
**Détermination de la teneur en carbone
dans la poudre et les pastilles frittées de
dioxyde d'uranium — Combustion dans un
four électrique à induction —
Méthodes par titrimétrie/coulométrie/
absorptiométrie infrarouge**

ISO 9891:1994

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe455140-0d79-4f53-bb72-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe455140-0d79-4f53-bb72-800e3cd9c186/iso-9891-1994)

Determination of carbon content in uranium dioxide powder and sintered pellets — High frequency induction furnace combustion — Titrimetric|coulometric|infrared absorption methods



Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9891 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe455140-0d79-4f53-bb72-800e3cd9c186/iso-9891-1994>

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Détermination de la teneur en carbone dans la poudre et les pastilles frittées de dioxyde d'uranium — Combustion dans un four électrique à induction — Méthodes par titrimétrie/coulométrie/absorptiométrie infrarouge

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes par titrimétrie, par coulométrie ou par absorptiométrie infrarouge, pour la détermination de la teneur en carbone dans la poudre et les pastilles frittées de dioxyde d'uranium, l'échantillon pour essai étant chauffé dans un four à induction.

Elle est applicable à la détermination de 5 µg à 500 µg de carbone dans la poudre et les pastilles de dioxyde d'uranium. Toute interférence du soufre et des halogènes est évitée par l'utilisation de pièges appropriés.

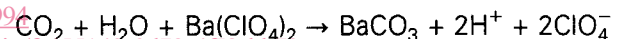
2 Principe

Une prise de l'échantillon pour essai est chauffée à une température d'au moins 1 100 °C à 1 200 °C dans un creuset de tungstène recouvert de quartz ou dans un creuset de platine, dans une atmosphère d'oxygène. Les produits d'oxydation dégagés passent au-dessus d'un piège de purification rempli de dioxyde de manganèse et de catalyseur de permanganate d'argent. Le dioxyde de manganèse absorbe les oxydes azotés tandis que le catalyseur de permanganate d'argent oxydara le monoxyde de carbone en dioxyde de carbone et absorbera les oxydes de soufre et les halogènes.

Le dioxyde de carbone est piégé dans une solution d'absorption de perchlorate de baryum, étalonnée à un pH de 10,0. L'absorption de dioxyde de carbone provoque une diminution du pH. Le pH initial est réajusté en permanence par addition d'ions hydroxyle,

soit par titrimétrie potentiostatique, soit par coulométrie. Le dioxyde de carbone peut également être déterminé par absorption du rayonnement infrarouge et intégration du signal obtenu.

3 Réaction



4 Réactifs et matériaux

Sauf indication contraire, lors des analyses, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Oxygène, de qualité commerciale et de pureté supérieure à 99,9 % (V/V).

4.2 Dioxyde de carbone, de qualité commerciale et de pureté supérieure à 99,9 % (V/V).

4.3 Oxyde de cuivre, granules de dimensions de 1 mm à 2 mm.

4.4 Chaux sodée, avec indicateur incorporé, granules de dimensions de 1 mm à 2 mm.

4.5 Tamisat moléculaire 4A, pastilles de dimensions 1,6 mm (1/16 in), préchauffées à 300 °C.

4.6 Catalyseur de permanganate d'argent, (disponible en Europe comme catalyseur de combustion dit de Korb), pour analyse des éléments.

4.7 Dioxyde de manganèse, activé, de qualité analytique pour la combustion, granules de dimensions de 0,5 mm à 1,5 mm.

4.8 Accélérateurs, étain, sous forme de poudre, à faible teneur en carbone ou granules de tungstène.

4.9 Fer réduit à l'hydrogène humide, copeaux contenant moins de 5 ppm de carbone.

4.10 Aciers SRM¹⁾, de qualité de matériau de référence certifié, copeaux, certifiés pour le carbone, contenant de 15 ppm à 500 ppm de carbone.

4.11 Perchlorate de baryum $[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2]$.

4.12 Propanol-2 ($\text{CH}_3\text{CHOHCH}_3$).

4.13 Solution d'absorption

Dissoudre 200 g de perchlorate de baryum (4.11) dans de l'eau. Ajouter 1,0 ml de propanol-2 (4.12), diluer à 1,0 l et mélanger.

