
**Technologie du combustible
nucléaire — Lignes directrices pour
la préparation céramographique de
pastilles UO₂ frittées pour l'examen de
la microstructure**

*Nuclear fuel technology — Guidelines for ceramographic preparation
of UO₂ sintered pellets for microstructure examination*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16793:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee31f0ef-3106-4fa9-a325-81649975308f/iso-16793-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16793:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee31f0ef-3106-4fa9-a325-81649975308f/iso-16793-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee31f0ef-3106-4fa9-a325-81649975308f/iso-16793-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Modes opératoires	2
5.1 Généralités.....	2
5.2 Préparation des échantillons non enrobés.....	2
5.3 Préparation des échantillons enrobés ne nécessitant pas de désenrobage ultérieur.....	2
5.4 Préparation des échantillons enrobés nécessitant un désenrobage ultérieur.....	2
6 Appareillage	2
7 Réactifs et consommables	3
8 Méthodes	4
8.1 Tronçonnage.....	4
8.2 Enrobage.....	4
8.3 Meulage.....	4
8.4 Polissage.....	5
8.5 Désenrobage.....	5
9 Attaque	5
9.1 Introduction.....	5
9.2 Attaque chimique.....	5
9.3 Attaque thermique.....	6
Bibliographie	8

Iteh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 16793:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee31f0ef-3106-4fa9-a325-81649975308f/iso-16793-2018>

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).

L'attention est attirée 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).

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 www.iso.org/avant-propos.

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 16793:2005), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Technologie du combustible nucléaire — Lignes directrices pour la préparation céramographique de pastilles UO₂ frittées pour l'examen de la microstructure

1 Domaine d'application

Le présent document décrit la préparation céramographique de pastilles de dioxyde d'uranium (UO₂) frittées, permettant de réaliser des examens qualitatifs et quantitatifs de leur microstructure.

Ces examens peuvent être réalisés avant et après une attaque chimique ou thermique.

Ils permettent

- l'observation des fissures, des pores intergranulaires ou intragranulaires et des inclusions, et
- le mesurage de la taille des grains et de la porosité, ainsi que de leur distribution.

Le mesurage de la taille moyenne des grains peut être effectué par une méthode courante de comptage décrite dans l'ISO 2624 ou l'ASTM E112^[3], c'est-à-dire une méthode par interception, comparaison avec des grilles normalisées ou avec des images types.

Le mesurage de la distribution des tailles de pores est généralement effectué par un analyseur d'images automatique. Si la distribution granulométrique est également mesurée avec un analyseur d'images, il est recommandé d'utiliser une attaque thermique pour révéler de façon uniforme la structure des grains de l'ensemble de l'échantillon.

ISO 16793:2018

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee31f0ef-3106-4fa9-a325-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee31f0ef-3106-4fa9-a325-81649975308f/iso-16793-2018)

[81649975308f/iso-16793-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee31f0ef-3106-4fa9-a325-81649975308f/iso-16793-2018)

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 <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

La préparation céramographique des pastilles d'UO₂ frittées est réalisée en deux étapes:

- a) Polissage de l'échantillon: l'échantillon peut être soit enrobé dans une résine, soit maintenu à l'aide d'un dispositif mécanique de préhension approprié (un exemple est représenté à la [Figure 1](#)).
- b) Attaque de l'échantillon: la microstructure peut être révélée par attaque chimique ou thermique. L'attaque thermique ne peut pas être réalisée sur un échantillon enrobé.

5 Modes opératoires

5.1 Généralités

Les échantillons céramographiques peuvent être préparés selon trois modes opératoires différents: les échantillons peuvent être non enrobés (5.2), enrobés sans désenrobage ultérieur (5.3) ou enrobés avec un désenrobage ultérieur (5.4).

5.2 Préparation des échantillons non enrobés

Préparer les échantillons en suivant les étapes ci-après:

- tronçonnage (8.1);
- meulage (8.3);
- polissage (8.4);
- attaque chimique (9.2) ou thermique (9.3).

5.3 Préparation des échantillons enrobés ne nécessitant pas de désenrobage ultérieur

Préparer les échantillons en suivant les étapes ci-après:

- tronçonnage (8.1);
- enrobage avec une résine appropriée (8.2);
- meulage (8.3);
- polissage (8.4);
- attaque chimique (9.2).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16793:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee31f0ef-3106-4fa9-a325-81649975308f/iso-16793-2018>

5.4 Préparation des échantillons enrobés nécessitant un désenrobage ultérieur

Préparer les échantillons en suivant les étapes ci-après:

- tronçonnage (8.1);
- enrobage avec une résine polyester ou acrylique (8.2);
- meulage (8.3);
- polissage (8.4);
- désenrobage (8.5);
- attaque chimique (9.2) ou thermique (9.3).

