
**Technologie du combustible nucléaire —
Dioxyde d'uranium en poudres et en
pastilles — Détermination de la teneur en
uranium et du rapport oxygène/uranium
en utilisant la méthode gravimétrique
avec correction des impuretés**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.itih.ai)

*Nuclear fuel technology — Uranium dioxide powder and pellets —
Determination of uranium and oxygen/uranium ratio by gravimetric
method with impurity correction*

ISO 12795:2004

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92-0b326661a6d0/iso-12795-2004>



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 12795:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92-0b326661a6d0/iso-12795-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92-0b326661a6d0/iso-12795-2004>

© 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 Réactions	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage et échantillons	2
7 Mode opératoire	2
7.1 Étalonnage	2
7.2 Mesurage	2
8 Expression des résultats	3
8.1 Méthode de calcul et formules	3
8.2 Reproductibilité et justesse	6
9 Rapport d'essai	6
Bibliographie	7

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12795:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92-0b326661a6d0/iso-12795-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92-0b326661a6d0/iso-12795-2004>

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 12795 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie Nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*. (standards.iteh.ai)

ISO 12795:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92-0b326661a6d0/iso-12795-2004>

Technologie du combustible nucléaire — Dioxyde d'uranium en poudres et en pastilles — Détermination de la teneur en uranium et du rapport oxygène/uranium en utilisant la méthode gravimétrique avec correction des impuretés

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode pour la détermination de la fraction massique d'uranium et du rapport oxygène sur uranium dans les poudres et les pastilles de dioxyde d'uranium (UO_{2+X}) sur-stœchiométrique.

La présente Norme internationale est utilisée pour la détermination de la fraction massique d'uranium et du rapport oxygène sur uranium du dioxyde d'uranium de qualité nucléaire. La reproductibilité et la justesse indiquées en 8.2 sont valides si la teneur totale des impuretés présentes dans l'échantillon n'excède pas les valeurs données en 8.2.

Si la teneur totale des impuretés présentes dépasse 1 500 μg par gramme d'échantillon, il convient que des corrections de la teneur en uranium et du rapport O/U soient réalisées. Un niveau inférieur de teneur en impuretés, influence le rapport O/U de moins de 0,000 5 et peut être négligé. Les impuretés non volatiles peuvent être déterminées par une technique appropriée et la correction appliquée. Si la teneur totale en impuretés non volatiles est supérieure à 1 500 μg par gramme d'échantillon la justesse globale de la méthode dépend de la justesse des mesures sur les impuretés.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92->

Si aucune correction n'est réalisée et si l'enrichissement de l'échantillon ne correspond pas à celui décrit en 8.11, la reproductibilité et la justesse obtenues peuvent être moins bonnes que celles obtenues en 8.2.

2 Principe

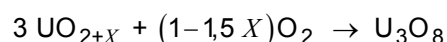
Pour un dioxyde d'uranium stœchiométrique, le rapport oxygène sur uranium est exprimé par le rapport des atomes O/U; il est de 2,000.

Dans cette méthode, un échantillon de poudre ou de pastille de dioxyde d'uranium, de poids connu, est oxydé par chauffage dans l'air dont la température est parfaitement contrôlée. Le produit final, refroidi à la température ambiante, est pesé.

Dans ces conditions un U_3O_8 stœchiométrique est fabriqué. Ceci doit être vérifié expérimentalement par la détermination précise de l'uranium dans le produit final issu de la calcination à l'aide d'une méthode chimique (Bibliographie [1], [2], [3]) ou en utilisant un matériau de référence approprié. Cette vérification est appliquée aux matériaux analysés.

L' U_3O_8 ne doit pas être analysé chimiquement pour chaque détermination du rapport O/U. Si la température du four est régulièrement contrôlée, la vérification est seulement requise dans le cas du changement du type de matériau analysé.

3 Réactions



4 Réactifs

4.1 **Acide nitrique dilué** (HNO_3), solution 1:1, mélanger à volume égal de l'acide nitrique concentré [$c(\text{HNO}_3) = 14 \text{ mol/l}$, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$] et de l'eau déionisée (voir l'ISO 3696).

