
**Énergie nucléaire — Poudre et pastilles
frittées de dioxyde d'uranium —
Détermination du rapport atomique
oxygène/uranium par la méthode
ampérométrique**

*Nuclear energy — Uranium dioxide powder and sintered pellets —
Determination of oxygen/uranium atomic ratio by the amperometric
method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9005:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c21615e7-67ac-4abe-9cfc-8910824c48b2/iso-9005-2007>



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 9005:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c21615e7-67ac-4abe-9cfc-8910824c48b2/iso-9005-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c21615e7-67ac-4abe-9cfc-8910824c48b2/iso-9005-2007>

© ISO 2007

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 Réactions	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	2
6 Préparation de l'échantillon pour essai	7
7 Mode opératoire	7
8 Expression des résultats	8
9 Rapport d'essai	10
Bibliographie	11

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9005:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c21615e7-67ac-4abe-9cfc-8910824c48b2/iso-9005-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c21615e7-67ac-4abe-9cfc-8910824c48b2/iso-9005-2007>

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 9005 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*. (standards.iteh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9005:1994), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c21615e7-67ac-4abe-9cfc-8910824c48b2/iso-9005-2007>

Énergie nucléaire — Poudre et pastilles frittées de dioxyde d'uranium — Détermination du rapport atomique oxygène/uranium par la méthode ampérométrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode analytique pour la détermination du rapport atomique oxygène/uranium dans la poudre et les pastilles frittées de dioxyde d'uranium.

La méthode s'applique à des échantillons de poudre et de pastilles de dioxyde d'uranium hyper stœchiométrique. La présence d'agents réducteurs ou d'additifs organiques non décomposés rend la méthode inopérante.

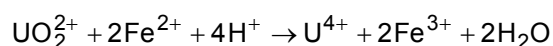
2 Principe

2.1 L'échantillon est dissous dans de l'acide orthophosphorique qui n'oxyde pas l'uranium(VI) contenu dans les molécules de UO_2 . Ainsi l'uranium(IV) présent dans la solution dissoute provient uniquement de molécules de UO_3 et/ou de U_3O_8 , et est proportionnel à l'oxygène en excès dans ces molécules. La teneur en uranium(VI) dans la solution est déterminée par titrage à l'aide d'une solution préalablement étalonnée de sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté dans de l'acide orthophosphorique. Le point final du titrage est déterminé par ampérométrie à l'aide d'une paire d'électrodes de platine polarisées. Le rapport oxygène/uranium est calculé à partir de la teneur en uranium(VI).

2.2 Une fraction de l'échantillon d'environ 1 g est dissoute dans de l'acide orthophosphorique. La dissolution a lieu sous une atmosphère d'azote ou de dioxyde de carbone si l'on analyse des matériaux frittés. Quand on analyse des matériaux frittés très dense, la dissolution a lieu à une température supérieure dans de l'acide phosphorique purifié dont on a partiellement retiré l'eau.

La solution une fois refroidie est titrée à l'aide d'une solution d'acide orthophosphorique et de sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté, préalablement étalonnée au dichromate de potassium. Le point final du titrage est détecté par l'augmentation soudaine d'un courant entre deux électrodes de platine polarisées lorsqu'on dépasse une certaine quantité de solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté.

3 Réactions



4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau déminéralisée.

4.1 Acide orthophosphorique, $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4) = 1,75 \text{ g/ml}$.

4.2 Acide nitrique concentré, $c(\text{HNO}_3) = 14 \text{ mol/l}$; $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.

4.3 Acide orthophosphorique, purifié.

Ajouter 1 500 ml d'acide orthophosphorique (4.1) à 40 ml d'acide nitrique (4.2) dans un récipient cylindrique en quartz et porter progressivement la température à 275 °C. Maintenir cette température pendant 45 min en faisant passer dans la solution un léger courant d'azote ou de dioxyde de carbone. Après retour à la température ambiante, conserver le liquide dans une bouteille en verre.

4.4 Sulfate d'ammonium et de fer(II), solution à $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 0,05 \text{ mol/l}$ ou $\rho[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 14,5 \text{ g/l}$ environ.

