

---

---

**Énergie nucléaire — Détermination du  
chlore et du fluor dans les poudres de  
dioxyde d'uranium et les pastilles frittées**

*Nuclear energy — Determination of chlorine and fluorine in uranium  
dioxide powder and sintered pellets*

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

[ISO 22875:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-  
f4a4d9321912/iso-22875-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008)



**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 22875:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008>



**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

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
<b>7</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>9</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>10</b>

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

[ISO 22875:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008>

## 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 22875 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 22875:2008  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008>

## Introduction

La présente Norme internationale décrit une méthode pour la détermination des concentrations de chlore et de fluor dans l'oxyde d'uranium et les pastilles frittées, par pyrohydrolyse des échantillons suivie soit d'une chromatographie liquide par échange d'ions, soit de la mesure des ions chlore et fluor par électrode spécifique.

De nombreux systèmes de chromatographie par échange d'ions et de mesure par électrode spécifique sont possibles; les équipements et les modes opératoires ne sont donc pas décrits ici en détail.

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

[ISO 22875:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008>

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

ISO 22875:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008>

# Énergie nucléaire — Détermination du chlore et du fluor dans les poudres de dioxyde d'uranium et les pastilles frittées

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode pour la détermination du chlore et du fluor dans les poudres de dioxyde d'uranium et les pastilles frittées. Elle est applicable pour l'analyse d'échantillons ayant une fraction massique de chlore allant de 5 µg/g à 500 µg/g et une fraction massique de fluor allant de 2 µg/g à 500 µg/g.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 9892:1992, *Métal d'uranium, poudre et pastilles frittées de dioxyde d'uranium, et solutions de nitrate d'uranyle — Détermination de la teneur en fluor — Méthode de l'électrode sélective des ions fluorure*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc6c9062-0b5d-448a-8547-f4a4d9321912/iso-22875-2008>

## 3 Principe

Les échantillons sont pyrohydrolysés de 900 °C à 1 000 °C dans un four tubulaire dans de l'air humidifié ou de la vapeur surchauffée à la même température. Le chlore et le fluor sont entraînés et piégés sous forme d'acides halogénés dans une solution aqueuse.

Deux méthodes d'analyse peuvent être utilisées pour la détermination des ions chlorure et fluorure:

- a) chromatographie liquide par échange d'ions;
- b) mesure par électrode spécifique.

## 4 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue.

- 4.1 **Eau**, conforme au moins à la qualité 1 telle que définie dans l'ISO 3696.
- 4.2 **Chlorure de sodium anhydre** (NaCl).
- 4.3 **Fluorure de sodium anhydre** (NaF).
- 4.4 **Carbonate de sodium** (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>).
- 4.5 **Bicarbonate de sodium anhydre** (NaHCO<sub>3</sub>).

**4.6 Acide acétique glacial** ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ),  $\rho(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1,06 \text{ g/ml}$ .

**4.7 Acétate de potassium** ( $\text{CH}_3\text{COOK}$ ).

**4.8 Solution éluante concentrée**,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,018 \text{ mol/l}$  et  $c(\text{NaHCO}_3) = 0,017 \text{ mol/l}$ .

Dissoudre 1,908 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (4.4) et 1,428 g de  $\text{NaHCO}_3$  (4.5) dans de l'eau (4.1). Mettre dans une fiole jaugée de 1 l. Diluer à 1 l avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

**4.9 Solution éluante standard.**

Ajouter 100 ml de solution éluante concentrée (4.8) dans une fiole jaugée de 1 l. Diluer à 1 l avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

**4.10 Solution éluante pour mise à volume**,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,09 \text{ mol/l}$  et  $c(\text{NaHCO}_3) = 0,085 \text{ mol/l}$ .

Dissoudre 9,540 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (4.4) et 7,140 g de  $\text{NaHCO}_3$  (4.5) dans de l'eau (4.1) Mettre dans une fiole jaugée de 1 l. Diluer à 1 l avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

**4.11 Solution tampon**,  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,005 \text{ mol/l}$  et  $c(\text{CH}_3\text{COOK}) = 0,005 \text{ mol/l}$ .

Mettre 250  $\mu\text{l}$  d'acide acétique (4.6) et 0,50 g d'acétate de potassium (4.7) dans une fiole jaugée de 1 l en polyéthylène. Diluer à 1 l avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

Une solution tampon de concentration 0,001 mol/l à 0,1 mol/l peut être utilisée.

**4.12 Solution étalon de chlorure**,  $\rho(\text{Cl}) = 1 \text{ g/l}$ .

Dissoudre 1,648 g de chlorure de sodium anhydre et sec (4.2) dans de l'eau (4.1). Mettre dans une fiole jaugée de 1 l. Diluer à 1 litre avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

Pour obtenir le sel de sodium anhydre, chauffer le sel juste avant utilisation à 120 °C pendant 4 h et laisser refroidir au dessiccateur.

