
**Technologie du combustible nucléaire —
Guide pour la préparation
céramographique de pastilles UO₂
frittées pour l'examen de la
microstructure**

*Nuclear fuel technology — Guide for ceramographic preparation of UO₂
sintered pellets for microstructure examination*
(standards.iteh.ai)

[ISO 16793:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e5ca21b-59d5-4369-bff2-d9964507a9d6/iso-16793-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e5ca21b-59d5-4369-bff2-
d9964507a9d6/iso-16793-2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e5ca21b-59d5-4369-bff2-d9964507a9d6/iso-16793-2005)



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 16793:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e5ca21b-59d5-4369-bff2-d9964507a9d6/iso-16793-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e5ca21b-59d5-4369-bff2-d9964507a9d6/iso-16793-2005>

© ISO 2005

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 Modes opératoires	1
4 Appareillage nécessaire	2
5 Réactifs et consommables	3
6 Méthodes	3
7 Type d'attaque	5
Bibliographie	7

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16793:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e5ca21b-59d5-4369-bff2-d9964507a9d6/iso-16793-2005>

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 16793 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*. (standards.iteh.ai)

ISO 16793:2005
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e5ca21b-59d5-4369-bff2-d9964507a9d6/iso-16793-2005>

Technologie du combustible nucléaire — Guide pour la préparation céramographique de pastilles UO₂ frittées pour l'examen de la microstructure

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit la préparation céramographique de pastilles de dioxyde d'uranium (UO₂) frittées permettant de réaliser des examens qualitatifs et quantitatifs de la microstructure.

Ces examens peuvent être réalisés avant et après une attaque chimique ou thermique.

Ils permettent

- l'observation des fissures, des pores inter- et intragranulaires et des inclusions éventuellement présentes,
- le mesurage des tailles des grains et de la porosité ainsi que leurs distributions.

Le mesurage de la taille moyenne des grains peut être effectuée par une des méthodes classiques de comptage décrites dans l'ISO 2624 ou l'ASTM E112, c'est-à-dire méthode par interception, comparaison à des grilles normalisées ou des images types.

Le mesurage des granulométries des pores est généralement effectué par un analyseur d'images automatique. Si les granulométries sont alors mesurées avec un analyseur d'images, il est recommandé d'utiliser une attaque thermique pour une révélation uniforme de la microstructure de l'ensemble de l'échantillon.

2 Principe

La préparation céramographique des pastilles d'UO₂ frittées est réalisée en deux étapes.

- a) Polissage des échantillons: l'échantillon peut soit être enrobé dans une résine spécifique, soit maintenu à l'aide d'un dispositif mécanique de préhension approprié (un exemple est montré à la Figure 1).
- b) Attaque de l'échantillon: La microstructure peut être révélée par attaque chimique ou thermique. L'attaque thermique ne peut pas être réalisée sur un échantillon enrobé.

3 Modes opératoires

3.1 Généralités

Les échantillons céramographiques peuvent être divisés en trois modes opératoires différents: il est possible que l'échantillon soit non enrobé, enrobé sans désenrobage ultérieur ou enrobé avec un désenrobage ultérieur.

3.2 Préparation de l'échantillon non enrobé

Les étapes de préparation sont

- le tronçonnage,
- le meulage,
- le polissage,
- l'attaque chimique ou thermique.

3.3 Préparation de l'échantillon enrobé sans désenrobage ultérieur

Les étapes de préparation sont

- le tronçonnage,
- l'enrobage avec une résine spécifique,
- le meulage,
- le polissage,
- l'attaque chimique uniquement.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.4 Préparation de l'échantillon enrobé avec désenrobage ultérieur

Les étapes de préparation sont

- le tronçonnage,
- l'enrobage avec une résine spécifique,
- le meulage,
- le polissage,
- le désenrobage,
- l'attaque chimique ou thermique.

ISO 16793:2005
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e5ca21b-59d5-4369-bff2-d9964507a9d6/iso-16793-2005>

4 Appareillage nécessaire

4.1 Tronçonneuse métallographique, à disque diamanté équipée d'un arrosage d'eau.

4.2 Polisseuse manuelle, ou automatique, avec un dispositif permettant le maintien d'une pression constante sur les échantillons recommandée entre $0,8 \times 10^5$ Pa et $1,0 \times 10^5$ Pa (voir Figure 2).

4.3 Bac à ultrasons.

4.4 Enceinte à vide, avec une pompe primaire pour l'imprégnation.

4.5 Système de chauffage, permettant d'atteindre 80 °C pour le désenrobage.

4.6 Four d'attaque thermique, fonctionnant sous atmosphère oxydante (CO_2). L'échantillon ainsi que la mesure de température doit se situer dans la zone isotherme du four.

4.7 Dispositif de préhension, approprié pour les échantillons.

4.8 Microscope optique.

5 Réactifs et consommables

5.1 Résines d'enrobage à couler, (deux ou trois composants) avec une composition polyester, époxy ou acrylique.

5.2 Disques abrasifs, de granulométrie entre P60 (269 μm) et P2500 (8,4 μm).

5.3 Résine d'imprégnation, à base époxy.

5.4 Alcool, de qualité industrielle.

5.5 Suspensions de polissage avec des grains de diamant, ou pâtes de polissage avec des grains de diamant de taille comprise entre 0,25 μm et 15 μm .

