
**Technologie du combustible nucléaire —
Détermination du rapport O/M dans les
pastilles MOX — Méthode gravimétrique**

*Nuclear fuel technology — Determination of the O/M ratio in MOX
pellets — Gravimetric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21484:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3429d822-ffee-422f-96da-c9a700f35662/iso-21484-2008)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3429d822-ffee-422f-96da-
c9a700f35662/iso-21484-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3429d822-ffee-422f-96da-c9a700f35662/iso-21484-2008)



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 21484:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3429d822-f1ee-422f-96da-c9a700f35662/iso-21484-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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 21484 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 21484:2008
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3429d822-ffce-422f-96da-c9a700f35662/iso-21484-2008>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21484:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3429d822-ffe-422f-96da-c9a700f35662/iso-21484-2008>

Technologie du combustible nucléaire — Détermination du rapport O/M dans les pastilles MOX — Méthode gravimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de détermination du rapport oxygène/métal (O/M) dans les pastilles de mélange d'oxydes d'uranium et de plutonium $(U,Pu)O_{2 \pm X}$.

2 Principe

L'échantillon de $(U,Pu)O_{2 \pm X}$ est soumis à une oxydo-réduction ménagée dans des conditions thermodynamiques données pour amener le rapport O/M jusqu'à une valeur de 2,000. L'écart stœchiométrique initial, X , est déterminé à partir de la différence entre les masses de l'échantillon avant et après le traitement thermique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3 Réactions

Les réactions principales sont les suivantes:

- a) $(U,Pu)O_{2 \pm X} \pm x/2 O_2 \rightarrow (U,Pu)O_{2,000}$
- b) $(U,Pu)O_{2 \pm X} + xH_2 \rightarrow (U,Pu)O_{2,000} + xH_2O$

4 Réactifs

Durant l'analyse, sauf spécification contraire, n'utiliser que des réactifs de pureté analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de pureté équivalente.

4.1 Solution d'acide nitrique, ayant une fraction volumique de 50 %.

4.2 Gaz de purge.

4.2.1 Air, d'une pureté de 99,99 % en fraction volumique.

4.2.2 Argon.

4.2.3 Hydrogène ou mélange hydrogène/argon, d'une pureté de 99,99 % en fraction volumique, auquel peut être ajoutée de la vapeur d'eau pour obtenir un potentiel d'oxygène (ΔG_0) proche de $-420 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ($-100 \text{ kcal}\cdot\text{mol}^{-1}$).

5 Appareillage

5.1 Four à moufle, ayant un dispositif de mesure de la température et de balayage du four avec plusieurs gaz.

5.2 Creusets, en platine ou en quartz.

5.3 Balance analytique, d'une exactitude d'au moins $\pm 0,1$ mg.

6 Échantillonnage

Un échantillon représentatif (au moins une pastille) doit être prélevé dans le lot de pastilles pour être analysé.

Si nécessaire, veiller à éviter l'oxydation de l'échantillon pendant le mode opératoire d'échantillonnage. Les précautions habituelles comprennent l'opération d'échantillonnage sous atmosphère d'argon, en plaçant l'échantillon dans une bouteille remplie d'argon, etc. Le laboratoire qui réalise les analyses doit établir le mode opératoire.

7 Mode opératoire

7.1 Essai préliminaire

La balance doit être contrôlée à intervalles réguliers à l'aide d'une masse étalon.

7.2 Préparation des creusets

Les creusets doivent être propres et pesés avant leur utilisation. Un exemple de mode opératoire de nettoyage pouvant être utilisé est le suivant:

7.2.1 Nettoyer les creusets en les chauffant dans de l'acide nitrique (4.1) à une température proche du point d'ébullition.

7.2.2 Rincer abondamment avec de l'eau désionisée.

7.2.3 Sécher les creusets au four pendant 30 min à 150 °C sous atmosphère d'argon.

7.2.4 Laisser refroidir les creusets jusqu'à 35 °C dans le four sous atmosphère d'argon.

7.2.5 Retirer chaque creuset du four et le peser à $\pm 0,1$ mg près.

7.2.6 Noter la masse du creuset, m_0 , en grammes.

7.3 Pesage de l'échantillon

7.3.1 Placer les pastilles, échantillonnées comme indiqué dans l'Article 6, dans un creuset vide.

7.3.2 Peser le creuset contenant les pastilles à $\pm 0,1$ mg près.

7.3.3 Noter la masse, m_1 , en grammes du creuset contenant les pastilles.

7.4 Cycles de traitement thermique

7.4.1 Généralités

L'échantillon doit être traité thermiquement de telle sorte que le rapport O/M soit porté à 2,000 exactement. La durée des cycles d'oxydoréduction et les débits de gaz dans le four doivent être optimisés en fonction du type de four utilisé, du nombre de pastilles échantillons mesuré, de la composition des pastilles, etc.

