

---

---

**Détermination de la teneur en carbone  
des poudres et des pastilles frittées  
d' $\text{UO}_2$ ,  $(\text{U}, \text{Gd})\text{O}_2$  et  $(\text{U}, \text{Pu})\text{O}_2$  —  
Combustion dans un four à induction  
haute fréquence — Spectrométrie  
d'absorption infrarouge**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)  
*Determination of carbon content of  $\text{UO}_2$ ,  $(\text{U}, \text{Gd})\text{O}_2$  and  $(\text{U}, \text{Pu})\text{O}_2$   
powders and sintered pellets — Combustion in a high-frequency  
induction furnace — Infrared absorption spectrometry*

ISO 21614:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f07d647f-ce7e-45db-bf7d-745a2e10cda7/iso-21614-2008>



**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 21614:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f07d647f-ce7e-45db-bf7d-745a2e10cda7/iso-21614-2008>



**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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://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 21614 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 21614:2008  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f07d647f-ce7e-45db-bf7d-745a2e10cda7/iso-21614-2008>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 21614:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f07d647f-ce7e-45db-bf7d-745a2e10cda7/iso-21614-2008>

# Détermination de la teneur en carbone des poudres et des pastilles frittées d' $\text{UO}_2$ , $(\text{U}, \text{Gd})\text{O}_2$ et $(\text{U}, \text{Pu})\text{O}_2$ — Combustion dans un four à induction haute fréquence — Spectrométrie d'absorption infrarouge

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de détermination de la teneur en carbone des poudres et des pastilles frittées d' $\text{UO}_2$ ,  $(\text{U}, \text{Gd})\text{O}_2$  et  $(\text{U}, \text{Pu})\text{O}_2$  par combustion dans un four à induction et mesurage par spectrométrie d'absorption infrarouge.

Elle s'applique au dosage de quantités de carbone comprises entre 10  $\mu\text{g/g}$  et 500  $\mu\text{g/g}$  dans les poudres et les pastilles frittées d' $\text{UO}_2$ ,  $(\text{U}, \text{Gd})\text{O}_2$  et  $(\text{U}, \text{Pu})\text{O}_2$ .

## 2 Principe

L'échantillon est chauffé à une température supérieure à 1 500 °C dans un four à induction sous atmosphère d'oxygène pur afin de convertir tous les composés carbonés en dioxyde de carbone gazeux. Le dioxyde de carbone résultant est filtré et séché avant mesurage de son signal à 2 350  $\text{cm}^{-1}$  par spectroscopie infrarouge. Le résultat est converti en teneur de carbone du matériau analysé.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f07d647f-ce7e-45db-bf7d-745a2e10cda7/iso-21614-2008>

## 3 Réactifs et matériaux

- 3.1 **Oxygène** ( $\text{O}_2$ ), pur, d'une fraction volumique de 99,999 %.
- 3.2 **Hydroxyde de sodium** ( $\text{NaOH}$ ), de qualité analytique.
- 3.3 **Perchlorate de magnésium** ( $\text{MgClO}_4$ )<sub>2</sub>, de qualité analytique.
- 3.4 **Tungstène** ( $\text{W}$ ).

Les résultats indiqués dans la présente Norme internationale ont été obtenus en utilisant du tungstène comme catalyseur. L'utilisation d'autres matériaux tels des granulés d'étain, de fer, de cuivre et d'oxyde de cuivre nécessiterait une validation de l'appareillage d'essai utilisé.

- 3.5 **Creusets en alumine**, adaptés à l'utilisation dans un four à induction.
- 3.6 **Feuille d'aluminium**, utilisée pour protéger les creusets en alumine de la pollution après calcination.
- 3.7 **Matériaux de référence**.

Les matériaux de référence suivants sont adaptés:

- «OPERA» RM (uranium à teneur certifiée en C) de CETAMA;
- EURONORM-CRM 295-1;
- Acier SRM.

## 4 Appareillage

4.1 **Four à moufle**, capable de maintenir la température à  $(1\ 200 \pm 50)$  °C.

4.2 **Dessiccateur**, en verre contenant du gel de silice.

4.3 **Balance analytique**, exacte à au moins  $\pm 0,1$  mg.

4.4 **Mortier**, en bronze ou en acier inoxydable.

4.5 **Analyseur de carbone**, compatible avec les exigences de confinement exigées pour les matériaux radioactifs (installation d'une boîte à gants). L'analyseur comprend:

4.5.1 **Four à induction**, couplé à un générateur haute fréquence, pouvant être ouvert pour introduire le creuset tout en maintenant le flux d'oxygène empêchant l'air extérieur de pénétrer dans le four. La température obtenue ne doit pas être inférieure à 1 500 °C.

4.5.2 **Catalyseur**, du tungstène (3.4) de qualité analytique (sans carbone), placé dans le creuset situé dans la bobine d'induction pour assurer un couplage suffisant.

4.5.3 **Système d'arrivée de l'oxygène gazeux**.

La pression d'oxygène doit être réduite à une valeur comprise entre 150 kPa et 180 kPa. L'oxygène doit être purifié (3.1) et filtré avant d'entrer dans le four. La purification doit être effectuée à travers un piège à hydroxyde de sodium (3.2) pour éliminer toute trace de dioxyde de carbone. L'oxygène et le dioxyde de carbone sortant du four doivent être purifiés à travers un piège au perchlorate de magnésium (3.3) avant de passer dans la cellule de mesure.