4.14 Hydroxyde de sodium, solution $[\text{c}(\text{NaOH}) = 0,10 \text{ mol/l}]$, exempte de dioxyde de carbone, étalonnée par rapport au phtalate d'hydrogène potassique.

4.15 Hydroxyde de sodium, solution $[\text{c}(\text{NaOH}) = 0,02 \text{ mol/l}]$, exempte de dioxyde de carbone. Préparer une solution fraîche le jour même avec une dilution précise de la solution d'hydroxyde de sodium (4.14).

NOTE 1 Utiliser la solution d'hydroxyde de sodium (4.15) pour le titrage de moins de 50 µg de carbone, sinon utiliser la solution d'hydroxyde de sodium (4.14).

5 Appareillage

La description donne des dimensions types pour ces appareils, mais un dispositif de performances équivalentes peut être utilisé.

5.1 Four à induction haute fréquence, 1,5 kVA à 2,5 kVA, 1 MHz à 20 MHz, avec tube de combustion en silice de diamètre interne 30 mm (voir figure 1). Il convient que la bobine d'induction entourant le tube de combustion ait 40 mm à 60 mm de hauteur et 4 à 5 spires.

Le creuset contenant la prise d'essai et, si nécessaire, un accélérateur, est placé sur un support en alumine et positionné à l'intérieur de la bobine d'induction de façon à assurer un couplage efficace.

Ce four donne une température de 1 100 °C, mais un autre dispositif donnant une température supérieure peut être utilisé.

5.2 Système de purification de l'oxygène et système de contrôle du flux (voir figure 2)

5.2.1 Système de purification de l'oxygène (voir figure 3), constitué d'un tube en acier inoxydable, de 30 mm de diamètre interne et de 200 mm de longueur, rempli d'oxyde de cuivre (4.3) et chauffé à 650 °C. Le tube en acier inoxydable est connecté à un tube de verre de 30 mm de diamètre interne et de 300 mm de longueur, rempli d'environ 100 mm de chaux sodée (4.4) et d'environ 200 mm de tamisat moléculaire (4.5). Les couches sont séparées par des couches de laine de quartz.

5.2.2 Régulateurs de pression 0 kPa à 200 kPa, manomètres 0 kPa à 200 kPa, régulateurs de débit et débitmètres 0 ml/min à 100 ml/min

Il convient de réaliser toutes les connexions du système de distribution du gaz à partir de tubes en acier inoxydable de 3 mm de diamètre interne. Il serait préférable de réaliser les connexions entre le four et le système de mesurage en acier inoxydable d'environ 1 mm de diamètre interne, sauf pour une courte portion de tubulure en PTFE d'environ 0,4 mm de diamètre qui est utilisée comme arrivée de gaz pour le récipient d'absorption.

5.2.3 Récipient-tampon de 2 l, pour fournir l'oxygène additionnel pendant la combustion des aciers.

1) Les aciers de référence normalisés sont disponibles auprès des organismes suivants:

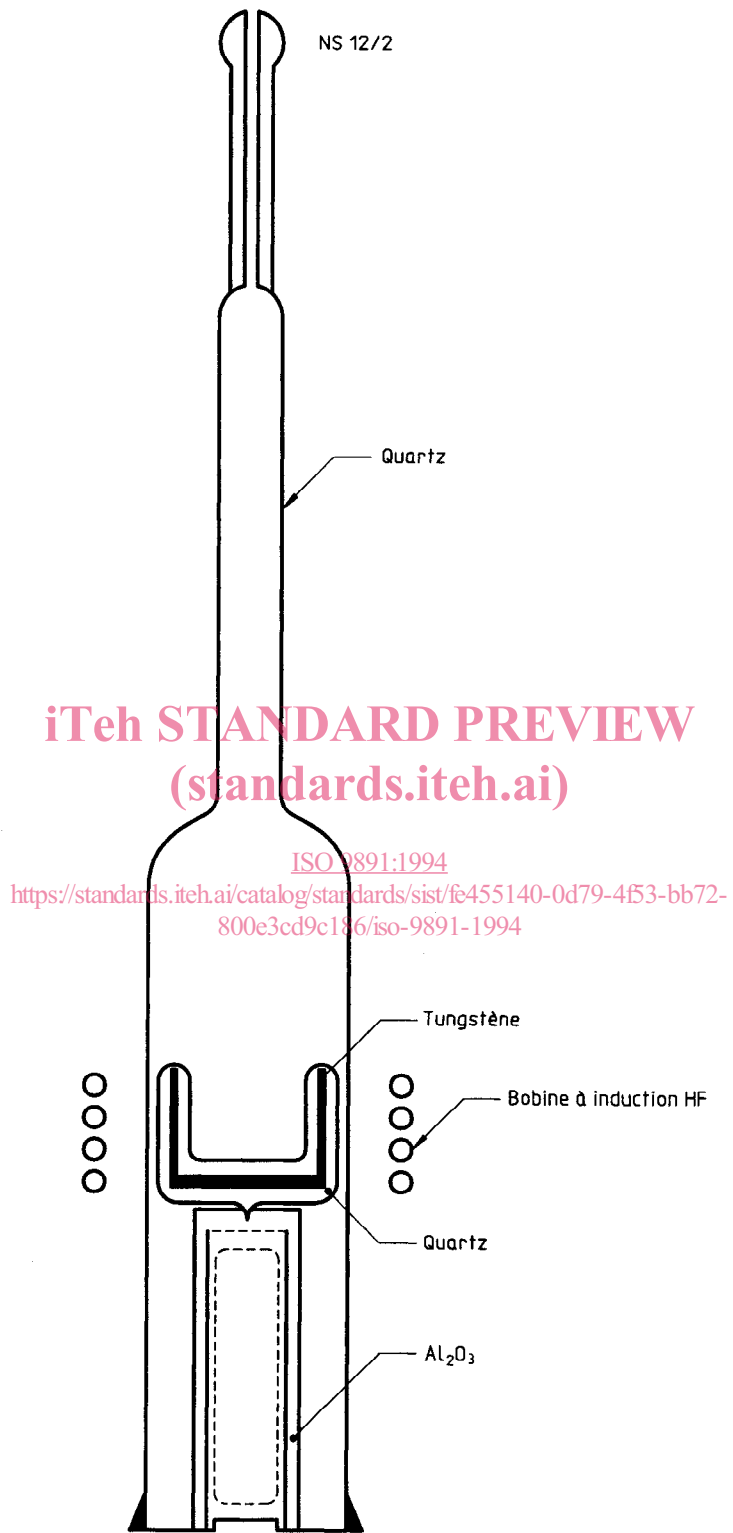
NBS National Bureau of Standards, Washington D.C., États-Unis;

BCR Bureau communautaire de référence, Bruxelles, Belgique;

BAS Bureau of Analysed Samples, Middlesbrough, Royaume-Uni;

BAM Bundesanstalt für Materialprüfung, Berlin, Allemagne;