Placer les creusets contenant les pastilles échantillons dans le four. Appliquer le cycle souhaité de traitement thermique.

7.4.2 Exemple 1

7.4.2.1 Sous balayage d'argon, élever la température jusqu'à $900\text{ °C} \pm 30\text{ °C}$ et la maintenir pendant 5 min.

7.4.2.2 Sous balayage d'air, maintenir la température du four pendant 1 min à 7 min à $900\text{ °C} \pm 30\text{ °C}$.

7.4.2.3 Sous balayage d'argon, maintenir la température du four pendant 5 min à $900\text{ °C} \pm 30\text{ °C}$.

7.4.2.4 Sous balayage d'argon +5 % H_2 , maintenir la température du four pendant 8 h à 13 h à $900\text{ °C} \pm 30\text{ °C}$.

7.4.2.5 Sous balayage d'argon +5 % H_2 , arrêter le chauffage du four et laisser baisser la température jusqu'à 150 °C .

7.4.3 Exemple 2

7.4.3.1 Chauffer les échantillons pendant 16 h à 800 °C , dans une atmosphère comprenant une fraction volumique de 4 % de H_2 dans de l'argon saturé en eau à température ambiante.

7.4.3.2 Refroidir sous atmosphère d'argon sec contenant une fraction volumique de 4 % de H_2 .

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.5 Pesage final

7.5.1 Sortir le creuset du four.

7.5.2 Peser le creuset à $0,1\text{ mg}$ près.

7.5.3 Noter la masse, m_2 , en grammes, du creuset après traitement thermique d'oxydoréduction.

8 Calculs

8.1 Masse atomique moyenne d'oxyde après traitement thermique

Calculer la masse atomique moyenne d'oxyde après traitement thermique, lorsque $O/M = 2,000$ exactement, en utilisant l'Équation (1):

$$A_t = \frac{[A_t(\text{Pu})]\text{Pu \%} + [A_t(\text{U})]\text{U \%} + [A_t(\text{Am})]\text{Am \%}}{\text{Pu \%} + \text{U \%} + \text{Am \%}} + 2A_t(\text{O}) \quad (1)$$

où

A_t est la masse atomique moyenne de l'oxyde des métaux lourds;

$A_t(\text{Pu})$ est la masse atomique moyenne du plutonium dans l'oxyde;

$A_t(\text{U})$ est la masse atomique moyenne de l'uranium dans l'oxyde;

$A_t(\text{Am})$ est la masse atomique moyenne de l'américium dans l'oxyde;

Pu % est la fraction molaire, en pourcentage, du plutonium dans l'oxyde;

U % est la fraction molaire, en pourcentage, de l'uranium dans l'oxyde;

Am % est la fraction molaire, en pourcentage, de l'américium dans l'oxyde;

$A_t(O)$ est la masse atomique de l'oxygène (15,999 4).

8.2 Calcul du rapport O/M

Calculer le rapport O/M en utilisant l'Équation (2):

$$O/M = 2,000 - \frac{A_t \times (m_2 - m_1)}{A_t(O) \times (m_2 - m_0)} \quad (2)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du creuset vide;

m_1 est la masse, en grammes, du creuset contenant l'échantillon pour essai avant oxydoréduction;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset contenant l'échantillon pour essai après oxydoréduction;

$A_t(O)$ est la masse atomique de l'oxygène (15,999 4);

A_t est la masse atomique moyenne des métaux lourds dans l'oxyde.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9 Fidélité

ISO 21484:2008
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3429d822-ffce-422f-96da-c9a700f35662/iso-21484-2008>

9.1 Exactitude

Trente déterminations sur des pastilles d'oxyde mixte stœchiométrique contenant environ 7 % de plutonium donnent un O/M moyen de 2,000.

9.2 Fidélité

L'écart type calculé à partir de 30 déterminations par deux opérateurs sur un échantillon de pastilles d'oxyde mixte contenant environ 7 % de plutonium est meilleur que 0,001.

9.3 Sensibilité

Typiquement, pour un échantillon de 15 g, une variation de 0,5 mg conduit à une évolution du rapport O/M de 0,001.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

- toutes les informations nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- une référence à la présente Norme internationale;
- la méthode utilisée;

- les résultats de l'essai, incluant les résultats des mesurages individuels et leur moyenne, calculés selon l'Article 8;
- toute opération non incluse dans la présente Norme internationale;
- toute anomalie observée pendant l'essai;
- la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21484:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3429d822-ffee-422f-96da-c9a700f35662/iso-21484-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3429d822-ffee-422f-96da-c9a700f35662/iso-21484-2008>