
**Énergie nucléaire — Dosage de Gd_2O_3
dans des pastilles combustibles au
gadolinium par spectrométrie à
fluorescence X**

*Nuclear energy — Determination of Gd_2O_3 content of gadolinium fuel
pellets by X-ray fluorescence spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16795:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004>



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 16795:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004>

© ISO 2004

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
4 Réactifs	2
5 Étalons	2
6 Polissage	2
7 Étalonnage	2
8 Courbe d'étalonnage	3
9 Mesurages	3
10 Précision et répétabilité	3
11 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Étalonnage angulaire et correction du bruit de fond	5
Annexe B (informative) Courbe d'étalonnage	6
Annexe C (informative) Précision et répétabilité	7

ISO 16795:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004>

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 16795 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16795:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004>

Énergie nucléaire — Dosage de Gd_2O_3 dans des pastilles combustibles au gadolinium par spectrométrie à fluorescence X

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode applicable pour le dosage de Gd_2O_3 dans des pastilles frittées par spectrométrie de fluorescence X utilisant la raie $Gd L\alpha$.

Les pastilles de combustible sont polies avant l'exposition aux rayons X.

Cette méthode a été testée pour des fractions massiques en Gd_2O_3 allant de 2 % à 10 %.

2 Principe

Après excitation par le rayonnement X primaire, tous les composants de l'échantillon émettent des rayonnements caractéristiques.

La raie appropriée du gadolinium est choisie, par exemple $L\alpha_1 = 6,056$ keV.

Le rayonnement atteint le détecteur et produit une quantité de coups proportionnelle à la concentration de gadolinium présente dans l'échantillon.

La mesure est entièrement automatique. [ISO 16795:2004
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004)

3 Appareillage

3.1 Spectromètre séquentiel de rayon X, avec les éléments suivants:

3.1.1 Spectromètre compact contrôlé par micro processeur.

3.1.2 Goniomètre de précision.

3.1.3 Générateur haute tension de 3 kW.

3.1.4 Régulation précise de la température interne du système de mesure.

3.1.5 Cristal analyseur (LiF 200).

3.1.6 Sonde à scintillation et détecteur de débit.

3.2 Presse.

3.3 Balance analytique, sensibilité $\pm 0,1$ mg.

3.4 Mélangeur de poudre et/ou agitateur.

3.5 Four de frittage.

3.6 Four à moufle.

4 Réactifs

4.1 Dioxyde d'uranium, pureté nucléaire.

4.2 Oxyde de gadolinium, Gd_2O_3 , qualité 99,99 % massique.

5 Étalons

Toutes les préparations doivent être réalisées avec un équipement spécifique.

Les pastilles frittées étalon $Gd_2O_3 + UO_2$ sont préparées avec des fractions massiques en Gd_2O_3 de 2 % à 10 %.

Les étalons sont fabriqués dans un laboratoire, sous des conditions contrôlées, par mélange de la poudre de Gd_2O_3 avec la poudre de UO_2 .

Les poudres de Gd_2O_3 et de UO_2 , utilisées dans les mélanges étalons, sont au préalable séchées à 110 °C pendant 2 h.

Les poudres doivent être pesées avec des balances analytiques. Le mélange est réalisé en combinant les poudres de Gd_2O_3 et de UO_2 , elles sont mélangées ensemble pendant 4 h au minimum (ou le temps nécessaire pour garantir l'homogénéité de la poudre).

Après le mélange, les poudres sont pastillées. Pour la réalisation des pastilles étalons, un soin particulier doit être apporté au nettoyage de la presse de pastillage. Le pastillage est réalisé en mode manuel et la première série de pastilles, pour chaque fraction massique de Gd_2O_3 , est éliminée.

Les pastilles étalons sont frittées dans les mêmes conditions que pendant la production des pastilles à contrôler.