Porter 1 000 ml d'acide orthophosphorique (4.1) à une température de 60 °C à 70 °C dans un récipient en verre. Ajouter 20 g de sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ et remuer jusqu'à dissolution. Refroidir et conserver la solution sous une atmosphère d'azote ou de dioxyde de carbone.

Étalonner cette solution au dichromate de potassium selon la méthode classique pour chaque série d'échantillons. Calculer la molarité de la solution de fer(II).

4.5 Oxyde naturel d'uranium U₃O₈ solution étalon, à $c(\text{U}_3\text{O}_8) = 0,01 \text{ mol/l}$ ou $\rho c(\text{U}_3\text{O}_8) = 0,084 \text{ 21 g/l}$.

Dissoudre 0,842 1 g d'U₃O₈ pur dans de l'acide orthophosphorique purifié (4.3), en chauffant si nécessaire. Refroidir et diluer à 100 ml avec de l'acide orthophosphorique purifié (4.3).

NOTE La concentration en UO₂²⁺ de cette solution sera de 0,02 mol/l. À la dissolution une mole de U₃O₈ forme une mole d'ions U⁴⁺ (non réactive) et deux moles d'ions UO₂²⁺, ce qui est équivalent à la dissolution d'une mole d'UO₂ (non réactive) et de deux moles d'UO₃. Ainsi, cette solution contient 0,02 moles de UO₂²⁺ par litre.

Pour garantir la stœchiométrie de l'U₃O₈ il est recommandé de chauffer immédiatement avant l'usage.

4.6 Azote ou dioxyde de carbone, contenant une fraction volumique d'oxygène inférieure à 20×10^{-6} .

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c21615e7-67ac-4abe-9cfc-8910824c48b2/iso-9005-2007>

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil de dissolution inerte, de type A; voir Figure 1.

5.2 Appareil de dissolution inerte, de type B; voir Figure 2.

5.3 Paire d'électrodes; voir Figure 3.

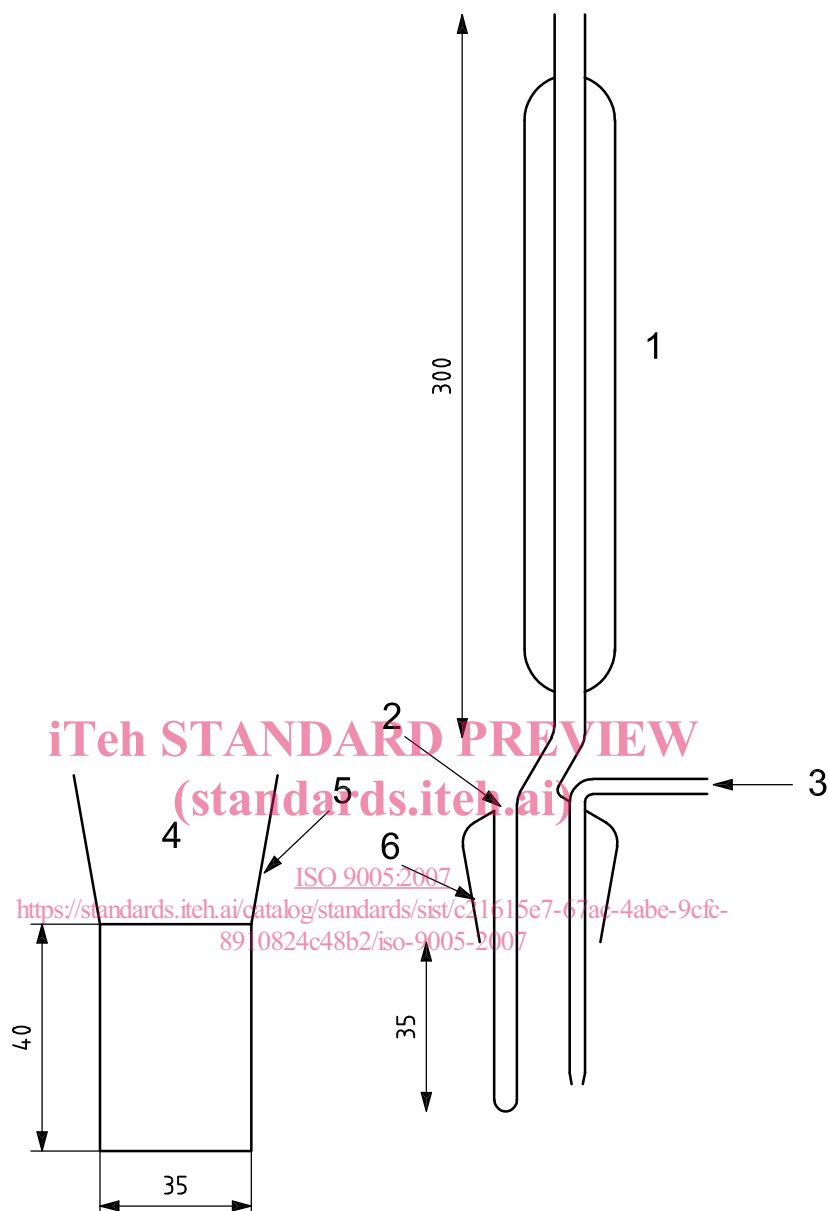
Hors utilisation, conserver les électrodes dans une solution de titrage terminée; voir 7.4.2.

