何限制。

[0065] 从燃料棒上截取一段包壳管样品,经去芯块试验,获得空包壳管样品,空包壳管样品的放射性剂量主要来源于包壳内表面。

[0066] 第一参考厚度片和第二参考厚度片为铁片。

[0067] 实施例1

[0068] S1、如图3所示,采用低速锯配套包壳管纵剖夹具,将包壳管沿轴向剖切成圆形角为90°的弧形待测样品(如图2所示),采用石蜡将弧形待测样品固定至样品台的表面,两个第一参考厚度片分别设置在弧形待测样品的弧形边的两侧,其中第一参考厚度片的厚度为0.6mm,弧形待测样品的壁厚为0.57mm,弧形待测样品的外壁朝向样品台;

[0069] S2、如图4所示,将样品台安装到低速锯上,根据第一参考厚度片的厚度,将弧形待测样品的内壁进行切削处理,以切削除去弧形待测样品高于第一参考厚度片的部分,使得样品厚度与第一参考厚度片的厚度相近,得到切削内壁后的样品;

[0070] S3、如图5所示,将样品台安装在小型磨抛仪上,将切削内壁后的样品的切削面与第一参考厚度片一起进行第一机械减薄处理,直至内壁形成平面,得到内壁减薄后的样品;

[0071] S4、如图6所示,采用石蜡,将内壁减薄后的样品和第二参考厚度片分别固定至样品台的表面;其中,内壁减薄后的样品的磨光面朝向样品台,第二参考厚度片的厚度与最终样品的厚度一致,第二参考厚度片的厚度为0.1mm;

[0072] S5、如图7所示,将样品台安装在小型磨抛仪上,根据第二参考厚度片的厚度,对内壁减薄后的样品的外壁进行第二机械减薄处理,直至所述第二参考厚度片的表面出现磨损。

[0073] 上述步骤S1-步骤S5均在手套箱中进行。

[0074] 采用本公开的方法能够在手套箱或热室中进行,可以有效地控制样品薄片的厚度,减少制备过程对人员的辐射剂量。

[0075] 以上结合附图详细描述了本公开的优选实施方式,但是,本公开并不限于上述实施方式中的具体细节,在本公开的技术构思范围内,可以对本公开的技术方案进行多种简单变型,这些简单变型均属于本公开的保护范围。

[0076] 另外需要说明的是,在上述具体实施方式中所描述的各个具体技术特征,在不矛盾的情况下,可以通过任何合适的方式进行组合,为了避免不必要的重复,本公开对各种可能的组合方式不再另行说明。