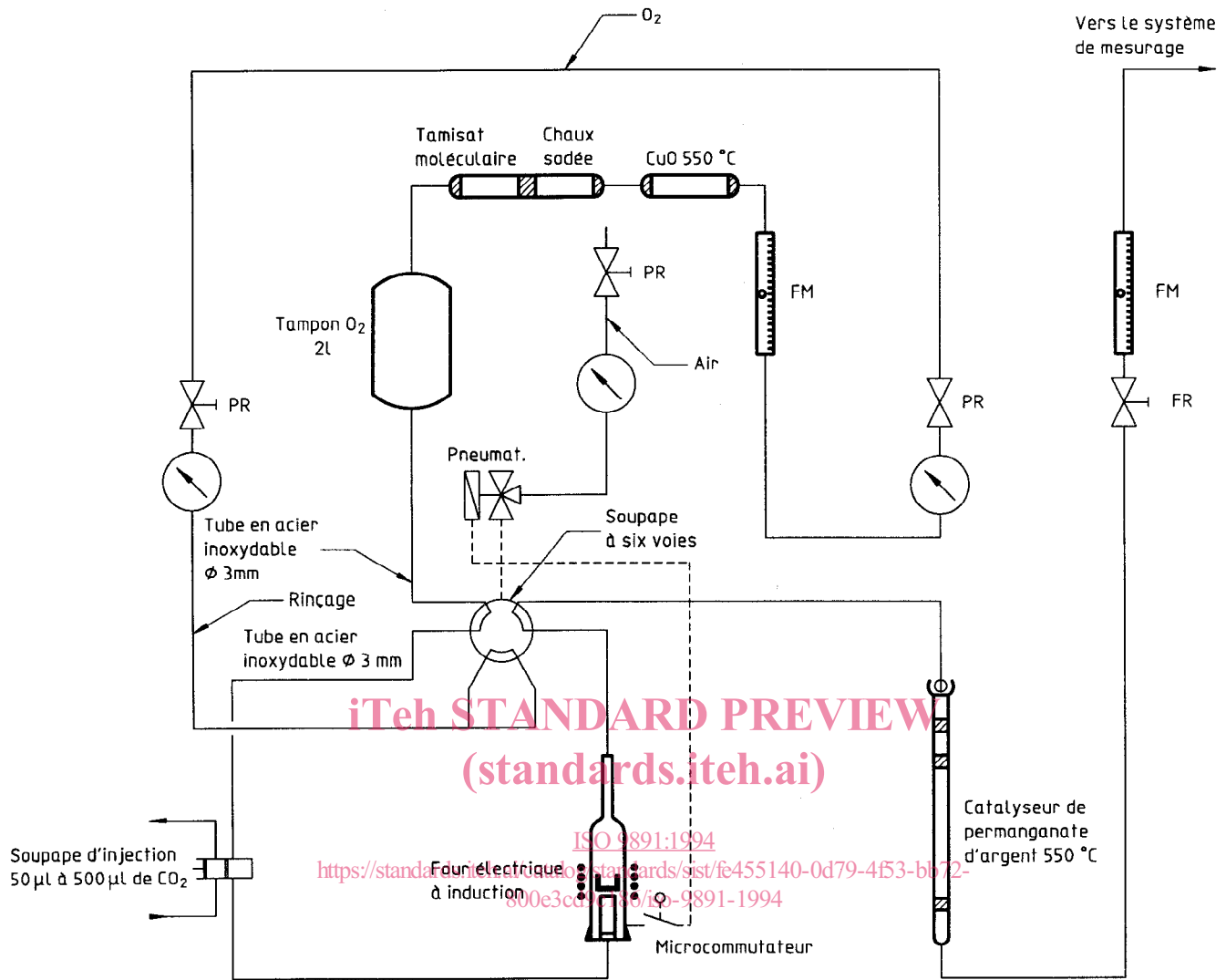
IRSID Institut de recherches de la sidérurgie française, Saint-Germain-en-Laye, France.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9891:1994
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe455140-0d79-4f53-bb72-800e3cd9c186/iso-9891-1994>

Figure 1 — Tube à combustion



FR = Régulateur de débit

PR = Régulateur de pression

FM = Débitmètre

Figure 2 — Système de purification d'oxygène et de contrôle du flux

5.2.4 Soupape à six voies, permettant d'assurer un rinçage à l'oxygène du tube à combustion lorsque celui-ci est ouvert. Ce rinçage empêche toute absorption de dioxyde de carbone de l'air dans le tube à combustion.

5.3 Tour de purification des gaz de combustion (voir figure 4), constituée d'un tube de quartz de 200 mm de longueur, de 8 mm de diamètre interne, rempli de 40 mm de dioxyde de manganèse (4.7) et de 100 mm de catalyseur de permanganate d'argent (4.6), les couches étant séparées par des couches de laine de quartz. Il convient de chauffer la section contenant le catalyseur de permanganate d'argent à 550 °C.

