

---

---

**Technologie du combustible  
nucléaire — Pastilles (U,Pu)O<sub>2</sub>  
frittées — Préconisations relatives à  
la préparation céramographique pour  
examen de la microstructure**

*Nuclear fuel technology — Sintered (U,Pu)O<sub>2</sub> pellets — Guidance for  
ceramographic preparation for microstructure examination*

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

[ISO 22765:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e6ded284-9a60-42f1-9b4d-c22a731f112b/iso-22765-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e6ded284-9a60-42f1-9b4d-c22a731f112b/iso-22765-2016>



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

ISO 22765:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e6ded284-9a60-42f1-9b4d-c22a731f112b/iso-22765-2016>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</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>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Description</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Matériel</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Réactifs et résine</b> .....	<b>2</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Découpage de l'échantillon.....	3
8.2    Enrobage dans la résine.....	3
8.3    Polissage grossier.....	3
8.4    Polissage final.....	3
<b>9</b> <b>Révélation de la structure</b> .....	<b>4</b>
9.1    Généralités.....	4
9.2    Révélation par traitement thermique.....	4
9.3    Révélation par attaque chimique.....	5
9.4    Révélation par attaque ionique.....	5
<b>Bibliographie</b> .....	<b>7</b>

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 22765:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e6ded284-9a60-42f1-9b4d-c22a731f112b/iso-22765-2016>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/foreword.html](http://www.iso.org/iso/fr/foreword.html).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires et radioprotection*, Sous-comité SC 5, *Cycle du combustible nucléaire*.

# Technologie du combustible nucléaire — Pastilles (U,Pu)O<sub>2</sub> frittées — Préconisations relatives à la préparation céramographique pour examen de la microstructure

## 1 Domaine d'application

Le présent document décrit la procédure céramographique utilisée pour préparer des pastilles de (U,Pu)O<sub>2</sub> frittées afin de réaliser des examens qualitatifs et quantitatifs de leur microstructure.

Ces examens sont réalisés avant et après un traitement thermique ou une attaque chimique.

Ils permettent:

- l'observation d'éventuels fissures, pores inter- et intragranulaires ou inclusions; et
- le mesurage des tailles de grains, de la porosité et de l'homogénéité de la distribution du plutonium.

Le diamètre de grain moyen est mesuré par l'une des méthodes classiques suivantes: comptage (méthode par interception), comparaison à des grilles normalisées ou des images types, etc<sup>[2]</sup>. Le mesurage des dimensions du grain requiert la révélation uniforme de la microstructure sur l'ensemble de l'échantillon.

La localisation et la distribution des pores et des agglomérats de plutonium sont en général analysées par des systèmes automatiques d'analyse des images. La distribution du plutonium est, en règle générale, mise en évidence par une attaque chimique mais il est également possible d'utiliser l'autoradiographie alpha. La première technique évite la tendance propre à l'autoradiographie, d'exagérer la taille des agglomérats riches en plutonium en raison de la distance parcourue par les particules alpha depuis la source.

## 2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

## 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

## 4 Principe

La préparation céramographique des pastilles d'(U,Pu)O<sub>2</sub> se décompose en deux étapes:

- le polissage de l'échantillon, après qu'il a été enrobé, ou non, dans une résine spécifique;
- un traitement thermique ou une attaque chimique pour révéler la microstructure de l'échantillon.

## 5 Description

Le mode opératoire comprend les étapes suivantes:

- la coupe de l'échantillon;
- l'enrobage dans la résine;
- le polissage grossier;
- le polissage final;
- le traitement thermique ou l'attaque chimique.

L'enrobage dans la résine peut être effectué avant la coupe de l'échantillon. Il est possible de s'affranchir de l'enrobage dans la résine quand on utilise un dispositif mécanique pour maintenir l'échantillon pendant la coupe et le polissage. Ainsi il est préférable de découper la pastille avant de l'enrober.

## 6 Matériel

Le matériel doit être installé dans un environnement permettant de contrôler le confinement de l'échantillon pendant tout le déroulement du mode opératoire.