[0077] 此外,本公开的各种不同的实施方式之间也可以进行任意组合,只要其不违背本公开的思想,其同样应当视为本公开所公开的内容。

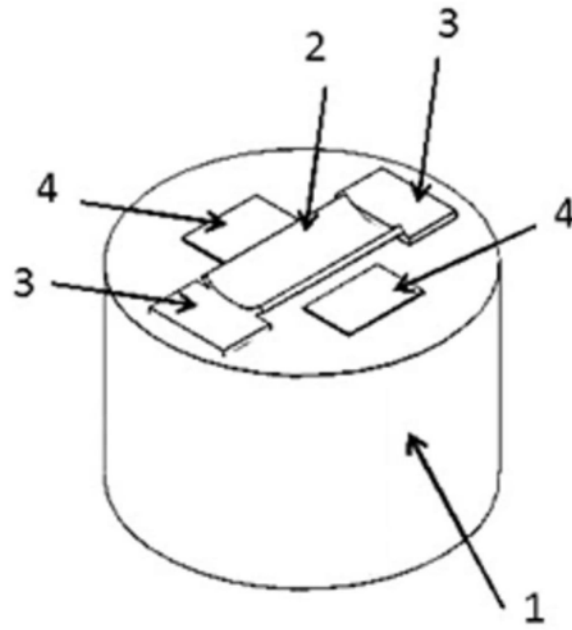


图1

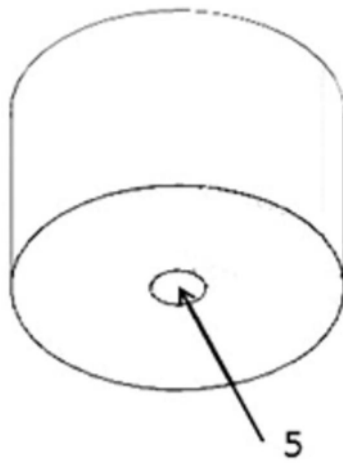


图2

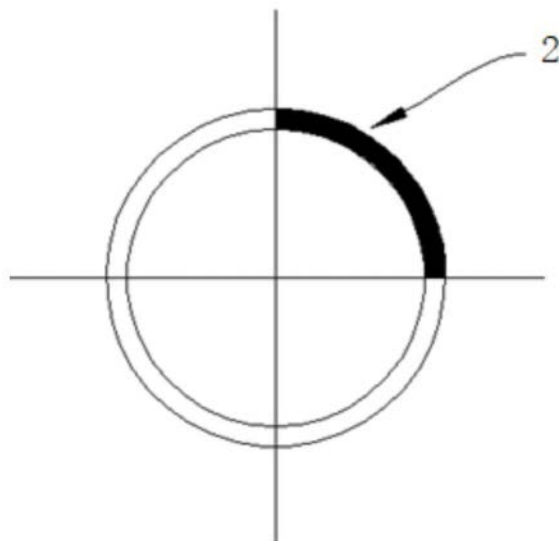


图3

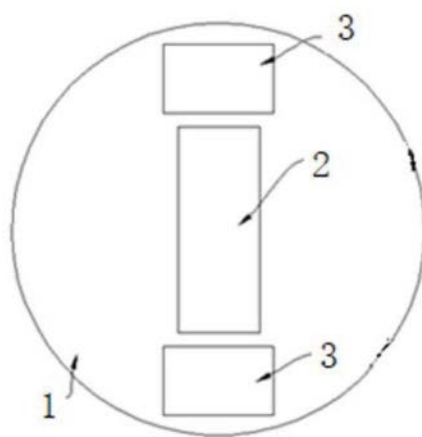


图4

