
**Énergie nucléaire — Dosage de Gd_2O_3
dans des mélanges de poudres et dans
des pastilles combustibles au gadolinium
par spectrométrie par émission atomique
à plasma à couplage inductif (ICP-AES)**

*Nuclear energy — Determination of Gd_2O_3 content in gadolinium fuel
blends and gadolinium fuel pellets by atomic emission spectrometry
using an inductively coupled plasma source (ICP-AES)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16796:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c859fb6-5d43-4aba-bf35-af4109f61659/iso-16796-2004>



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 16796:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c859fb6-5d43-4aba-bf35-af4109f61659/iso-16796-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c859fb6-5d43-4aba-bf35-af4109f61659/iso-16796-2004>

© 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 Mélanges étalons	2
6 Préparation des étalons et des échantillons	3
7 Étalonnage et analyse des échantillons	3
8 Précision et répétabilité	4
9 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Exemple de courbe d'étalonnage	5
Annexe B (informative) Données d'étalonnage	6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16796:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c859fb6-5d43-4aba-bf35-af4109f61659/iso-16796-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c859fb6-5d43-4aba-bf35-af4109f61659/iso-16796-2004>

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 16796 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*. (standards.iteh.ai)

ISO 16796:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c859fb6-5d43-4aba-bf35-af4109f61659/iso-16796-2004>

Énergie nucléaire — Dosage de Gd_2O_3 dans des mélanges de poudres et dans des pastilles combustibles au gadolinium par spectrométrie par émission atomique à plasma à couplage inductif (ICP-AES)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode applicable pour le dosage de Gd_2O_3 dans des mélanges de poudres et dans des pastilles frittées de $Gd_2O_3 + UO_2$, pour des fractions massiques allant de 1 % à 10 %, par la méthode ICP-AES.

2 Principe

L'échantillon est pesé et dissout dans de l'acide nitrique. Les solutions d'échantillon sont introduites dans une source plasma à couplage inductif à l'aide d'un courant d'argon. La lumière émise dans le plasma par l'échantillon, est dispersée et la raie Gd à 335,0 nm est mesurée par le spectromètre.

L'intensité de la raie du Gd est proportionnelle à sa concentration dans l'échantillon.

Il n'a pas été observé d'interférences dues aux impuretés couramment présentes dans les échantillons de pureté nucléaire.

3 Appareillage

3.1 Spectromètre à haut pouvoir de résolution équipée d'une source I.C.P.

Une valeur de résolution de $0,555 \text{ nm}\cdot\text{mm}^{-1}$ minimum est conseillée.

3.2 Balance analytique, de sensibilité $\pm 0,1 \text{ mg}$

3.3 Mélangeur turbula

3.4 Plaque chauffante

3.5 Micropipettes

3.6 Fioles jaugées

3.7 Bêchers en verre

3.8 Mortier

3.9 Four à moufle

4 Réactifs

- 4.1 Acide nitrique concentré, qualité de pureté analytique
- 4.2 Eau déminéralisée
- 4.3 Acide nitrique, 1:1
- 4.4 Dioxyde d'uranium, qualité de pureté nucléaire.
- 4.5 Oxyde de gadolinium Gd_2O_3 , pureté minimum de 99,99 %

5 Mélanges étalons

Les mélanges étalons sont préparés à partir des poudres d'oxyde d'uranium et d'oxyde de gadolinium de haute pureté (Article 4). Leur concentration en oxyde de gadolinium varie de 1 % à 10 %, en fonction du niveau de concentration requis.

5.1 Séchage

Les poudres d'oxyde d'uranium et d'oxyde de gadolinium utilisées sont séchées à 110 °C pendant 2 heures.

5.2 Préparation

Des quantités appropriées de poudres d'oxydes d'uranium et d'oxyde de gadolinium sont pesées dans différents flacons plastiques afin d'obtenir des mélanges étalons dans la gamme de fraction massique entre 1 % et 10 %. La masse de UO_2 pesé doit être corrigée en fonction de la stœchiométrie suivant la formule:

$$g_{UO_{(2+x)}} = g_{UO_2} \left(1 + \frac{x A_O}{A_U + 2 A_O} \right)$$

où

$UO_{(2+x)}$ est la masse corrigée de la poudre;

UO_2 est la masse de la poudre de UO_2 stœchiométrique dans le mélange;

A_U est la masse atomique relative de l'uranium;

A_O est la masse atomique relative de l'oxygène.

5.3 Mélange

Chaque mélange de poudre est homogénéisé au mélangeur turbula pendant 4 heures (ou le temps nécessaire pour garantir l'homogénéité).

5.4 Identification

Chaque mélange de poudre est identifié et conservé comme un étalon approprié.

6 Préparation des étalons et des échantillons

6.1 Préparation des étalons

- 6.1.1 Peser 5,0 g de chaque mélange étalon dans un bécher, à 0,000 1 g près.
- 6.1.2 Ajouter 25 ml d'acide nitrique (1:1).
- 6.1.3 Sur la plaque chauffante, chauffer jusqu'à dissolution complète de la poudre et évaporer l'excès d'acide nitrique (ébullition durant quelques minutes).
- 6.1.4 Refroidir la solution et la transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml.
- 6.1.5 Ajuster à 100 ml avec de l'eau déminéralisée et mélanger la solution.
- 6.1.6 Pipeter 1 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 100 ml.
- 6.1.7 Ajuster à 100 ml avec de l'eau déminéralisée et mélanger la solution.

6.2 Préparation des échantillons de poudre $Gd_2O_3 + UO_2$

- 6.2.1 Peser 5,0 g de l'échantillon dans un bécher, à 0,000 1 g près.
- 6.2.2 Préparer l'échantillon tel que décrit en 6.1.