[ISO 16795:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004>

6 Polissage

Avant l'examen aux rayons-X, les faces exposées aux rayonnements des pastilles frittées étalons et échantillons, doivent être polies en utilisant un papier 800 grit SiC ou similaire. Les pastilles échantillons polies sont nettoyées avec un tissu avant analyse.

7 Étalonnage

Les canaux de mesure sont vérifiés et réglés.

7.1 Étalonnage angulaire

Avant d'effectuer l'étalonnage angulaire pour chaque canal vérifier que le goniomètre est étalonné. En pratique ces réglages sont effectués lors de l'installation et ne sont à refaire que si le goniomètre s'est dérégulé accidentellement.

Un étalon est positionné dans la chambre de comptage à l'aide des commandes appropriées. La gamme de mesure et les conditions opératoires sont vérifiées avant de commencer l'étalonnage.

La commande « mesure » est activée pour effectuer l'étalonnage et réaliser un graphique. Ce graphique représente les valeurs de l'angle 2θ en fonction du taux de comptage. La nouvelle valeur de l'angle du pic est indiquée numériquement et sur le graphique.

Voir l'Annexe A.

7.2 Distribution des hauteurs d'impulsion

Un étalon est exposé aux rayons-X en utilisant la commande appropriée.

La courbe de distribution des hauteurs d'impulsions est tracée en utilisant la commande appropriée. Le système est entièrement automatique.

Le programme réalise les mesurages et permet l'affichage d'un graphique des résultats.

7.3 Correction du bruit de fond

Exposer un étalon aux rayons X.

En utilisant la fonction correspondante, une correction de bruit de fond est calculée automatiquement.

Le programme réalise les mesurages et permet l'affichage d'un graphique des résultats.

7.4 Contrôle de la stabilité

La stabilité doit être contrôlée et la dérive doit être compensée.

Un étalon avec une teneur élevée en Gd_2O_3 (moniteur) est mesuré au moins trois fois. Si la différence maximum entre les trois mesures est inférieure à 1 % (ou inférieur à la valeur recommandée), le signal obtenu est comparé à celui de la valeur de référence pour le même échantillon et la correction de cet écart est automatiquement appliquée à tous les échantillons mesurés. Si la différence est supérieure à 1 %, l'équipement est considéré comme instable.

8 Courbe d'étalonnage

Les échantillons à analyser sont comparés aux échantillons avec des fractions massiques en Gd_2O_3 connues.

La courbe de calibration est obtenue à l'aide des pastilles étalons préparées selon l'Article 5.

Sur le graphique de la courbe de calibration, l'axe des y représente les comptages nets et l'axe des x la fraction massique en Gd_2O_3 .

Cette courbe de calibration est sauvegardée par le logiciel.

Voir l'Annexe B.

9 Mesurages

L'échantillon est placé dans le porte échantillon dans les mêmes conditions que l'étalon. Dans les deux cas l'aire exposée doit être la même. Effectuer les mesurages en utilisant les paramètres appropriés. Des paramètres courants sont montrés dans le Tableau 1.

10 Précision et répétabilité

Des exemples de résultats sont les suivants.

La moyenne quadratique de la courbe d'étalonnage est de 0,014 %.

Des pastilles étalons avec des fractions massiques variables en Gd_2O_3 ont été analysées chacune vingt fois en utilisant la même courbe d'étalonnage. Le maximum du coefficient de variation était de 0,984 % et le minimum était de 0,295 %. L'erreur relative maximum était de 0,443 %.

Voir l'Annexe C.