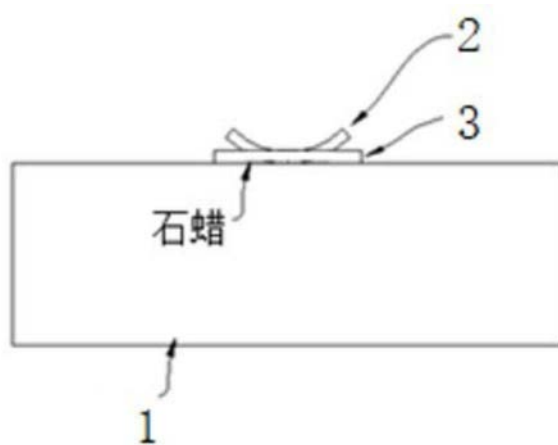


图5

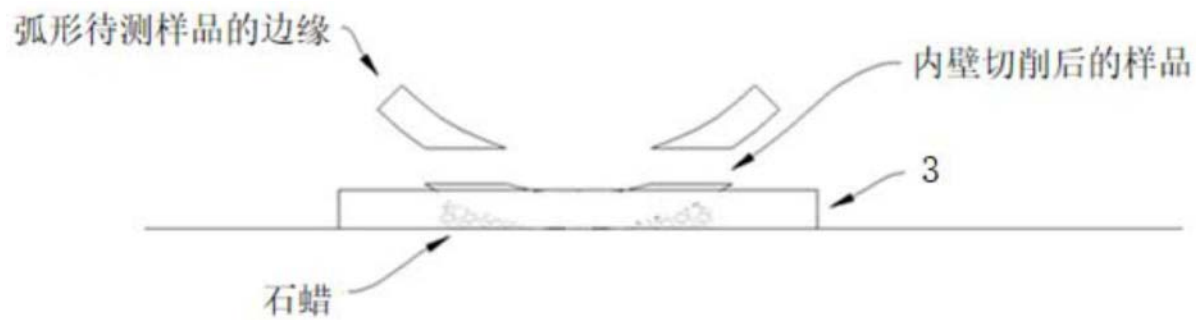


图6

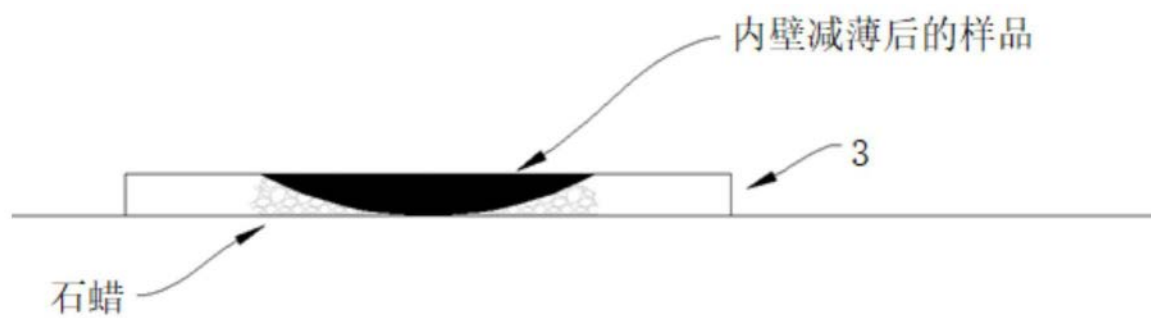


图7

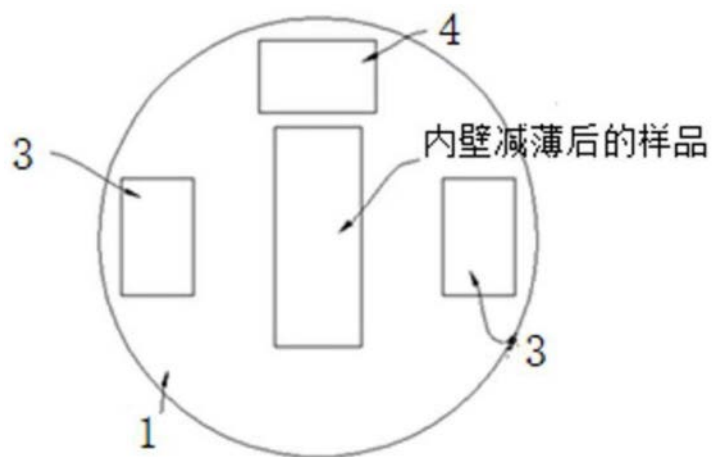


图8

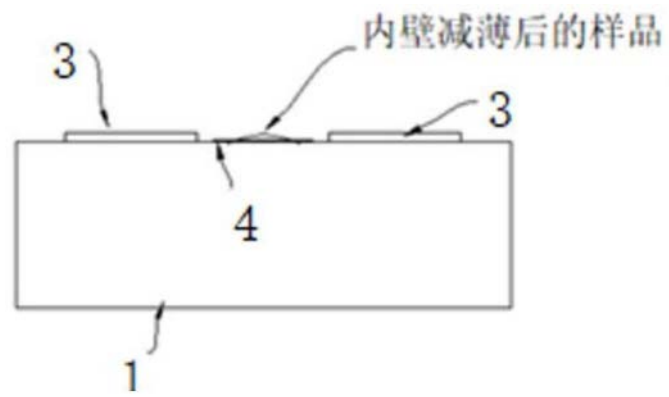


图9

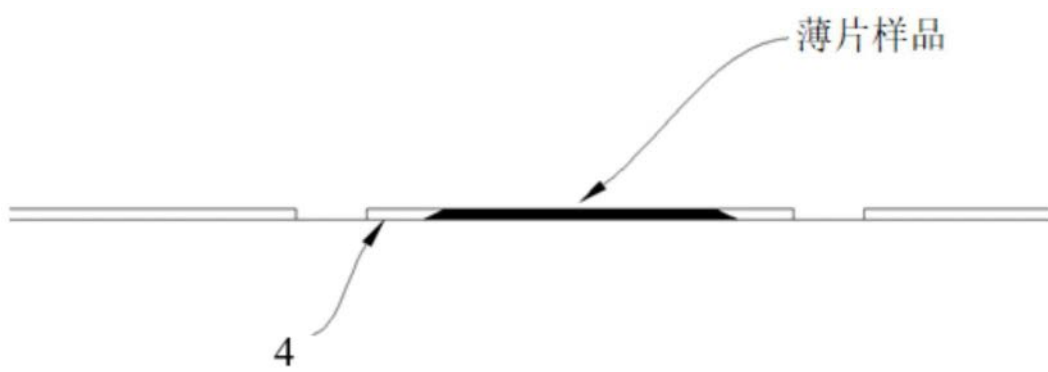


图10