

---

---

**Énergie nucléaire — Technologie du  
combustible — Détermination du  
rapport O/M dans les pastilles MOX  
par la méthode gravimétrique**

*Nuclear Energy — Fuel technology — Determination of the O/M ratio  
in MOX pellets by the gravimetric method*

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

[ISO 21484:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9481e2f8-b697-4046-afea-933a02446c9c/iso-21484-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9481e2f8-b697-4046-afea-933a02446c9c/iso-21484-2017>



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

[ISO 21484:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9481e2f8-b697-4046-afea-933a02446c9c/iso-21484-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9481e2f8-b697-4046-afea-933a02446c9c/iso-21484-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017, 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](mailto:copyright@iso.org)  
[www.iso.org](http://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>Réactions</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Réactifs et matériaux</b> .....	<b>1</b>
<b>7</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>8</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>2</b>
9.1    Essai préliminaire.....	2
9.2    Préparation des creusets.....	2
9.3    Pesée de l'échantillon.....	3
9.4    Cycles de traitement thermique.....	3
9.4.1    Généralités.....	3
9.4.2    Exemple 1.....	3
9.4.3    Exemple 2.....	3
9.5    Pesée finale.....	3
<b>10</b> <b>Calcul</b> .....	<b>4</b>
10.1    Masse atomique moyenne d'oxyde après traitement thermique.....	4
10.2    Calcul du rapport O/M.....	4
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>4</b>
11.1    Exactitude.....	4
11.2    Fidélité.....	5
11.3    Sensibilité.....	5
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>6</b>

## 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/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html)

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires, et radioprotection*, sous-comité SC 5, *Installations nucléaires, procédés et technologies*

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 21484:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

# Énergie nucléaire — Technologie du combustible — Détermination du rapport O/M dans les pastilles MOX par la méthode gravimétrique

## 1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode de détermination du rapport oxygène/métal (O/M) dans les pastilles de mélange d'oxydes d'uranium et de plutonium  $(U,Pu)O_{2 \pm X}$ . Les paramètres indiqués dans les paragraphes suivants sont applicables aux pastilles dont le rapport O/M est compris entre 1,98 et 2,01. La méthode décrite dans le présent document doit être adaptée, en ce qui concerne les paramètres, si les valeurs attendues du rapport O/M ne sont pas situées dans cette plage.

## 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:

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

## 4 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 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.

## 5 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)  $(U,Pu)O_{2 \pm X} + xH_2 \rightarrow (U,Pu)O_{2,000} + xH_2O$ .

## 6 Réactifs et matériaux

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

**6.1 Solution d'acide nitrique**, solution aqueuse d'acide nitrique à 50 % en volume.

**6.2 Gaz de purge**.

**6.2.1 Air**, une pureté de 99,99 % en fraction volumique est recommandée.

**6.2.2 Gaz inerte**, tel que l'argon ou l'azote, pouvant être utilisé avec une pureté recommandée de 99,99 % en fraction volumique [ $O_2 < 0,0005\%$  (5 ppm),  $H_2O < 0,0005\%$  (5 ppm),  $N_2 < 0,0005\%$  (5 ppm)].

**6.2.3 Hydrogène ou mélange d'hydrogène et de gaz inerte**, d'une pureté de 99,99 % en fraction volumique auquel peut être ajoutée de la vapeur d'eau pour obtenir un potentiel d'oxygène ( $\Delta G_0$ ) proche de  $-420\text{ kJ/mol}$  ( $-100\text{ kcal/mol}$ ).

## 7 Appareillage

**7.1 Four**, l'un des fours suivants peut être utilisé.

**7.1.1 Four à moufle**, thermorégulé jusqu'à  $950\text{ }^\circ\text{C}$ , comportant un appareil de mesure de la température et un dispositif de balayage avec plusieurs gaz.

**7.1.2 Autres fours**, d'autres fours présentant les mêmes performances peuvent également être utilisés tels qu'un four à système d'imagerie infrarouge (chauffage par lampe IR) avec réflecteur Or.

**7.2 Creusets**, utiliser des creusets en platine ou en quartz.

**7.3 Balance analytique**, utiliser une balance analytique d'une exactitude d'au moins  $\pm 0,1\text{ mg}$  lorsqu'un four à moufle est utilisé, ou d'au moins  $\pm 0,01\text{ mg}$  si les échantillons sont plus petits.

## 8 Échantillonnage

Un échantillon représentatif doit être prélevé dans le lot de pastilles pour être analysé. Si nécessaire, écraser les pastilles pour obtenir de plus petits échantillons en fonction du type de four ou de la taille du creuset.

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

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Essai préliminaire

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

### 9.2 Préparation des creusets

Les creusets doivent être propres et pesés avant utilisation. Le mode opératoire de nettoyage donné ci-dessous à titre d'exemple peut être utilisé.

- Nettoyer les creusets en les chauffant dans de l'acide nitrique (6.1) à une température proche du point d'ébullition.
- Rincer abondamment avec de l'eau désionisée.
- Sécher les creusets au four pendant 30 min à  $150\text{ }^\circ\text{C}$  sous atmosphère inerte.
- Laisser refroidir les creusets jusqu'à  $35\text{ }^\circ\text{C}$  dans le four sous atmosphère inerte.