5 Appareillage

- 5.1 **Four à moufle n° 1**, température réglable jusqu'à 550 °C.
- 5.2 **Four à moufle n° 2**, température réglable jusqu'à 950 °C.
- 5.3 **Creusets en platine**, capacité 10 cm³ à 20 cm³.
- 5.4 **Dessiccateur**, avec agent dessiccant.
- 5.5 **Balance analytique**, pouvant peser à 0,1 mg près ou mieux.

6 Échantillonnage et échantillons

Un échantillon représentatif pour analyse doit être prélevé à partir du lot à analyser. Des précautions doivent être prises pour éviter l'oxydation de l'échantillon durant l'opération de prélèvement. Ces précautions peuvent être la purge avec de l'azote pendant l'opération d'échantillonnage, le conditionnement de l'échantillon dans un flacon étanche rempli d'azote, etc. Ces précautions doivent être prises par le laboratoire réalisant les analyses. Elles dépendent principalement de la réactivité du dioxyde d'uranium avec l'air et de la justesse requise pour la détermination de la teneur en uranium et du rapport O/U.

7 Mode opératoire

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92-0b326661a6d0/iso-12795-2004>

7.1 Étalonnage

7.1.1 Courbes de température

Les courbes de température des fours doivent être contrôlées périodiquement à l'aide de thermocouples.

7.1.2 Échantillons de référence

Les résultats de la présente Norme internationale doivent être vérifiés avec un matériau de référence certifié en teneur U (par exemple: CBNM EC standard n° 110).

7.2 Mesurage

7.2.1 Nettoyage du creuset

Calciner un creuset vide à l'air dans le four à moufle (5.2) à environ 900 °C.

7.2.2 Refroidissement du creuset

Retirer le creuset vide du four et le placer dans un dessiccateur. Le temps de refroidissement ne doit pas dépasser 45 min. Il convient que les creusets chauds soient manipulés avec une pince.

7.2.3 Pesée du creuset

Peser le creuset vide à $\pm 0,5 \text{ mg}$ près ou mieux.

7.2.4 Masse de l'échantillon

Mettre dans le creuset vide au moins 8 g d'échantillon de poudre ou au moins 5 g d'échantillon de pastille et peser à $\pm 0,5$ mg près ou mieux. Noter la masse nette m_1 .

7.2.5 Pré-calcination

Pour les échantillons sous forme de pastilles, calciner le creuset plein sous air dans le four à moufle (5.1) à $500\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ au moins pendant 2 h (cette étape de pré-calcination n'est pas nécessaire pour les échantillons de poudre).

7.2.6 Calcination

Calciner le creuset contenant l'échantillon sous air dans le four à moufle (5.2) à $900\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ pendant 3 h.

7.2.7 Refroidissement de l'échantillon

Sortir le creuset du four et le placer dans un dessiccateur. Le temps de refroidissement ne doit pas dépasser 20 min.

7.2.8 Masse finale

Peser le creuset à $\pm 0,5$ mg près ou mieux. Répéter les opérations 7.2.6 et 7.2.7 jusqu'à ce que le poids du creuset avec l'échantillon soit constant dans les limites de la précision de la balance. Noter la masse nette m_2 .

7.2.9 Élimination

Évacuer l' U_3O_8 dans un conteneur approprié.

7.2.10 Nettoyage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92-0b326661a6d0/iso-12795-2004>
ISO 12795:2004

Nettoyer le creuset en le chauffant dans de l'acide nitrique dilué (4.1) proche de l'ébullition jusqu'à dissolution du résidu U_3O_8 . Rincer minutieusement avec de l'eau déionisée.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul et formules

Calculer la fraction massique d'uranium ou le rapport oxygène/uranium avec une correction pour les impuretés.