**6.1 Machine à tronçonner à disque diamanté pour métallographie, avec système de refroidissement.**

**6.2 Polisseuse automatique**, de préférence dotée d'un système permettant d'exercer une pression constante sur l'échantillon.

**6.3 Matériel pour la préparation de la résine** (cuillères, spatules, récipients en PVC, moule).

**6.4 Equipement de laboratoire** pour effectuer l'attaque chimique.

**6.5 Cuve à ultrasons pour le nettoyage de l'échantillon** (facultatif).

**6.6 Microscope optique ou loupe binoculaire, avec un grossissement pouvant aller jusqu'à au moins X10.**

**6.7 Four programmable**, pouvant atteindre une température d'environ 1 600 °C avec balayage à l'argon.

**6.8 Crayon graveur.**

## 7 Réactifs et résine

**7.1 Résine à déterminer par l'utilisateur**, par exemple:

- résine époxyde liquide mélangée avec une proportion adéquate d'activateur produite par le même fabricant, la polymérisation se produit généralement sous 24 h à température ambiante;
- résine de polyester; polymérisation en 1 h.

**7.2 Solution aqueuse acide pour l'attaque chimique** (par exemple, oxyde de chrome et acide fluorhydrique).

### 7.3 Eau déminéralisée.

### 7.4 Alcool.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Découpage de l'échantillon

La pastille est découpée au moyen d'une machine à tronçonner à disque diamanté pour métallographie, avec système de refroidissement, selon l'axe sélectionné (longitudinal ou axial).

Après la coupe, l'échantillon est nettoyé à l'alcool ou à l'eau déminéralisée. Pour ce faire, il est possible d'utiliser une cuve de nettoyage à ultrasons.

### 8.2 Enrobage dans la résine

Avant les deux étapes de polissage (grossier et final), l'échantillon découpé est enrobé dans de la résine. Pour cela, la moitié d'une pastille est placée dans un moule, face découpée contre le fond du moule.

La résine préparée, éventuellement colorée pour distinguer la teneur en Pu de la pastille, est ensuite versée dans le moule.

Au terme de la durée requise (par exemple, entre 30 min et 60 min), la pastille enrobée peut être retirée du moule.

Le numéro d'identification de la pastille échantillon peut alors être gravé sur la résine au moyen du crayon graveur.

Il est recommandé de nettoyer le moule avant de le réutiliser.

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/e6ded284-9a60-42f1-9b4d-c22a731f112b/iso-22765-2016>

### 8.3 Polissage grossier

Les échantillons enrobés de résine doivent tout d'abord être polis grossièrement de façon à éliminer les traces de résines superficielles et à garantir la planéité. Pour ce faire, il est possible de mettre en œuvre un processus en plusieurs étapes.

Un exemple est décrit ci-après:

- disque abrasif P180 (82  $\mu\text{m}$ ) (pour les échantillons enrobés dans la résine après la coupe): temps nécessaire pour niveler la surface de résine;
- disque abrasif P400 (35  $\mu\text{m}$ ): entre 30 s et 1 min;
- disque abrasif P800 (22  $\mu\text{m}$ ): entre 30 s et 1 min;
- disque abrasif P1200 (15  $\mu\text{m}$ ): entre 30 s et 1 min;

Le polissage grossier est réalisé en utilisant une polisseuse avec une pression d'air comprise entre 100 kPa et 150 kPa, et une vitesse de rotation comprise entre 70 r/min et 270 r/min.

L'échantillon est soigneusement nettoyé à l'alcool entre chaque étape et après l'opération de polissage grossier. Le nettoyage peut être effectué dans une cuve à ultrasons.

### 8.4 Polissage final

Un exemple est décrit ci-après.

L'opération de polissage est effectuée en utilisant une série de disques à satiner auxquels est ajoutée une pâte diamantée de granulométrie comprise entre 1 µm et 6 µm. Le polissage est effectué pendant une durée d'environ 20 min sur une polisseuse avec une pression d'air comprise entre 100 kPa et 200 kPa.

