
**Énergie nucléaire — Test de durabilité
chimique en mode Soxhlet — Application
aux matrices vitrifiées des déchets
radioactifs de haute activité**

*Nuclear energy — Soxhlet-mode chemical durability test — Application
to vitrified matrixes for high-level radioactive waste*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16797:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/470a5f38-29cb-4684-96b6-734b691a6c07/iso-16797-2004>



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 16797:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/470a5f38-29cb-4684-96b6-734b691a6c07/iso-16797-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/470a5f38-29cb-4684-96b6-734b691a6c07/iso-16797-2004>

© 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

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 16797 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 16797:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/470a5f38-29cb-4684-96b6-734b691a6c07/iso-16797-2004>

Introduction

Un matériau soumis à l'action de l'eau, est susceptible de s'altérer. De nombreux tests ont été développés pour mesurer cette altération. Le test Soxhlet est un des tests couramment utilisés pour évaluer la durabilité chimique des verres nucléaires. Il est maintenant couramment appliqué à d'autres verres ou matériaux issus de procédés de vitrification ou encore à d'autres matériaux massifs non poreux destinés au confinement de déchets toxiques non nucléaires. C'est un test à court terme permettant de se faire rapidement une idée de la durabilité chimique intrinsèque d'un matériau, en eau déionisée à 100 °C.

En milieu statique, sans renouvellement de l'eau, la solution s'enrichit en éléments provenant de la dissolution d'une partie de ce matériau et l'on peut observer consécutivement, une diminution de la vitesse d'altération. C'est donc dans une eau déionisée, constamment renouvelée, ou dans un milieu complexant (qui consomme, de la solution, les éléments arrivant à saturation) que la vitesse de corrosion est la plus importante.

Cela présente les avantages suivants: diminution des durées expérimentales, augmentation des concentrations élémentaires en solution dans le bouilleur (on s'affranchit des problèmes de limites de détection par exemple), mesure de l'altérabilité potentielle du matériau en conditions extrêmes.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 16797:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/470a5f38-29cb-4684-96b6-734b691a6c07/iso-16797-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/470a5f38-29cb-4684-96b6-734b691a6c07/iso-16797-2004>

Énergie nucléaire — Test de durabilité chimique en mode Soxhlet — Application aux matrices vitrifiées des déchets radioactifs de haute activité

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit un test paramétrique en mode Soxhlet permettant d'évaluer la durabilité chimique d'un matériau en mesurant sa vitesse initiale d'altération en eau pure. La mesure est faite à la température d'ébullition de l'eau, ce qui a pour effet d'augmenter considérablement les vitesses de corrosion par rapport à celles observées à température ambiante. Dans la plupart des cas les phénomènes d'altération sont fortement accélérés. Le test est applicable aux matrices vitrifiées des déchets radioactifs de haute activité.

Le test décrit dans la présente Norme internationale est un test qui permet de mesurer la vitesse initiale d'altération en eau pure. Il n'est applicable qu'aux seuls matériaux non poreux (de très faible porosité ou de porosité fermée) pour lesquels le mécanisme d'altération principal est un mécanisme de réaction de surface (dans le cas de matériaux poreux ce sont les mécanismes de diffusion qui prédominent). Afin d'éviter de sérieuses erreurs d'interprétation, il est nécessaire de ne comparer les résultats de ces tests qu'à partir de matériaux non poreux.

Cette mesure que l'on appelle donc vitesse initiale d'altération en eau pure à température d'ébullition (à la pression atmosphérique), peut permettre de comparer des matériaux entre eux dans la mesure où ils appartiennent à une même famille (par exemple, matériaux oxydes) dont l'altération initiale est régie par un même mécanisme (par exemple réactions de surface).

Ce test paramétrique ne permet pas à lui seul de définir le comportement à long terme d'un matériau, ce qui nécessite un ensemble d'essais, de modélisations et de validations comme décrit, par exemple dans la norme ENV 12920.

Ce test est destiné à être appliqué à tout verre, vitrifié (matériau issu de procédés de vitrification) ou matériaux oxydes non poreux, dont la morphologie permet l'obtention de monolithes de surface connue nécessaires à l'essai. Il permet d'obtenir la vitesse initiale d'altération du matériau en eau déionisée à la température d'ébullition de l'eau (environ 100 °C), par l'analyse des solutions et la mesure de la perte de masse de l'échantillon.