- e) Sortir chaque creuset du four et le peser avec une exactitude d'au moins  $\pm 0,1$  mg.
- f) Enregistrer la masse du creuset,  $m_0$ , en grammes.

### 9.3 Pesée de l'échantillon

- 9.3.1 Placer les pastilles échantillonnées comme indiqué dans [l'Article 8](#), dans un creuset vide.
- 9.3.2 Peser le creuset contenant les pastilles avec une exactitude d'au moins  $\pm 0,1$  mg.
- 9.3.3 Enregistrer la masse,  $m_1$ , en grammes, du creuset contenant les pastilles.

### 9.4 Cycles de traitement thermique

#### 9.4.1 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'oxydo-réduction et les débits de gaz dans le four doivent être optimisés en fonction du type de four utilisé, du nombre de pastilles dans l'échantillon mesuré, de la composition des pastilles, etc.

Placer le creuset contenant les pastilles de l'échantillon dans le four. Appliquer le cycle souhaité de traitement thermique.

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

#### 9.4.2 Exemple 1

- 9.4.2.1 Sous balayage d'argon, porter la température à  $900 \text{ °C} \pm 30 \text{ °C}$  et la maintenir pendant 5 min.
- 9.4.2.2 Sous balayage d'air, maintenir la température du four pendant 1 min à  $7 \text{ min}$  à  $900 \text{ °C} \pm 30 \text{ °C}$ .
- 9.4.2.3 Sous balayage d'argon, maintenir la température du four pendant 5 min à  $900 \text{ °C} \pm 30 \text{ °C}$ .
- 9.4.2.4 Sous balayage d'argon + 5 % à 7 % de  $\text{H}_2$ , maintenir la température du four pendant 8 h à 13 h à  $900 \text{ °C} \pm 30 \text{ °C}$ .
- 9.4.2.5 Sous balayage d'argon + 5 % à 7 % de  $\text{H}_2$ , arrêter le chauffage du four et laisser décroître la température jusqu'à  $35 \text{ °C}$ .

#### 9.4.3 Exemple 2

- 9.4.3.1 Chauffer les échantillons pendant 16 h à  $800 \text{ °C}$ , dans une atmosphère comprenant une fraction volumique de 4 % de  $\text{H}_2$  dans de l'argon saturé en eau à température ambiante.
- 9.4.3.2 Refroidir sous argon sec contenant une fraction volumique de 4 % de  $\text{H}_2$ .

### 9.5 Pesée finale

- 9.5.1 Sortir le creuset du four.
- 9.5.2 Peser le creuset avec une exactitude d'au moins 0,1 mg.
- 9.5.3 Enregistrer la masse,  $m_2$ , en grammes, du creuset après traitement thermique d'oxydo-réduction.

## 10 Calcul

### 10.1 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 la [Formule \(1\)](#):

$$m_a = \frac{m(\text{Pu}) \cdot x_{\text{Pu}} + m(\text{U}) \cdot x_{\text{U}} + m(\text{Am}) \cdot x_{\text{Am}}}{x_{\text{Pu}} + x_{\text{U}} + x_{\text{Am}}} + 2m(\text{O}) \quad (1)$$

où

$m_a$  est la masse atomique moyenne d'oxyde de métaux lourds;

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

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

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

$x_{\text{Pu}}$  est la fraction molaire, en pourcentage, du plutonium dans l'oxyde;

$x_{\text{U}}$  est la fraction molaire, en pourcentage, de l'uranium dans l'oxyde;

$x_{\text{Am}}$  est la fraction molaire en pourcentage, de l'américium dans l'oxyde;

$m(\text{O})$  est la masse atomique de l'oxygène (15,999 4);

$x_{\text{Pu}} + x_{\text{U}} + x_{\text{Am}} = 100 \%$ .

### 10.2 Calcul du rapport O/M

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9481e2f8-b697-4046-afea-933a02446c9c/iso-21484-2017>

Calculer le rapport O/M en utilisant la [Formule \(2\)](#):

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

où

$m_0$  est la masse du creuset vide, en g;

$m_1$  est la masse du creuset contenant l'échantillon pour essai avant oxydo-réduction, en g;

$m_2$  est la masse du creuset contenant l'échantillon pour essai après traitement thermique d'oxydo-réduction, en g;

$m(\text{O})$  est la masse atomique de l'oxygène (15,999 4);

$m_a$  est la masse atomique moyenne d'oxyde de métaux lourds.

## 11 Fidélité

### 11.1 Exactitude

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

### 11.2 Fidélité

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

### 11.3 Sensibilité

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

## 12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) toutes les informations nécessaires à l'identification de l'échantillon soumis à l'essai;
- b) une référence au présent document, à savoir ISO 21484:2017;
- c) la méthode utilisée;
- d) les résultats de l'essai, y compris les résultats des déterminations individuelles et leur moyenne, calculés de la manière spécifiée dans [l'Article 10](#);
- e) tout écart par rapport au mode opératoire d'essai spécifié;
- f) toute particularité (anomalie) observée au cours de l'essai;
- g) la date de l'essai.

ISO 21484:2017  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9481e2f8-b697-4046-afea-933a02446c9c/iso-21484-2017>