Il convient de nettoyer les électrodes de temps en temps en procédant comme suit. Plonger les électrodes platine dans de l'acide nitrique concentré (4.2) bouillant, contenant 10 g/l à 20 g/l de dichromate de potassium pendant environ 5 min. Rincer à l'eau déminéralisée, puis les plonger dans une solution de sulfate de fer(II) à 1 mol/l pendant 30 s à 60 s, et rincer à nouveau à l'eau déminéralisée.

5.4 Circuit bi ampérométrique de détermination par point final; voir Figure 4.

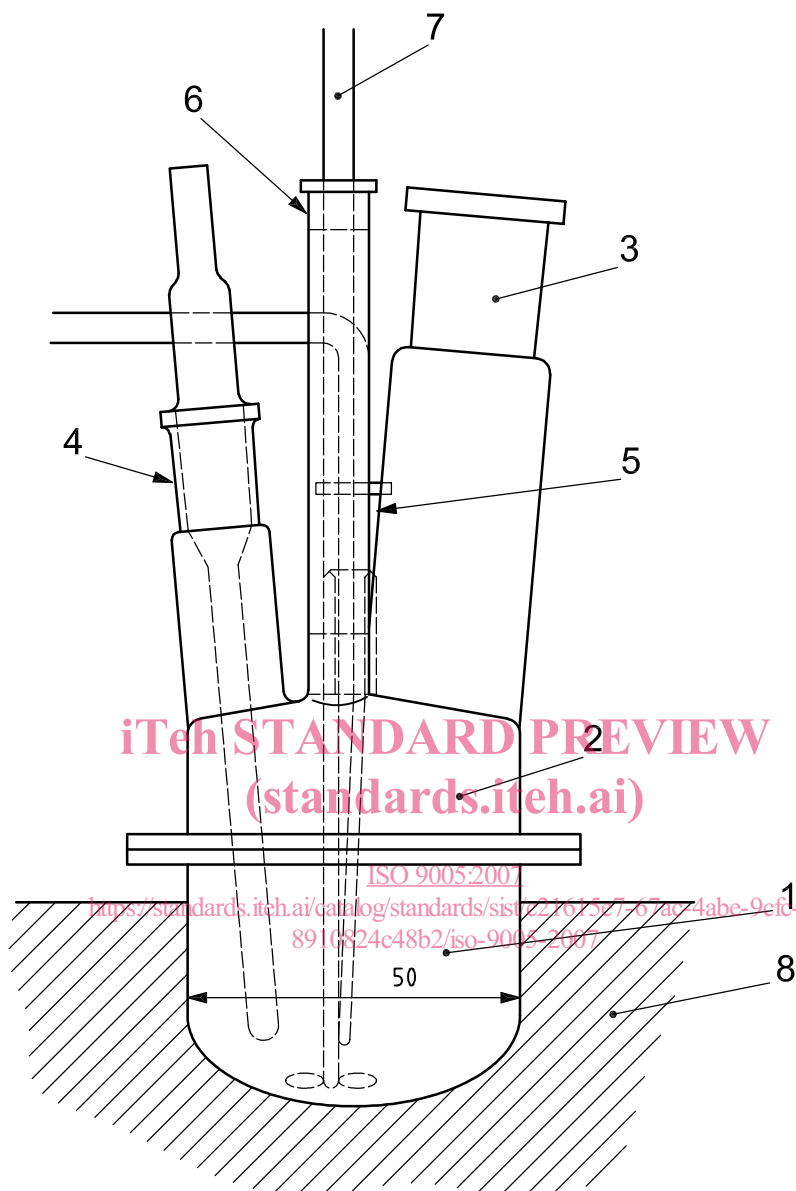
5.5 Burette à piston, d'une capacité de 5 ml ou 1 ml, pouvant donner des indications à 0,001 ml et dotée d'une extrémité capillaire pour plonger dans la solution de titrage.

