
**Énergie nucléaire — Détermination
des produits carbonés et fluorures
dans l'hexafluorure d'uranium par
spectrométrie infrarouge**

*Nuclear energy — Determination of carbon compounds and fluorides
in uranium hexafluoride infrared spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16794:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36f343ed-ab71-45e8-80fb-11f16db44c58/iso-16794-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16794:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36f343ed-ab71-45e8-80fb-11f16db44c58/iso-16794-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36f343ed-ab71-45e8-80fb-11f16db44c58/iso-16794-2003>

© ISO 2003

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Principe	1
3 Appareillage	1
3.1 Spectrophotomètre infrarouge	1
3.2 Rampe de liquéfaction et d'introduction	2
3.3 Cellule infrarouge	2
4 Étalonnage	2
5 Mode opératoire	2
5.1 Liquéfaction de l'échantillon	2
5.2 Rinçage des circuits et de la cellule infrarouge	3
5.3 Mesure	3
5.4 Expression des résultats	3
6 Performances	3
6.1 Limites de détection	3
6.2 Répétabilité	4
7 Rapport d'essai	4

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/36f343ed-ab71-45e8-80fb-11f16db44c58/iso-16794-2003>
 iteh STANDARD PREVIEW
 (standards.itech.ai)

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 16794 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*. (standards.iteh.ai)

ISO 16794:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36f343ed-ab71-45e8-80fb-11f16db44c58/iso-16794-2003>

Énergie nucléaire — Détermination des produits carbonés et fluorures dans l'hexafluorure d'uranium par spectrométrie infrarouge

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai permettant la détermination des produits hydrocarbonés, chlorocarbonés et des produits halocarbonés et halohydrocarbonés partiellement ou totalement substitués dans l'hexafluorure d'uranium (UF_6) par spectrométrie infrarouge.

Cette méthode n'est pas utilisable pour les composés donnant des raies infrarouges interférées par celles de l' UF_6 (par exemple CF_4).

La méthode d'essai est quantitative et couvre le domaine des fractions molaires de 0,000 1 % ou 0,001 0 %, selon le type d'impureté, jusqu'à 0,100 %.

La méthode d'essai peut également être utilisée pour la détermination de l'acide fluorhydrique (HF) et de certains éléments existant en tant que fluorures, comme le bore dans BF_3 , le silicium dans SiF_4 , le phosphore dans PF_5 , le molybdène dans MoF_6 et le tungstène dans WF_6 .

ISO 16794:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36f343ed-ab71-45e8-80fb-11f16db44c58/iso-16794-2003>

2 Principe

Par l'intermédiaire d'un système de prélèvement, l' UF_6 est prélevé en phase liquide puis introduit en phase gazeuse dans une cellule infrarouge thermostatée à 60 °C.

Les impuretés présentes sous forme de produits carbonés sont caractérisées à partir de pics observés dans le spectre enregistré.

Le spectre infrarouge exploré est compris entre 4 000 cm^{-1} et 700 cm^{-1} .

3 Appareillage

3.1 Spectrophotomètre infrarouge

La spectrophotométrie infrarouge à transformée de Fourier est recommandée mais non indispensable si les appareils classiques à dispersion présentent les performances suffisantes.

Domaine IR:		
en cm^{-1}	4 000 à 400	(nombre d'ondes).
en μm	2,5 à 25	(longueur d'onde)
Résolution:		
en cm^{-1}	2	
Bruit de fond:		
en D.O.	5×10^{-4}	(D.O.: densité optique)

3.2 Rampe de liquéfaction et d'introduction

Le spectrophotomètre infrarouge peut être connecté soit:

- directement sur un dispositif d'enrichissement de l'uranium au point de soutirage (pour le remplissage des conteneurs), ou
- sur un banc de sous-échantillonnage en phase liquide, ou
- sur une rampe spécifique permettant le raccordement d'un ou de plusieurs conteneurs de type 1 S, 2 S, ANSI-14 ou CEA 23 D.

Dans tous les cas, les circuits de raccordement permettent d'assurer les opérations suivantes:

- le pompage des canalisations en vide primaire (< 2 Pa);
- la vidange dans un cylindre refroidi suivie d'extraction par piégeage des traces d' UF_6 ;
- la passivation des circuits après intervention (travaux de maintenance, changement d'éléments défectueux).

3.3 Cellule infrarouge

La trajectoire optique est de 0,2 m (200 mm).

La cellule infrarouge est à balayage (deux vannes) et doit présenter une grande inertie chimique vis-à-vis des produits fluorés.

Les fenêtres sont en chlorure d'argent (AgCl) et les parties métalliques sont constituées de nickel ou de Monel.

La cellule IR est chauffée en permanence à $60\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ dans une enceinte thermostatée.

4 Étalonnage

L'appareil est étalonné en gaz purs avec la même cellule IR utilisée pour les analyses, à une température de $60\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

Une attention particulière doit être portée aux interférences en présence de plusieurs constituants.

Il est recommandé de vérifier ces effets sur des mélanges étalons utilisés pour l'étalonnage (UF_6 et des produits halohydrocarbonés), en reproduisant les conditions analytiques appliquées aux échantillons (température et pression identiques).

5 Mode opératoire

5.1 Liquéfaction de l'échantillon

Les conteneurs renversés sont montés sur la rampe. Après le pompage en vide primaire des circuits et les tests d'étanchéité habituels, l'ensemble est chauffé à 80 °C .