**4.13 Solution étalon de chlorure**,  $\rho(\text{Cl}) = 0,1 \text{ g/l}$ .

Pipeter 10 ml de la solution étalon (4.12) dans une fiole de 100 ml. Ajuster le volume de la solution à 100 ml avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

**4.14 Solution étalon de chlorure**,  $\rho(\text{Cl}) = 0,01 \text{ g/l}$ .

Pipeter 10 ml de la solution étalon (4.13) dans une fiole de 100 ml. Ajuster le volume de la solution à 100 ml avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

Cette solution peut être conservée pendant deux mois.

**4.15 Solution étalon de fluorure**,  $\rho(\text{F}) = 1 \text{ g/l}$ .

Dissoudre  $2,210 \pm 0,001 \text{ g}$  de fluorure de sodium anhydre et sec (4.3) dans de l'eau (4.1). Mettre dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajuster le volume de la solution à 1 l avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

Pour obtenir le sel de sodium anhydre, chauffer le sel juste avant utilisation à 120 °C pendant 4 h et laisser refroidir au dessiccateur.

**4.16 Solution étalon de fluorure**,  $\rho(\text{F}) = 0,1 \text{ g/l}$ .

Pipeter 10 ml de la solution étalon (4.15) dans une fiole de 100 ml. Ajuster le volume de la solution à 100 ml avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.



**4.17 Solution étalon de fluorure**,  $\rho(\text{F}) = 0,01 \text{ g/l}$ .

Pipeter 10 ml de la solution étalon (4.16) dans une fiole de 100 ml. Ajuster le volume de la solution à 100 ml avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

Cette solution peut être conservée pendant deux mois.

**4.18 Solutions étalon de chlorure et de fluorure pour l'étalonnage de la chromatographie**,  $\rho(\text{Cl}) = \rho(\text{F}) = 0,2 \text{ mg/l}$ ;  $\rho(\text{Cl}) = \rho(\text{F}) = 0,5 \text{ mg/l}$ ;  $\rho(\text{Cl}) = \rho(\text{F}) = 1,0 \text{ mg/l}$ .

Dans trois fioles jaugées de 100 ml, pipeter respectivement les volumes de 2 ml, 5 ml et 10 ml de la solution étalon de chlorure à 0,01 g/l (4.14) et de la solution étalon de fluorure à 0,01 g/l (4.17). Ajouter 2 ml de solution éluante concentrée (4.8) à chaque fiole. Ajuster le volume de la solution à 100 ml avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

Ces solutions contiennent 0,2 mg/l, 0,5 mg/l et 1,0 mg/l, respectivement, en ions chlorure et fluorure.

Ces solutions d'étalonnage doivent être préparées chaque jour.

**4.19 Solutions étalon de chlorure pour l'étalonnage des électrodes spécifiques**,  $\rho(\text{Cl}) = 0,5 \text{ mg/l}$ ;  $\rho(\text{Cl}) = 1,0 \text{ mg/l}$ ;  $\rho(\text{Cl}) = 2,0 \text{ mg/l}$ .

Dans trois fioles jaugées de 100 ml, pipeter respectivement les volumes de 5 ml, 10 ml et 20 ml de la solution étalon de chlorure à 0,01 g/l (4.14). Ajouter 20 ml de solution tampon (4.11) à chaque fiole. Ajuster le volume de la solution à 100 ml avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

Ces solutions contiennent 0,5 mg/l, 1,0 mg/l et 2,0 mg/l, respectivement, en ion chlorure.

Ces solutions d'étalonnage doivent être préparées chaque jour.

**4.20 Solutions étalon de fluorure pour l'étalonnage des électrodes spécifiques**,  $\rho(\text{F}) = 0,5 \text{ mg/l}$ ;  $\rho(\text{F}) = 1,0 \text{ mg/l}$ ;  $\rho(\text{F}) = 2,0 \text{ mg/l}$ .

Dans trois fioles jaugées de 100 ml, pipeter respectivement les volumes de 5 ml, 10 ml et 20 ml de la solution étalon de fluorure à 0,01 g/l (4.17). Ajouter 20 ml de solution tampon (4.11) à chaque fiole. Ajuster le volume de la solution à 100 ml avec de l'eau (4.1). Homogénéiser.

Ces solutions contiennent 0,5 mg/l, 1,0 mg/l et 2,0 mg/l, respectivement, en ion fluorure.

Ces solutions d'étalonnage doivent être préparées chaque jour.

**5 Appareillage****5.1 Équipement standard de laboratoire.****5.2 Ensemble de pyrohydrolyse.****5.2.1 Four tubulaire**, équipé d'un régulateur de température.**5.2.2 Tube avec chauffage de la vapeur et condenseur.**