2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

altération

modification chimique superficielle d'un matériau due aux agents environnants

2.2

altérabilité

aptitude à s'altérer

NOTE L'altérabilité dépend à la fois du matériau et de son environnement.

2.3

durabilité

aptitude du matériau à durer tout en conservant ses qualités et propriétés originelles

2.4

durabilité chimique

aptitude à résister aux agressions chimiques

NOTE Cette caractéristique peut être une propriété intrinsèque du matériau, si l'environnement est dûment précisé et fixé (par exemple: durabilité chimique en eau pure à 100 °C).

2.5

lixiviation

extraction d'un ou plusieurs éléments d'un matériau solide sous l'action d'un solvant

NOTE Par extension on appelle lixiviation toute opération consistant à soumettre un échantillon à l'action d'un solvant.

2.6

dissolution

mise en solution d'une substance

2.7

corrosion

destruction progressive, lente dégradation, d'une substance ou d'une surface par effet chimique

2.8

terme source

flux d'espèces chimiques qui passent au travers d'une surface déterminée dans les conditions du scénario considéré

2.9

comportement à long terme

évolution du «terme source» ainsi que celle des caractéristiques du matériau au cours du temps, et ce jusqu'à l'horizon spécifié dans le scénario considéré

NOTE L'étude du comportement à long terme vise donc à priori l'évolution de l'altération et du relâchement (terme source) jusqu'à un horizon de temps déterminé.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16797:2004

<https://standards.iteh.ai/en/standard/ISO-16797-2004/734b691a6c07/iso-16797-2004>

2.10

scenario

horizon de temps et liste de facteurs d'influence, y compris les facteurs de risque, caractérisant la situation de stockage ou d'utilisation envisagée pour le matériau, et ce, en vue de la détermination du comportement à long terme

3 Principe

La température de l'essai est la température d'ébullition de l'eau. Elle dépend donc de la pression atmosphérique, donc de l'altitude du laboratoire dans lequel l'essai est effectué. La différence de température d'ébullition entre un laboratoire situé au niveau de la mer et un laboratoire situé à 1 000 m d'altitude étant approximativement de 5 °C, cela peut occasionner des différences tout à fait significatives de résultats (pratiquement d'un facteur 2 pour une énergie d'activation du mécanisme de réaction de 60 kJ/mole).

L'altitude et la pression atmosphérique du laboratoire doivent donc être consignées, et il faut en tenir compte éventuellement pour des comparaisons inter laboratoires: ces données permettront de recalculer la température effective d'ébullition.

Le débit de circulation de l'eau sur l'échantillon est déterminé par la puissance de chauffe délivrée à l'eau par le bouilleur et par l'efficacité du condenseur.

4 Réactifs

4.1 Eau, de haute pureté, équilibrée avec l'air [au moins 2 h pour assurer une concentration en dioxyde de carbone (CO₂) stabilisée].

4.2 Acide nitrique concentré (HNO_3), pour l'acidification des solutions avant analyse.

5 Appareillage

5.1 Appareil Soxhlet

L'appareil d'altération de type Soxhlet (voir Figure 1) comporte les éléments suivants:

- a) un ballon ou bouilleur en acier inoxydable d'un volume minimum de 500 ml;
- b) un chauffe-ballon adapté, à puissance thermique dissipée contrôlée et régulée;
- c) une nacelle porte-échantillon à débordement (voir Figure 1); dans certains cas il peut être intéressant d'envisager une circulation de la solution altérante de bas en haut pour s'assurer du bon renouvellement de la solution altérante; la surface du support de l'échantillon à étudier ne doit pas dépasser 5 % de la surface totale de l'échantillon (laisser au minimum 5 mm entre l'échantillon et les parois de la nacelle ou la surface de la solution);
- d) un condenseur en acier inoxydable;
- e) un serpentín qui amène la solution dans la nacelle supportant l'échantillon.

Les consignes suivantes doivent être respectées:

- a) Le flux de la solution altérante dans la nacelle contrôlé par la puissance de chauffe imposée au chauffe-ballon doit être régulier ($\pm 10\%$ du débit imposé) et doit impliquer au minimum deux renouvellements par heure du volume de la nacelle.
- b) La longueur du serpentín et la nacelle porte-échantillon doivent être étudiées de façon à ce que leur exposition à la vapeur de la solution mise à ébullition maintienne la température de la solution contenue dans la nacelle à moins de 1°C en dessous du point d'ébullition de l'eau.
- c) Il faut vérifier que la température de l'eau dans la nacelle est bien à la température d'ébullition $\pm 1^\circ\text{C}$.