6 Appareillage

6.1 Tronçonneuse métallographique, à disque diamanté, équipée d'un système d'arrosage à l'eau.

6.2 Polisseuse manuelle, ou automatique, avec un dispositif permettant de maintenir une pression constante sur les échantillons, la valeur recommandée de cette dernière étant comprise entre $0,8 \times 10^5$ Pa et $1,0 \times 10^5$ Pa (voir Figure 2).

6.3 Bain à ultrasons.

- 6.4 **Enceinte à vide**, avec une pompe primaire, pour l'imprégnation.
- 6.5 **Système de chauffage**, permettant d'atteindre 80 °C pour le désenrobage.
- 6.6 **Four d'attaque thermique**, fonctionnant sous atmosphère oxydante (CO₂). L'échantillon et le dispositif de mesure de la température doivent se situer dans la zone isotherme du four.
- 6.7 **Dispositif mécanique de préhension**, pour préparer les échantillons non enrobés.
- 6.8 **Microscope optique**.

7 Réactifs et consommables

- 7.1 **Résines d'enrobage à couler**, (deux ou trois constituants) polyester, époxyde ou acrylique.
- 7.2 **Papiers abrasifs**, de granulométrie comprise entre P60 (269 µm) et P2500 (8,4 µm).
- 7.3 **Résine d'imprégnation**, telle qu'une résine époxyde, polyester ou acrylique liquide, mélangée avec un durcisseur.
- 7.4 **Alcool**, de qualité industrielle.
- 7.5 **Suspensions de polissage diamantées**, ou pâtes de polissage diamantées, avec des grains de diamant de taille comprise entre 0,25 µm et 15 µm.
- 7.6 **Tissus de polissage en nylon, en soie, en laine ou synthétiques, tissés ou non tissés**.
- 7.7 **Suspensions de polissage aqueuses de silice ou d'alumine**, de granulométrie comprise entre 0,05 µm et 1 µm.
- 7.8 **Peroxyde d'hydrogène**, 30 % en masse, masse volumique: 1,11 kg/l.

AVERTISSEMENT — Le peroxyde d'hydrogène est une substance corrosive et oxydante. Éviter tout contact avec les yeux et la peau. Utiliser des équipements de protection individuelle adaptés (comprenant des gants appropriés, un écran facial ou des lunettes de sécurité, etc.) pendant les opérations impliquant l'utilisation de peroxyde d'hydrogène.

- 7.9 **Acide sulfurique**, au moins 95 % en masse, masse volumique: 1,84 kg/l.

AVERTISSEMENT — L'acide sulfurique concentré est une substance corrosive et provoque des brûlures. Éviter tout contact avec les yeux et la peau. Utiliser un système de ventilation approprié (par exemple, une hotte aspirante) et des équipements de protection individuelle adaptés (par exemple, des gants appropriés, un écran facial ou des lunettes de sécurité) pendant les opérations impliquant l'utilisation d'acide sulfurique concentré.

- 7.10 **Acide fluorhydrique**, 38 % à 40 % en masse, masse volumique: 1,13 kg/l.

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique est un acide hautement corrosif pouvant provoquer des brûlures graves sur la peau, les yeux et les muqueuses. L'acide fluorhydrique diffère des autres acides, car l'ion fluorure pénètre rapidement la peau, et détruit les couches profondes de tissus. Contrairement aux autres acides, dont les effets sont rapidement neutralisés, les effets de l'acide fluorhydrique sur les tissus peuvent durer plusieurs jours en l'absence de traitement. Il est essentiel de bien connaître et d'observer les instructions de la fiche de données de sécurité.

7.11 Oxyde de chrome (VI).

AVERTISSEMENT — Le dioxyde de chrome (VI) est une substance cancérigène et hautement oxydante. Utiliser un système de ventilation approprié (par exemple, une hotte aspirante) et des équipements de protection individuelle adaptés (par exemple, des gants appropriés, un écran facial ou des lunettes de sécurité). Il est essentiel de bien connaître et d'observer les instructions de la fiche de données de sécurité.

7.12 Dioxyde de carbone (CO₂) gazeux, d'une pureté ≥99,995 %, ou autre gaz oxydant.

7.13 Eau déminéralisée, conforme à l'ISO 3696.

8 Méthodes

8.1 Tronçonnage

Le tronçonnage des pastilles est effectué au moyen d'une tronçonneuse métallographique à disque diamanté, équipée d'un système d'arrosage à l'eau (6.1). La vitesse de rotation du disque, la vitesse d'avance ainsi que le débit d'eau doivent être soigneusement sélectionnés pour éviter la création d'artéfacts.