5.6 Tissus en Nylon, soie, laine ou synthétique, tissés ou non tissés.

5.7 Suspensions aqueuses de silice ou d'alumine, avec des particules entre 0,05 μm et 1 μm .

5.8 Peroxyde d'hydrogène, 30 % en masse, masse volumique 1,11 kg/l.

5.9 Acide sulfurique, 95 % en masse ou plus, masse volumique 1,84 kg/l.

5.10 Acide fluorhydrique, 38 % à 40 % en masse, masse volumique 1,13 kg/l.

5.11 Oxyde de chrome (VI).

5.12 Dioxyde de carbone (CO_2) gazeux, pureté $\geq 99,995$ %, ou autre gaz oxydant.

5.13 Eau.

6 Méthodes

6.1 Tronçonnage

Le tronçonnage de la pastille se fait sur une tronçonneuse métallographique à disque diamanté équipée d'un arrosage d'eau (4.1). La vitesse de rotation, la vitesse d'abrasion ainsi que le débit d'eau doivent être soigneusement sélectionnés pour éviter des artéfacts.

La coupe est réalisée afin de situer la surface polie suivant le diamètre de la pastille. Alternativement la pastille peut être sectionnée transversalement.

L'échantillon coupé est nettoyé à l'eau (5.13) ou à l'alcool (5.4) avec ou sans bac à ultrasons (4.3).

Afin de réaliser les phases de meulage et de polissage, l'échantillon tronçonné est enrobé dans une résine ou placé dans un dispositif mécanique permettant la préhension de l'échantillon (4.7) et pouvant être installé sur la polisseuse (un exemple est montré aux Figures 1 et 2).

6.2 Enrobage

L'échantillon tronçonné peut ensuite être enrobé dans une résine (5.1).

Pour les échantillons qu'il est inutile de désenrober, il est recommandé d'utiliser une résine époxy liquide, polyester ou acrylique additionnée de durcisseur selon les proportions indiquées par le fournisseur de la résine.

Pour les échantillons qui doivent être désenrobés ultérieurement, une résine polyester liquide ou acrylique, additionnée de durcisseur selon les proportions indiquées par le fournisseur de la résine est utilisée. Ce type de résine présente un retrait au durcissement plus important que les autres types et facilite ainsi le démoulage.

La polymérisation se fait en général entre 20 min à 24 h à température ambiante en fonction du type de résine utilisé;

6.3 Meulage

Les échantillons enrobés ou les échantillons non enrobés maintenus mécaniquement sont meulés sur une polisseuse (4.2). Le meulage est réalisé en différentes étapes comme illustré dans l'exemple suivant:

- disque abrasif P180 (82 μm): pour les échantillons enrobés dans une résine après tronçonnage, le temps nécessaire est de l'ordre de 2 min à 10 min. Pour les échantillons non enrobés, il est de l'ordre de 30 s à 1 min;
- disque abrasif P400 (35 μm): de 30 s à 1 min;
- disque abrasif P800 (22 μm): de 30 s à 1 min;
- disque abrasif P1200 (15 μm): de 30 s à 1 min.

Entre chaque étape, un nettoyage poussé à l'eau (5.13) ou à l'alcool (5.4) avec ou sans un bac à ultrasons (4.3) est effectué.

6.4 Polissage

Le polissage peut comporter différentes étapes utilisant des rugosités de tissus décroissantes et diminuant la taille des particules abrasives.

L'échantillon meulé est poli avec un tissu de polissage à fibres courtes (5.6) avec des abrasifs diamantés (5.5) de granulométrie comprise entre 15 μm et 0,25 μm pendant 20 minutes.

Le polissage peut être fini en utilisant des suspensions aqueuses d'alumine ou de silice (5.7) de granulométrie comprise entre 1 μm et 0,05 μm avec un tissu fin à fibres longues (5.6).

Une polisseuse automatique (4.2) peut être utilisée.

Après le polissage, un nettoyage poussé à l'alcool (5.4) ou à l'eau (5.13) avec ou sans un bac à ultrasons (4.3).

Les surfaces polies doivent être sans rayure.

La qualité du polissage est contrôlée au microscope optique (4.8) avec un grossissement adapté aux défauts à observer.

Juste avant le polissage, la surface polie peut être imprégnée sous vide avec une résine liquide afin de remplir les pores.

6.5 Désenrobage

Le retrait important des résines polyester ou acrylique permet un désenrobage rapide à faible température réalisable avec un simple épiradiateur. Pour des raisons de sécurité la température doit être maintenue en dessous de la température de décomposition de la résine conformément aux instructions du fournisseur (habituellement en dessous de 80 °C).

7 Type d'attaque

7.1 Introduction

La structure des grains de l'échantillon est révélée par attaque chimique ou thermique de la surface polie.

7.2 Attaque chimique

Les réactifs les plus couramment utilisés pour l'attaque chimique sont l'eau, le peroxyde d'hydrogène (5.8), l'acide sulfurique (5.9), l'acide fluorhydrique (5.10) et/ou l'oxyde de chrome (VI) (5.11). La proportion de chaque réactif et le temps d'attaque dépendent de l'expérience du laboratoire et du matériau. Comme exemple le mélange de réactifs suivants peut être utilisé:

- Eau (5.13): 20 ml
- Peroxyde d'hydrogène (5.8): 2 ml
- Acide sulfurique (5.9): 1 ml

Les différentes proportions peuvent être adaptées au matériau étudié.

L'échantillon est attaqué dans ce réactif pendant 3 min à 6 min. Il est ensuite lavé à l'eau et séché à l'air. L'échantillon peut être séché sous vide afin d'être conservé propre durant une longue période.

7.3 Attaque thermique

L'attaque thermique est utilisée pour les échantillons qui sont soit désenrobés soit enrobés dans une résine en polyester ou une résine acrylique pour un désenrobage ultérieur.

Les conditions d'attaque thermique sont les suivantes:

- gaz: CO₂ ou autre gaz oxydant;
- vitesse de montée en température: au minimum 100 °C/h;
- température finale: entre 1 300 °C et 1 450 °C, en fonction du matériau;
- temps écoulé à la température finale: 15 min ou plus, en fonction du matériau.