La procédure de lavage de l'appareillage, qu'il soit neuf ou pas doit être particulièrement soignée. Elle doit atteindre deux objectifs:

- a) éviter les phénomènes de pollution entre deux essais ou à la mise en route d'un appareillage neuf;
- b) récupérer la totalité des éléments qui sont passés en solution lors de l'essai et qui peuvent avoir été incorporés dans un précipité et/ou à la surface du bouilleur notamment; cette mise en solution doit être quantifiée de façon exhaustive.

5.2 Balance de précision, pour la mesure des masses de solution ($\pm 0,25\%$ de la masse), et pour la pesée avant et après essai des échantillons étudiés (au maximum $\pm 0,1$ mg).

5.3 Fioles jaugés, pipettes ou burettes pour le mesurage du volume des solutions (avec une exactitude de $\pm 1\%$).

5.4 Analyse des solutions

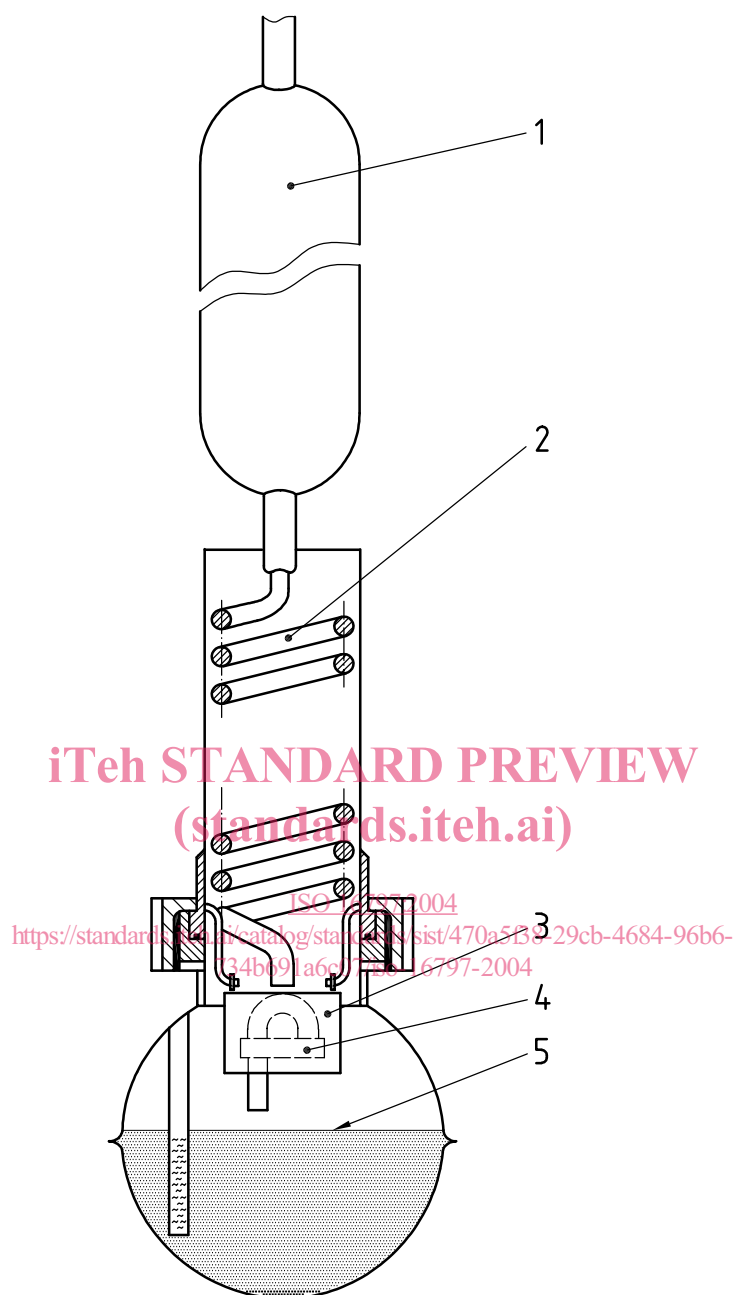
Quels que soient les moyens d'analyse utilisés, l'exactitude requise pourrait être la suivante:

- a) 5 % sur les éléments majeurs du matériau;
- b) 10 % à 15 % sur les autres éléments.