5.4 Soupapes de dosage du gaz, volumes étalonnés de 50 µl et 500 µl pour l'admission du dioxyde de carbone.

5.5 Système de détection

5.5.1 Pour la titrimétrie: récipient de titrage (voir figure 5) ou équivalent, avec température contrôlée à $25,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$, rempli de solution d'absorption (4.13), électrode en verre (NaCl, AgCl) Ag et circuit de commande potentiostatique pour commander une burette à piston de 1 ml. Il convient d'assurer un contact étroit entre le gaz et la phase liquide en agitant de façon efficace avec un disque agitateur.

5.5.2 Pour la coulométrie: cellule disponible dans le commerce (voir figure 6). Il convient d'agiter de façon efficace avec un bol agitateur et de contrôler la température à $35,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$.

5.5.3 Pour l'absorption infrarouge: instrument pouvant mesurer la valeur de l'absorption infrarouge spécifique par le dioxyde de carbone. Il est constitué d'un émetteur infrarouge, d'un échantillon, d'une cellule de référence et d'un détecteur. L'absorption mesurée est généralement amplifiée, intégrée et convertie pour permettre un affichage numérique de la quantité de carbone.

AVERTISSEMENT — Le fluorure en quantités supérieures à des traces peut endommager le détecteur infrarouge.

5.6 Creusets, en céramique, en platine ou en tungstène, capsulés au quartz.

6 Échantillon pour essai

6.1 Poudre de dioxyde d'uranium: aucune préparation n'est nécessaire.

6.2 Pastilles de dioxyde d'uranium: broyer ou concasser l'échantillon de laboratoire en évitant de produire une quantité excessive de particules fines, et le faire passer au travers d'un tamis de 1 mm jusqu'à l'obtention d'une prise d'environ 5 g.

Conserver cette prise qui servira d'échantillon pour essai.

NOTE 2 La poudre de dioxyde d'uranium absorbe le dioxyde de carbone, ce qui interfère avec la mesure. Ce dernier est extrait avant analyse (voir note 6 en 7.4.3).

7 Mode opératoire

7.1 Mise en œuvre de l'appareillage

7.1.1 Régler la pression à l'intérieur du système d'alimentation en oxygène à environ 125 kPa et le débit de sortie d'oxygène à 100 ml/min.

Après vérification de l'équilibrage des deux débitmètres, le débit d'arrivée et le débit de sortie réglés doivent être égaux. Sinon rechercher et réparer les fuites.

7.1.2 Placer un creuset en platine ou en tungstène capsulé au quartz (5.6) sur le support près du tube à combustion.

7.1.3 Remplir le récipient d'absorption de solution d'absorption (4.13), agiter vigoureusement et ajuster le pH à 10,0. Titrer sur des périodes de 4 min jusqu'à ce que la consommation du produit de titrage, en millilitres ou en coulombs, devienne stable ou, en cas de détection d'infrarouge, jusqu'à ce que la sortie de l'intégrateur devienne constante.

NOTE 3 En cas de teneurs en carbone très faibles, il serait avantageux d'utiliser $\text{pH} = 9,5$ comme potentiel préétabli; pour ce pH, la capacité d'absorption est moindre, mais la sensibilité est accrue.