5.2 Rinçage des circuits et de la cellule infrarouge

Lorsque la température de 80 °C est atteinte, l'UF₆ est introduit sous une pression de $10^{-4} \pm (5 \times 10^2)$ Pa puis extrait. L'extaction est suivie d'un pompage en vide primaire dans l'ensemble des circuits (y compris la cellule infrarouge). L'UF₆ extrait est récupéré soit dans un conteneur refroidi à l'azote liquide, soit recyclé vers les circuits annexes de procédé pour les analyseurs branchés en ligne.

5.3 Mesure

L'appareil se trouvant en purge, le bruit de fond d'une cellule vide déterminé dans le domaine IR compris entre 1 430 cm⁻¹ et 700 cm⁻¹ doit être inférieur ou égal à 5×10^4 (en densité optique).

L'échantillon d'UF₆ prélevé en phase liquide dans le conteneur est vaporisé puis détendu dans la cellule IR à une pression comprise en 8×10^4 Pa à 10^5 Pa. L'ajustement de la pression doit se faire à $\pm 4 \times 10^2$ Pa et doit être reproduit pour chaque échantillon.

Après avoir choisi la méthode conduisant à des résultats de plus grande sensibilité, le spectre infrarouge est enregistré entre 4 000 cm⁻¹ et 400 cm⁻¹.

Une analyse de confirmation est effectuée sur la phase gazeuse à température ambiante pour tout composé détecté. La sensibilité aux interférences est plus grande en phase gazeuse.

Un des constituants correspondant au nombre d'ondes figurant dans le Tableau 1 est considéré comme détecté lorsque son amplitude atteint deux fois le bruit de fond exprimé en densité optique.

5.4 Expression des résultats

Les résultats sont exprimés en pourcentage.

La loi de Lambert-Beer permet de déterminer les pressions partielles des produits carbonés pouvant se trouver comme impuretés dans l'UF₆.

La fraction molaire x_c , en pourcentage, est le rapport de la pression partielle à la pression totale mesurée dans la cellule IR:

$$x_c = \frac{p_p}{p_t} \times 100$$

où

p_p est la pression partielle, en pascals;

p_t est la pression totale, en pascals.

6 Performances

6.1 Limites de détection

Les limites de détection figurent dans les Tableaux 1 et 2 pour les composés carbonés choisis et pour plusieurs autres éléments existant en tant que fluorures. D'autres composés carbonés peuvent être déterminés si un étalonnage a été effectué. Les impuretés sont identifiées par le nombre d'ondes en centimètres à la puissance moins un. Les fractions molaires sont exprimées en pourcentage. Les densités optiques sont indiquées pour information et ne sont valables que pour un matériel donné.

6.2 Répétabilité

Pour une pression de $(8 \times 10^4) \text{ Pa} \pm (4 \times 10^2) \text{ Pa}$ et une température de $60 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ dans la cellule, l'écart-type relatif est

- 20×10^{-2} pour les fractions molaires, exprimées en pourcentage, comprises entre 0,000 1 et 0,002 0,
- 10×10^{-2} pour les fractions molaires, exprimées en pourcentage, comprises entre 0,002 0 et 0,010 0,
- 5×10^{-2} pour les fractions molaires, exprimées en pourcentage, comprises entre 0,010 0 et 0,100 0.

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) la méthode utilisée par référence à la présente Norme internationale;
- b) l'identification de l'échantillon;
- c) les résultats avec les unités dans lesquelles ils sont exprimés;
- d) toute anomalie constatée durant l'essai;
- e) toute opération non incluse dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.

Tableau 1 — Limites de détection des produits carbonés en UF₆ par infrarouge — Pression totale $8 \times 10 \text{ Pa}$

Fréons	Formule	Nombre d'ondes cm ⁻¹	Densité optique correspondante	Limite de détection en fraction molaire %
F11	CFCl ₃	1 087	$9,4 \times 10^{-4}$	0,000 6
F12	CF ₂ Cl ₂	1 107	$9,0 \times 10^{-4}$	0,000 4
F13	CF ₃ Cl	1 215	$8,8 \times 10^{-4}$	0,000 2
F13B	CF ₃ Br	1 208	11×10^{-4}	0,000 1
F113	CF ₂ Cl-CFCl ₂	1 121	$9,0 \times 10^{-4}$	0,000 5
F114	CF ₂ Cl-CF ₂ Cl	1 052	$8,3 \times 10^{-4}$	0,000 4
F115	CF ₃ -CF ₂ Cl	1 242	10×10^{-4}	0,000 2
F142	CH ₃ -CF ₂ Cl	885	$9,3 \times 10^{-4}$	0,000 7
F21	CHF ₂	1 087	$8,5 \times 10^{-4}$	0,000 6
F23	CHF ₃	1 379	$6,1 \times 10^{-4}$	0,001 0
F318	CF ₃ CF=CFCF ₃	1 198	$9,6 \times 10^{-4}$	0,000 2
FC318	CF ₂ -CF ₂ CF ₂ -CF ₂	962	12×10^{-4}	0,000 2
Total				0,005 1

Tableau 2 — Limites de détection des fluorures en UF₆ par infrarouge —
Pression totale 8 × 10 Pa

Gaz	Nombre d'ondes cm ⁻¹	Densité optique	Limites de détection en fraction molaire %
SiF ₄	1 028	0,02	0,000 2
PF ₅	955	0,02	0,000 7
BF ₃	1 443	0,02	0,000 8
MoF ₆	741	0,01	0,000 1
HF	3 976	0,02	0,000 1

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16794:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36f343ed-ab71-45e8-80fb-11f16db44c58/iso-16794-2003>