Tableau 1 — Paramètres types

kv	40
Ligne Gd $L\alpha_1$	6,056 keV
mA	60
Filtre	Non
Collimateur	Fin
Cristal X	LiF 200
Ordre	1
Angle (2θ)	61,115
Correction de bruit de fond	$2\theta \pm 1,20$
Détecteur	Flux
Fenêtre d'énergie basse	15 %
Fenêtre d'énergie haute	70 %
Temps de comptage sur le pic Gd	200 s
Rotation	Oui

11 Rapport d'essai

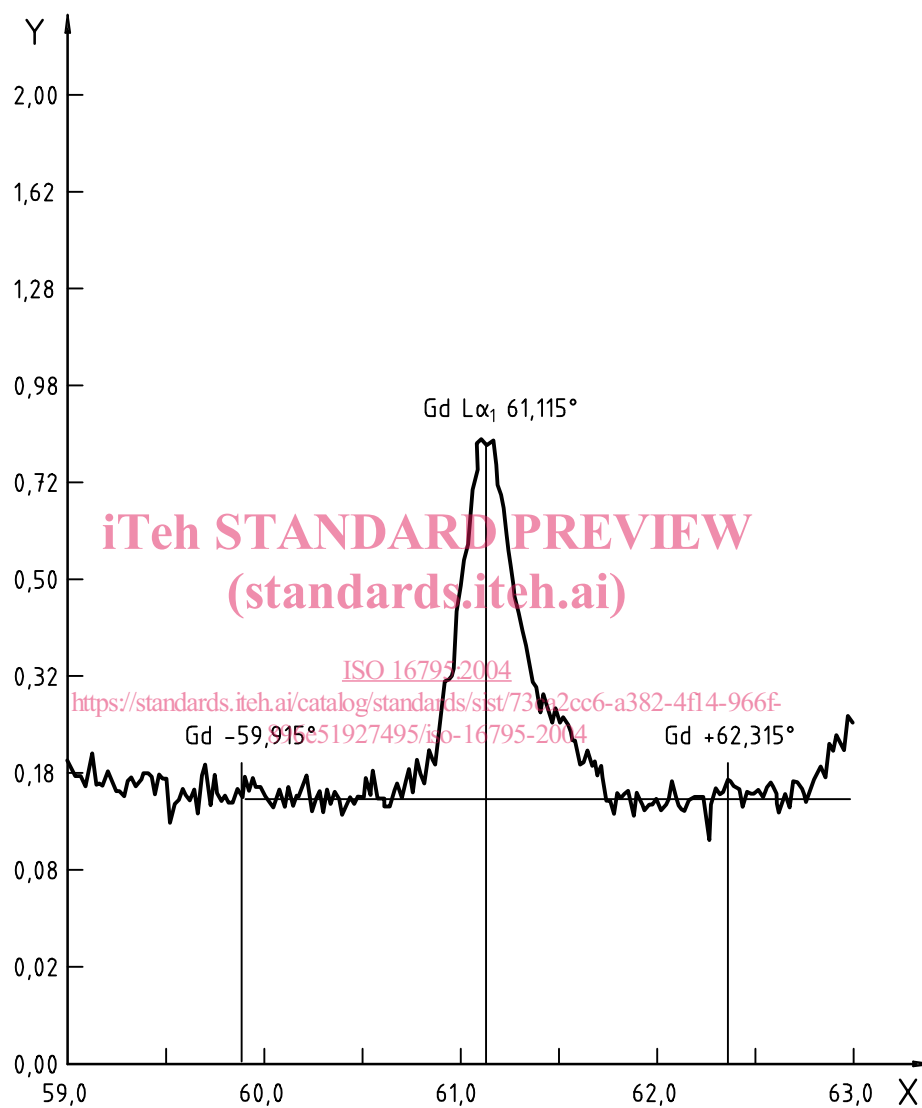
iTeh STANDARD PREVIEW

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

- l'identification de l'échantillon;
- la référence de la méthode utilisée, [ISO 16795:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ca2cc6-a382-4f14-966f-896e51927495/iso-16795-2004) (standards.iteh.ai);
- les résultats avec leur unité;
- les faits inhabituels constatés pendant l'essai;
- les détails opératoires non décrits dans la présente Norme internationale;
- une note indiquant si des corrections de bilan ont été ou non appliquées.

Annexe A (informative)

Étalonnage angulaire et correction du bruit de fond



Légende

- X 2θ , exprimé en degrés
Y kCSP