Dimensions en millimètres

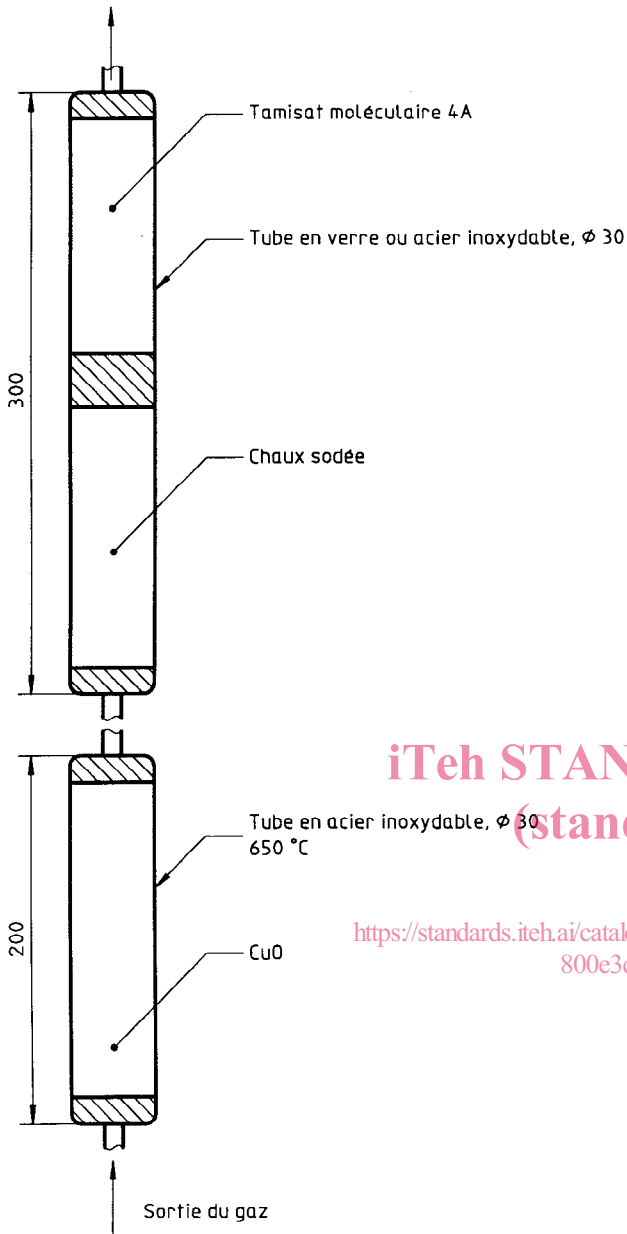


Figure 3 — Système de purification de l'oxygène

Dimensions en millimètres

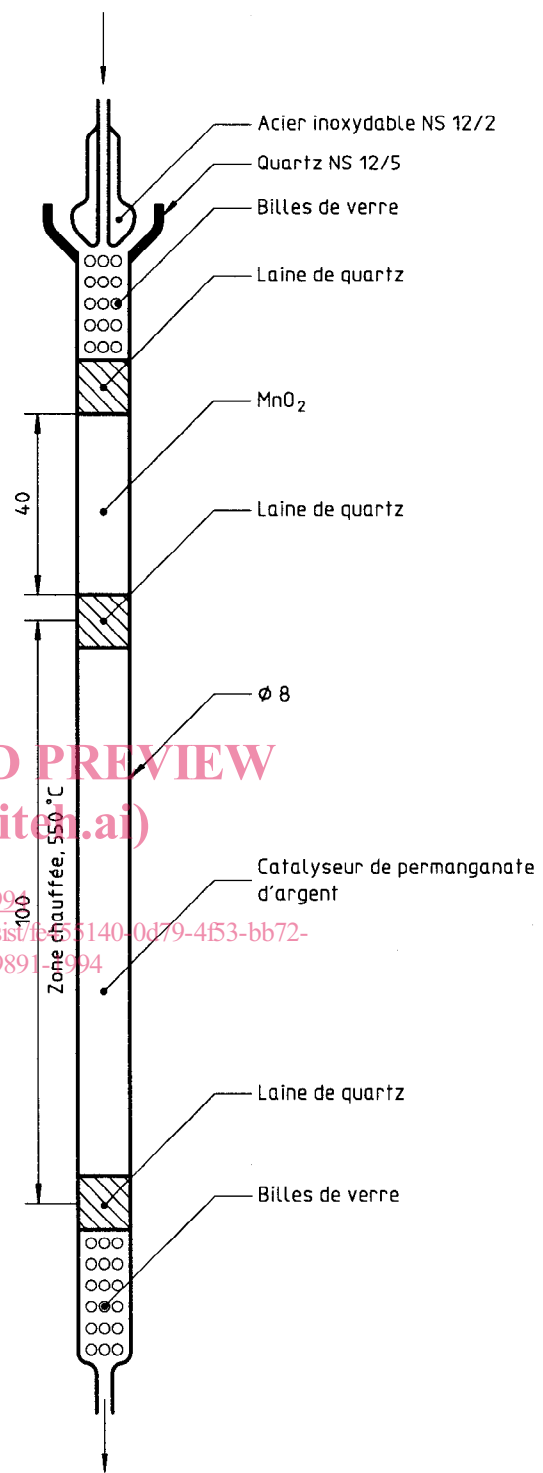