8.1.1 Fraction massique d'uranium

$$w_U = 100 F_S \left(\frac{m_2 - m_2 \cdot w_1}{m_1} \right) - C$$

où

w_U est la fraction massique d'uranium, exprimée en pour-cent;

m_1 est la masse de l'échantillon, exprimée en grammes;

m_2 est la masse de l'échantillon après oxydation, exprimée en grammes;

w_1 est la fraction massique de toutes les impuretés présentes dans U_3O_8 , exprimée en pour-cent;

F_S est le facteur de conversion de gramme d' U_3O_8 en gramme d'U. F_S est calculé pour chaque enrichissement comme décrit en 8.1.1.1 et vérifié avec une méthode précise de dosage de l'uranium. Pour l'uranium naturel F_S est égal à 0,848 0;

C est la correction pour la fraction massique des éléments non volatils des impuretés qui ne sont pas analysées, en pour-cent. Une valeur typique de C est 0,003 en fraction massique de la teneur en uranium. Cette valeur doit être déterminée pour les poudres d' UO_2 ou les pastilles issues de chaque type de procédé de fabrication.

8.1.1.1 Calcul du facteur de conversion, F_S

$$F_S = \frac{3A_U}{3A_U + 8A_O}$$

où

A_U est la masse atomique relative de l'uranium;

A_O est la masse atomique relative de l'oxygène = 15,999 4;

A_U est calculée à partir de la formule:

$$A_U = \frac{100}{\sum_N (w_{U-N}/A_{U-N})}$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

où

w_{U-N} est la fraction massique de l'isotope N, exprimée en pour-cent;

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/160bcc5e-fc41-41ee-be92-003200000000/iso-12795-2004>

A_{U-N} est la masse atomique relative de l'isotope N;

N sont les isotopes de l'uranium (234, 235, 236, 238).

Isotope N	Masse atomique relative A_{U-N}
234	234,040 9
235	235,043 9
236	236,045 6
238	238,050 8

Les isotopes de l'uranium autres que ^{235}U et ^{238}U ne sont pas pris en compte dans le cas du combustible uranium non retraité, car leur contribution sur la masse atomique relative de l'uranium naturel est négligeable.

8.1.1.2 Calcul de la fraction massique des impuretés

$$w_I = \sum c_i \cdot g_i \cdot 10^{-6}$$

où

w_I est la fraction massique des impuretés, exprimée en pour-cent;

c_i est la concentration de l'élément i, exprimée en microgrammes par gramme de U_3O_8 ;

g_i est le facteur de conversion gravimétrique, voir Tableau 1.

8.1.2 Rapport O/U

$$O/U = \frac{(100,000 - w_U - w_V - w_{H_2O} - w_M) A_U}{A_O \cdot w_U}$$

où

w_U est tel que défini en 8.1.1;

A_U et A_O sont tels que définis en 8.1.1.1;

w_V est la fraction massique des composés volatils, exprimée en pour-cent;

w_{H_2O} est la fraction massique de l'humidité de l'échantillon initial, exprimée en pour-cent;

w_M est la fraction massique de la somme des impuretés métalliques sous forme d'oxyde, exprimée en pour-cent.

Tableau 1 — Facteur de conversion gravimétrique pour les impuretés non volatiles

Impuretés	Forme probable de l'impureté	Facteur de conversion g_i
Ag	Ag	1,00
Al	Al ₂ O ₃	1,89
Am	AmO ₂	1,13
B	B ₂ O ₃	3,22
Ba	BaO	1,12
Be	BeO	2,78
Bi	Bi ₂ O ₃	1,11
Ca	CaO	1,40
Cd	Cd	1,00
Co	CoO	1,27
Cr	Cr ₂ O ₃	1,46
Cu	Cu	1,00
Fe	Fe ₃ O ₄	1,38
K	K ₂ O	1,21
Mg	MgO	1,66
Mn	Mn ₃ O ₄	1,39
Na	Na ₂ O	1,35
Ni	Ni ₂ O ₃	1,40
P	P ₂ O ₅	2,29
Pb	PbO	1,07
Terres rares	M ₂ O ₃	1,16
Sb	Sb ₂ O ₃	1,20
Si	SiO ₂	2,14
Sn	SnO	1,13
Ta	Ta ₂ O ₅	1,22
Th	ThO ₂	1,14
Ti	TiO ₂	1,67
V	V ₂ O ₅	1,78
W	WO ₃	1,26
Zn	ZnO	1,24
Zr	ZrO ₂	1,35