6.3 Préparation des pastilles échantillon

- 6.3.1 Broyer la pastille.
- 6.3.2 Peser 5,0 g de la poudre ainsi obtenue dans un creuset, à 0,000 1 g près.
- 6.3.3 Dans un four à moufle chauffer le creuset avec l'échantillon à $420\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, au minimum pendant 2 à 3 h.
- 6.3.4 Transférer quantitativement le contenu du creuset dans un bécher. Puis procéder comme en 6.1.2.

7 Étalonnage et analyse des échantillons

Les étalons préparés tels que décrits à l'Article 5 et au Paragraphe 6.1 sont utilisés pour étalonner l'appareil de mesure.

7.1 Étalonnage

Les réglages du spectromètre ICP sont mis au point par chaque laboratoire.

Les solutions étalon sont mesurées deux fois. La courbe d'étalonnage des intensités en fonction des concentrations est tracée.

Voir un exemple à l'Annexe A.

7.2 Analyse des échantillons

Les échantillons préparés en 6.2 et en 6.3 doivent être analysés après l'étalonnage. De manière à éviter les corrections dues aux dérives journalières, et obtenir la précision requise, une courbe de calibration est tracée pour chaque analyse d'échantillon. La correction de bruit de fond n'est pas nécessaire.

Pour chaque échantillon comparer l'intensité d'émission mesurée et calculer la teneur en Gd_2O_3 à partir de la droite d'étalonnage.

Si la poudre contient d'autres éléments que l' UO_2 et le Gd_2O_3 , l'étalonnage doit être réalisé séparément; les étalons utilisés pour cet étalonnage doivent être dans la même matrice.

8 Précision et répétabilité

Exemples de résultats courants:

Pour 20 mesures de chacun des six standards de 2 % à 10 % en Gd_2O_3 , le maximum du coefficient de variation était de 0,991 % pour 7 % en Gd_2O_3 et le minimum était de 0,323 % pour 4 % en Gd_2O_3 .

L'erreur relative maximum était de 0,979 %.

Voir les résultats à l'Annexe B.

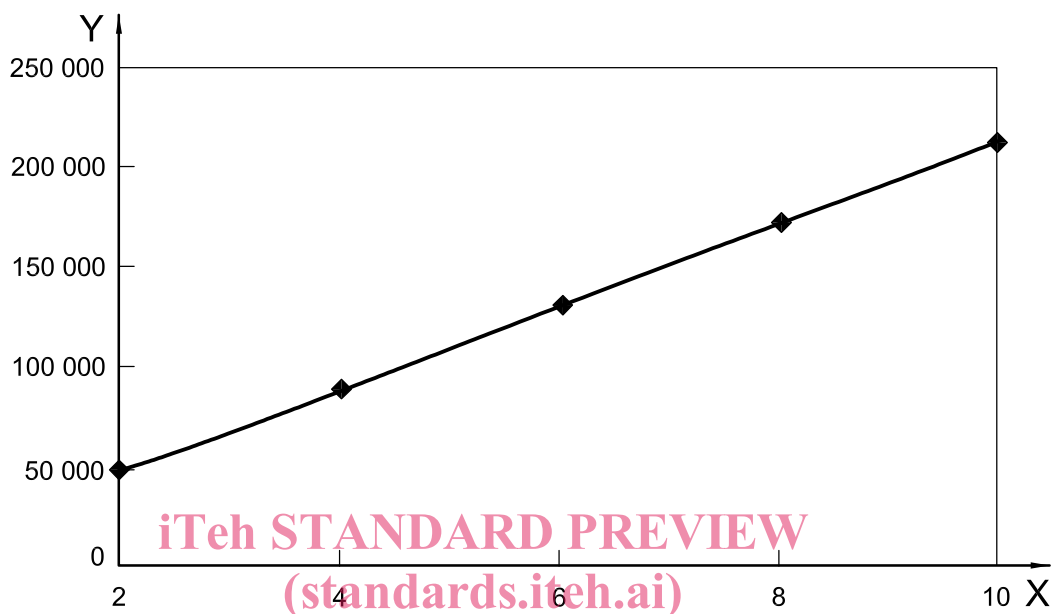
9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

- a) identification de l'échantillon;
- b) la méthode utilisée avec référence à la présente Norme internationale;
- c) les résultats et leur unité de mesure;
- d) les faits inhabituels constatés pendant l'essai; [ISO 16796:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c859fb6-5d43-4aba-bf35-a21109fb1659/iso-16796-2004)
- e) les opérations non décrites dans la présente Norme internationale;
- f) une note indiquant si des corrections de flottabilité ont été ou non appliquées.

Annexe A (informative)

Exemple de courbe d'étalonnage



Légende

X Fraction massique de Gd_2O_3 %

Y Intensité

ISO 16796:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c859fb6-5d43-4aba-bf35-af4109fb1659/iso-16796-2004>

NOTE Pour obtenir cette courbe les étalons ont été mesurés deux fois.

Figure A.1

Tableau A.1

Données utilisées pour calculer cette courbe		Résultats de la régression	
Teneur en Gd_2O_3 %	Intensité		
2,007 5	48 780	Constante	-0,410 999 43
4,014 6	89 691	Estimation d'erreur Y	0,057 089 23
6,021 5	129 232	R ²	0,999 757 19
8,028 1	172 216	Nombre de valeurs	5
10,034 3	210 333	Degrés de liberté	3
		Pente	4,945 9E-05
		Coefficient d'erreur	4,450 1E-07