Après ce polissage, l'échantillon est soigneusement nettoyé à l'alcool, puis séché à l'air. Le nettoyage peut être effectué dans une cuve à ultrasons. Il est recommandé de donner aux surfaces polies un aspect «poli miroir» et il convient que celles-ci soient exemptes de rayures.

La qualité du polissage est contrôlée en observant l'échantillon au microscope ou à la loupe binoculaire.

Les pastilles ainsi préparées peuvent être soumises aux examens tels que:

- les mesurages de la porosité; et
- l'examen céramographique global pour révéler les fissures.

## 9 Révélation de la structure

### 9.1 Généralités

Pour déterminer la taille des grains, il convient tout d'abord de révéler la structure par un traitement thermique ou une attaque chimique. L'attaque chimique peut également être utilisée pour révéler la distribution des agglomérats de plutonium. Comme alternative pour révéler la distribution des agglomérats de plutonium, il est également possible de recourir à l'autoradiographie alpha.

### 9.2 Révélation par traitement thermique

Après la coupe, l'échantillon n'est pas enrobé mais placé dans un dispositif mécanique. Ensuite, la demi-pastille déposée dans ce dispositif est polie. Le polissage qui précède le traitement thermique peut être effectué en mettant en œuvre un processus en plusieurs étapes.

Un exemple est décrit ci-après.

#### Polissage grossier

Le polissage grossier est réalisé en utilisant une polisseuse avec une pression d'air comprise entre 100 kPa et 150 kPa, et une vitesse de rotation comprise entre 70 r/min et 270 r/min.

- Disque abrasif P180 (82 µm) (pour les échantillons enrobés dans la résine après la coupe): temps nécessaire pour niveler la surface de résine
- Disque abrasif P400 (35 µm): entre 30 s et 1 min
- Disque abrasif P800 (22 µm): entre 30 s et 1 min
- Disque abrasif P1200 (15 µm): entre 30 s et 1 min

L'échantillon est soigneusement nettoyé à l'alcool (dans une cuve à ultrasons ou non) entre chaque étape et après l'opération de polissage grossier.

#### Polissage final (voir 8.4)

#### Séquence au four

Après avoir sorti l'échantillon du dispositif mécanique, il est introduit dans le four.

Le traitement thermique peut être réalisé dans diverses conditions. Un exemple est décrit ci-après:

- montée en température: 283 °C/h;
- niveau fixe de température: 1 600 °C;

- durée: 6 h;
- balayage à l'argon pendant tout le cycle.

Les conditions sont choisies en fonction des caractéristiques du four, de la présence d'autres gaz, du débit de gaz et de la durée du cycle.

### 9.3 Révélation par attaque chimique

Les échantillons sont immergés entre 30 s et 1 min dans un mélange réactif, puis ils sont rincés à l'eau et séchés à l'air.

L'attaque chimique implique un grand nombre de variables. L'opérateur détermine la nature du réactif et la durée de l'attaque chimique en fonction de la composition de la pastille (teneur en Pu, etc.) et des résultats obtenus.

Exemples:

- attaque à température ambiante;
- eau distillée: 96 ml;
- oxyde de chrome Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 20 g;
- fraction massique d'acide fluorhydrique à 40 %: 48 ml;
- durée de l'attaque: entre 25 s et 1 min;
- attaque à chaud: 70 °C;
- eau distillée: 24 ml;
- solution saturée de bifluorure d'ammonium: 1 ml;
- acide sulfurique (s.g. 1,84): 1 ml;
- durée de l'attaque: entre 1 min et 5 min.

### 9.4 Révélation par attaque ionique

L'échantillon est placé dans l'enceinte du dispositif de bombardement ionique. Un exemple de dispositif est représenté à la [Figure 1](#).

Après avoir fait le vide au moyen de pompes rotatives et à diffusion, on introduit de l'argon dans l'enceinte. Des ions d'argon sont pulvérisés à la surface de l'éprouvette par un canon à ions pendant 10 min environ. L'opérateur détermine la durée de l'attaque selon la composition de la pastille (teneur en Pu etc.) et suivant les résultats obtenus.