Cette exactitude ne peut être atteinte pour les éléments dont la concentration en solution avoisine la limite de détection du moyen analytique utilisé. Les résultats analytiques devront donc être fournis avec les limites de détection correspondantes.

5.5 Mesure du pH

Le pH doit être mesuré avec une exactitude de $\pm 0,1$ unité.



Légende

- 1 condenseur
- 2 serpent
- 3 nacelle porte-échantillon
- 4 échantillon
- 5 niveau de lixiviation

Figure 1 — Schéma de l'appareil de lixiviation de type Soxhlet

6 Préparation des échantillons

Les échantillons peuvent être fabriqués à l'unité, ou taillés dans un échantillon plus grand. Si un échantillon doit être taillé, éviter l'utilisation de colles ou mastics pour maintenir l'échantillon lors de la coupe. Si cet usage ne peut être évité, s'assurer que les surfaces de l'échantillon sont parfaitement nettoyées. Si l'échantillon doit être tronçonné, l'utilisation de l'eau pour le refroidissement de la lame doit être strictement limitée.

Quel que soit le moyen d'obtention de l'échantillon, celui-ci doit être constitué de faces dont on peut mesurer la surface, et ce, avec le meilleur degré de précision possible. Ainsi, on préférera un échantillon dont les surfaces ont été polies (pourvu que cela n'entraîne pas de pollution ou de modification des réactions) à un échantillon brut de tronçonnage. La précision de la connaissance de la surface de l'échantillon est en effet essentielle si l'on veut comparer deux échantillons différents entre eux, puisque la quantité d'éléments passée en solution doit être ramenée à la surface réactive de l'échantillon.

La taille de l'échantillon doit être choisie de façon à ce qu'il soit totalement et continuellement recouvert par la solution contenue dans la nacelle.

Avant le test d'altération l'échantillon doit être soigneusement lavé pour le débarrasser de toute fine particule ou toute pollution externe. Un bain aux ultrasons de 5 min dans de l'alcool éthylique absolu peut être conseillé.

Après le lavage de l'échantillon, celui-ci ne doit plus être manipulé qu'avec une pince.

L'échantillon doit ensuite être placé pendant 1 h à 105 °C et ensuite pesé après refroidissement. Le même cycle de chauffage/refroidissement/pesée doit être répété. Si les résultats des deux pesées sont identiques (à 0,1 mg près), on admettra que l'échantillon est correctement séché et celui-ci doit alors être placé en dessiccateur, à température ambiante, dans l'attente de son utilisation. Si les valeurs des deux pesées ne sont pas identiques, l'échantillon doit de nouveau être placé pendant 1 h en étuve à 105 °C. L'opération doit être renouvelée jusqu'à stabilisation du résultat de pesée.

L'échantillon doit ensuite être caractérisé comme décrit dans l'Article 7.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/470a5f38-29cb-4684-96b6-734b691a6c07/iso-16797-2004>

7 Caractérisation de l'échantillon

La composition élémentaire de l'échantillon doit être connue avec précision.

Dans la mesure du possible, l'échantillon doit être caractérisé par microscopie optique, voire par microscopie électronique à balayage, afin d'avoir une idée des fissures et microfissures qui le parcourent, de sa porosité, des différentes phases qui le composent, de leur concentration et de son homogénéité.

Si l'altération de l'échantillon doit caractériser l'altérabilité du bloc de matériau dans lequel il a été taillé, il faut s'assurer que l'échantillon est bien représentatif du matériau en question. Si l'échantillon est hétérogène ou multiphasé, il faut s'assurer que la distribution de l'hétérogénéité ou des différentes phases de l'échantillon est bien représentative de celle du bloc dont il est issu. De plus, pour certains cas de matériaux multiphasés, il peut arriver que certaines phases soient représentées par des particules de grandes tailles. Pour que la taille de ces particules ne biaisent pas les résultats obtenus sur un échantillon donné, on peut convenir que la taille des échantillons doit être telle que la plus grande dimension d'une particule n'excède pas la moitié de la plus petite dimension de l'échantillon. De plus, la surface d'une particule donnée ne doit pas excéder 10 % de la surface géométrique totale de l'échantillon.

8 Procédure

8.1 Marche à suivre sur échantillon préparé

La procédure ci-dessous doit être suivie.

- a) Placer le volume spécifié d'eau de haute pureté (4.1) dans le bouilleur.
- b) Placer l'échantillon pesé dans la nacelle.