4.5.4 **Système de mesure**, comprenant une source infrarouge, une chambre de mesure, une chambre de référence et un détecteur couplé à un système électronique de mesure, d'amplification et d'intégration du signal.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f07d647f-ce7e-45db-bf7d-745a2e10cda7/iso-21614-2008>

## 5 Échantillons pour essai

### 5.1 Poudre

Aucune préparation n'est nécessaire.

### 5.2 Pastilles

Les pastilles doivent être broyées dans le mortier (4.4) en prenant garde à ne pas produire une quantité excessive de fines particules.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Préparation des creusets

Calciner en premier lieu les creusets en alumine (3.5) pendant 8 h à  $(1\ 000 \pm 50)$  °C dans un four à moufle adapté (4.1).

Les retirer du four puis les mettre à refroidir dans un dessiccateur (4.2) sous atmosphère exempte d'humidité. Après refroidissement, manipuler les creusets avec des pincettes.

Mettre de côté le nombre de creusets nécessaires pour un jour d'analyse. Conserver les creusets inutilisés dans le dessiccateur après les avoir protégés avec une feuille d'aluminium.

## 6.2 Démarrage

Nettoyer l'analyseur (4.5) et renouveler l'hydroxyde de sodium (3.2) et le perchlorate de magnésium (3.3) contenus dans les pièges avant chaque analyse.

Mettre en marche l'analyseur et ouvrir le robinet de gaz pour laisser l'oxygène (3.1) traverser le four.

Effectuer les contrôles de routine et procéder aux réglages recommandés.

Attendre 10 min avant de procéder aux mesurages.

## 6.3 Vérification/Détermination du blanc

### 6.3.1 Vérification du blanc

Prendre un creuset (3.5) calciné. Y ajouter 1,5 g de tungstène (3.4) à l'aide de la spatule.

Placer le creuset dans le four à induction (4.5.1) et réaliser le mesurage.

La valeur obtenue doit correspondre aux critères d'acceptation spécifiés pour la détermination du blanc.

Dans le cas contraire, réajuster le réglage du blanc (voir 6.3.2).

### 6.3.2 Détermination du blanc

Effectuer trois mesurages comme indiqué en 6.3.1.

Ajuster le zéro de l'analyseur (4.5) en fonction du résultat de ces trois mesurages et calculer les critères d'acceptation de la vérification du blanc.

## 6.4 Contrôle/Étalonnage

### 6.4.1 Contrôle de l'étalonnage

Prendre un creuset (3.5) calciné.

Peser avec précision 1 g de CRM (3.7) à 0,1 g près à l'aide d'une balance analytique (4.3) étalonnée.

Ajouter 1,5 g de tungstène (3.4) à l'aide de la spatule.

Placer le creuset dans le four à induction (4.5.1) et réaliser le mesurage.

La valeur obtenue doit correspondre aux critères d'acceptation spécifiés pour le contrôle du blanc. Dans le cas contraire, réétalonner le système (voir 6.4.2).

### 6.4.2 Étalonnage

Effectuer trois mesurages comme indiqué en 6.4.1.

Étalonner l'analyseur (4.5) en fonction du résultat de ces trois mesurages et calculer les critères d'acceptation du contrôle de l'étalonnage.

Cette opération étant terminée, effectuer une vérification du blanc avec l'analyseur.

## 6.5 Analyse

Prendre un creuset (3.5) calciné. Peser environ 1 g d'échantillon pour essai à 0,1 g près à l'aide de la balance analytique (4.3) étalonnée.

Ajouter 1,5 g de tungstène (3.4) à l'aide de la cuillère de mesure.

Placer le creuset dans le four à induction (4.5.1) et réaliser le mesurage.

À la fin de la série de mesurages réalisés sur l'échantillon, effectuer une vérification du blanc et un contrôle de l'étalonnage.

NOTE Le nombre d'essais par échantillon est fonction de l'exactitude de mesure requise.

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Calculs

Le résultat final est l'expression de la valeur mesurée ou de la valeur moyenne des mesurages effectués sur l'échantillon. La teneur en carbone doit être exprimée en fraction massique d'oxyde, en microgrammes par gramme ( $\mu\text{g/g}$ ).

Si la teneur en carbone doit être exprimée en termes de fraction massique de métal, les résultats doivent être corrigés en fonction du rapport stœchiométrique des échantillons.

### 7.2 Performance

La limite de détection est de 10  $\mu\text{g}$ .

L'exactitude est:

- d'environ  $-2\%$  pour une valeur mesurée de 58  $\mu\text{g}$ .
- d'environ  $-1\%$  pour une valeur mesurée de 166  $\mu\text{g}$ .

Le coefficient type de variation de la technique est de

- 40 % (1 s) pour 58 microgrammes de carbone total,
- 6 % (1 s) pour 166 microgrammes de carbone total.

## 8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) toute information nécessaire pour l'identification de l'échantillon analysé;
- b) référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire l'ISO 21614:2008;
- c) la méthode utilisée;
- d) les résultats d'essais incluant les valeurs individuelles et leur moyenne;
- e) tout écart à la méthode spécifiée;
- f) tout événement anormal observé pendant l'essai;
- g) la date de l'essai.



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 21614:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f07d647f-ce7e-45db-bf7d-745a2e10cda7/iso-21614-2008>