Le tronçonnage des pastilles est généralement effectué de sorte que la surface polie et meulée coïncide avec le diamètre des pastilles. Il est également possible de tronçonner les pastilles transversalement.

L'échantillon tronçonné est nettoyé à l'eau (7.13) ou à l'alcool (7.4) avec ou sans bain à ultrasons (6.3).

Pour réaliser les étapes de meulage et de polissage, l'échantillon tronçonné est enrobé dans une résine appropriée (7.1) ou placé dans un dispositif mécanique de préhension (6.7), de sorte qu'il soit maintenu dans la polisseuse (un exemple est représenté sur les Figures 1 et 2).

8.2 Enrobage

L'échantillon tronçonné peut ensuite être enrobé dans une résine (7.1).

Pour les échantillons ne nécessitant pas de désenrobage, une résine époxyde, polyester ou acrylique liquide, mélangée avec un durcisseur (7.3), peut être utilisée selon les instructions du fournisseur.

Pour les échantillons qui doivent être désenrobés ultérieurement, une résine polyester ou acrylique liquide mélangée à un durcisseur est utilisée selon les instructions du fournisseur. Ce type de résine présente un retrait au durcissement plus important que les autres résines, ce qui facilite le démoulage.

La polymérisation est généralement terminée après 20 min à 24 h, à température ambiante, en fonction du type de résine utilisé.

8.3 Meulage

Les échantillons enrobés ou les échantillons non enrobés maintenus mécaniquement sont meulés sur une polisseuse (6.2). Le meulage est réalisé en différentes étapes, comme illustré dans l'exemple suivant:

- papier abrasif (7.2) P180 (82 µm): pour les échantillons enrobés dans une résine après tronçonnage, la durée de meulage nécessaire est d'environ 2 min à 10 min. Pour les échantillons non enrobés, cette durée est de 30 s à 1 min;
- papier abrasif (7.2) P400 (35 µm): de 30 s à 1 min;
- papier abrasif (7.2) P800 (22 µm): de 30 s à 1 min;
- papier abrasif (7.2) P1200 (15 µm): de 30 s à 1 min.

Après chaque étape, les échantillons sont soigneusement nettoyés à l'eau (7.13) ou à l'alcool (7.4), avec ou sans bain à ultrasons (6.3).

8.4 Polissage

Le polissage peut comporter différentes étapes, impliquant une diminution de la rugosité des tissus de polissage et de la granulométrie des abrasifs.

L'échantillon meulé est poli avec un tissu de polissage à fibres courtes (7.6) en utilisant des suspensions de polissage diamantées (7.5) de granulométrie comprise entre 15 µm et 0,25 µm, pendant environ 20 minutes.

Il est possible de finir le polissage en utilisant des suspensions aqueuses d'alumine ou de silice (7.7), de granulométrie comprise entre 1 µm et 0,05 µm, avec un tissu fin à fibres longues (7.6).

Généralement, une polisseuse automatique (6.2) est utilisée.

Après le polissage, l'échantillon est soigneusement nettoyé à l'alcool (7.4) ou à l'eau (7.13), avec ou sans bain à ultrasons (6.3).

Les surfaces polies doivent être exemptes de rayures.

La qualité du polissage est contrôlée au microscope optique (6.8) avec un grossissement adapté aux défauts à observer.

Immédiatement avant le polissage, la surface meulée peut être imprégnée sous vide (6.4) avec une résine liquide (7.3) afin de combler les pores.

8.5 Désenrobage

Le retrait élevé au durcissement des résines polyester ou acryliques permet de désenrober rapidement l'échantillon à faible température, à l'aide d'un simple système de chauffage. Pour des raisons de sécurité, la température doit être maintenue à un niveau inférieur à la température de décomposition de la résine conformément aux fiches techniques du fournisseur (habituellement au-dessous de 80 °C).

9 Attaque

9.1 Introduction

La structure des grains de la surface de l'échantillon est mise en évidence par attaque chimique ou thermique.

9.2 Attaque chimique

Les réactifs les plus couramment utilisés pour l'attaque chimique sont l'eau, le peroxyde d'hydrogène (7.8), l'acide sulfurique (7.9), l'acide fluorhydrique (7.10) et/ou l'oxyde de chrome (VI) (7.11). La proportion de chaque réactif et le temps d'attaque dépendent de l'expérience du laboratoire et du matériau. Par exemple, la solution d'attaque suivante peut être utilisée:

Eau (7.13)	20 ml
Peroxyde d'hydrogène (7.8)	2 ml
Acide sulfurique (7.9)	1 ml

Les proportions peuvent différer légèrement en fonction du matériau étudié.