Figure 4 — Tour de purification des gaz de combustion

Dimensions en millimètres

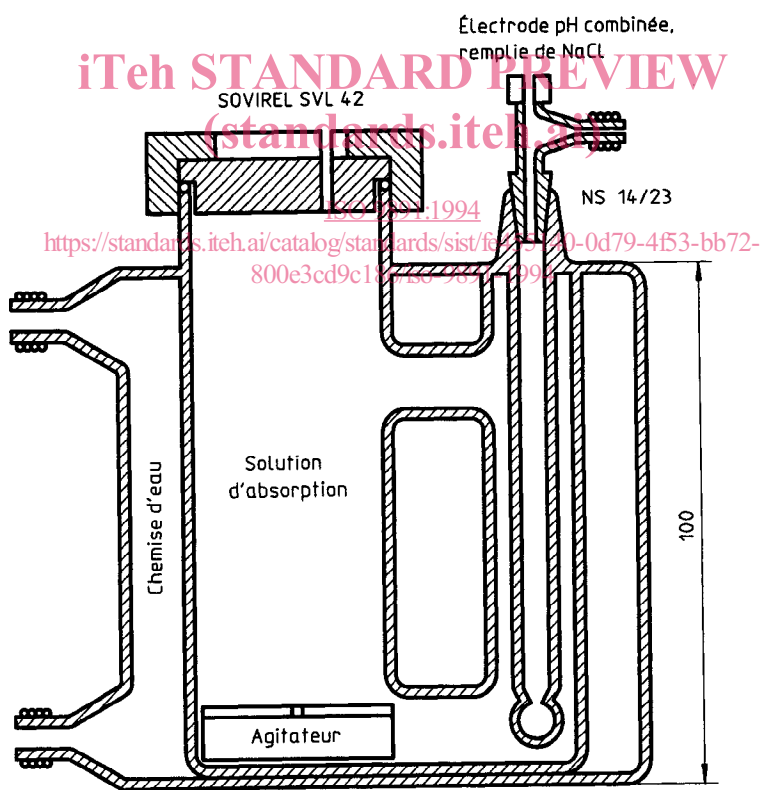
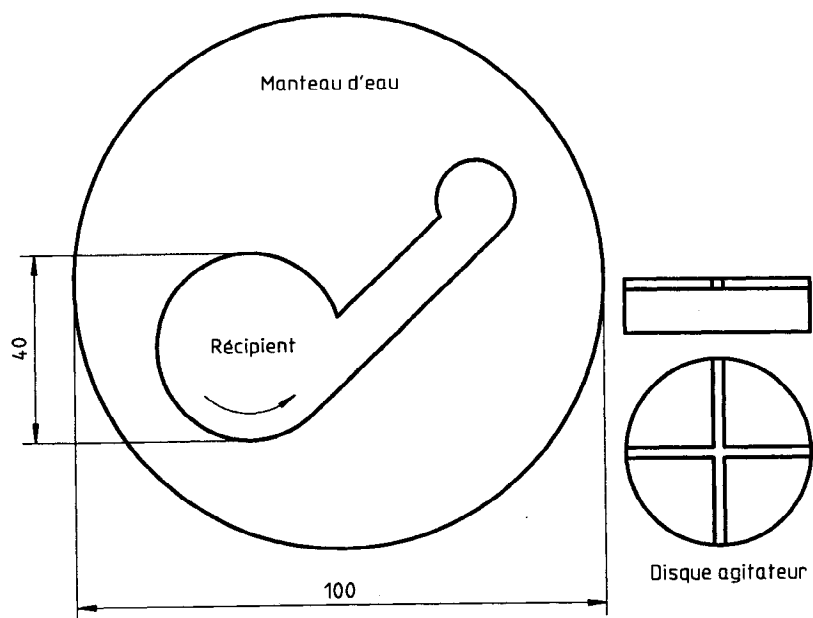


Figure 5 — Récipient de titrage