5.6 Bloc de chauffage à thermostat ou enveloppe isolante.

**Légende**

- 1 condenseur
- 2 puits thermométrique
- 3 entrée d'azote
- 4 fiole
- 5 joint conique rodé, femelle ISO 383-34/35
- 6 joint conique rodé, mâle ISO 383-34/35

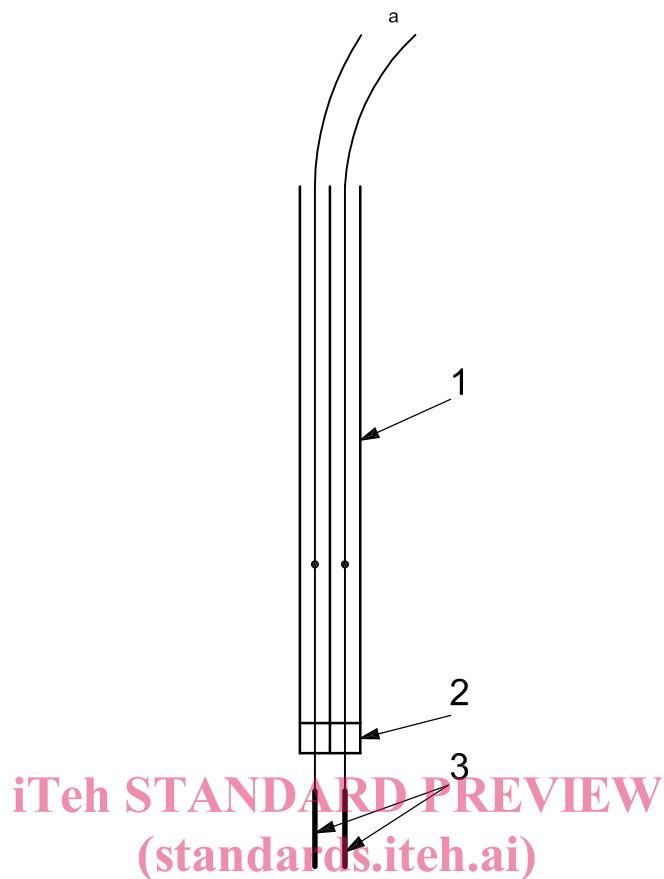
Figure 1 — Appareil de dissolution — Type A



Légende

- 1 récipient de dissolution en quartz avec collerette rodée
- 2 couvercle en pyrex, ou équivalent, avec collerette rodée, munie de quatre (3 à 6) goulots
- 3 goulot conique rodé ISO 383-24/29, pour l'introduction de la prise d'essai
- 4 goulot conique rodé ISO 383-14/23, pour l'introduction du thermomètre
- 5 goulot conique rodé ISO 383-7/16, pour l'introduction d'un tube purgeur à l'azote
- 6 tube central pour l'introduction de l'agitateur, muni de deux paliers en polytétrafluoroéthylène (PTFE)
- 7 agitateur en quartz, longueur totale des pales 25 mm, avec une fréquence de rotation constante de 900 r/min
- 8 enveloppe chauffante électrique contrôlée par un régulateur de température associé au thermocouple situé dans le goulot 4

Figure 2 — Appareil de dissolution — Type B

**Légende**

- 1 tubes de verre, diamètre interne 3 mm, assemblés
 2 colmatage de verre
 3 électrodes de platine (10 × 10)

^a Vers le circuit de détection bi ampérométrique à point final.

Figure 3 — Paire d'électrodes