

NORME INTERNATIONALE

ISO
9278

Première édition
1992-03-01

**Pastilles de dioxyde d'uranium — Détermination
de la masse volumique et de la quantité de
pores ouverts et fermés — Méthode à eau
bouillante et méthode de pénétration par
immersion**
(standards.iteh.ai)

*Uranium dioxide pellets — Determination of density and amount of open
and closed porosity — Boiling water method and penetration immersion
method*



Numéro de référence
ISO 9278:1992(F)

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 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.

La Norme internationale ISO 9278 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44c11586-3420-42e1-9c9-3a012e5bf931/iso-9278-1992>

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Pastilles de dioxyde d'uranium — Détermination de la masse volumique et de la quantité de pores ouverts et fermés — Méthode à eau bouillante et méthode de pénétration par immersion

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit deux méthodes pour la détermination de la masse volumique en vrac et de la quantité de pores ouverts et fermés de pastilles frittées de UO_2 . Les méthodes peuvent également s'appliquer à d'autres substances, par exemple, pastilles vertes et pastilles de $\text{UO}_2\text{-PuO}_2$ ou de $\text{UO}_2\text{-Gd}_2\text{O}_3$.

2 Principe

Les méthodes sont basées sur la détermination du volume de la pastille et du volume de pores ouverts et fermés en mesurant la masse sèche, la masse saturée et la masse immergée des échantillons. On peut utiliser divers liquides de pénétration par immersion, ainsi que diverses conditions de saturation, pourvu que les échantillons puissent être totalement imprégnés au cours du procédé.

3 Appareillage

3.1 Balance, de capacité adéquate, précise à 0,1 mg près.

3.2 Étuve, capable de maintenir une température de $100 \pm 0,5$ °C. Une étuve sous vide est préconisée pour des échantillons avec une quantité importante de pores ouverts.

3.3 Dispositif de pesée, qui permet de peser l'éprouvette dans l'air et dans le liquide de pénétration par immersion en vue d'effectuer des mesures de la masse saturée et de la masse immergée (voir tableau 1, étape 1).

3.4 Récipient, un béccher en verre ou un récipient semblable d'une taille et forme telle que l'échantillon, lorsqu'il est suspendu à la balance par le dispositif, est totalement immergé dans le liquide de pénétration par immersion, l'échantillon et le dispositif n'entrant point en contact avec une partie quelconque du récipient.

3.5 Casserole, dans laquelle on fait bouillir les éprouvettes dans de l'eau distillée lorsqu'on utilise la méthode à eau bouillante (4.1).

3.6 Appareil d'imprégnation sous vide, qui peut être constitué de composants en verre, lorsqu'on utilise la méthode d'imprégnation à *m*-xylène (4.2) (voir tableau 1, étape 2).

3.7 Balle d'essai, en alliage ou métal dur, tel que le métal carbide, ayant un rayon (*r*) de 5 mm à 10 mm connu avec une exactitude de $\pm 0,5$ µm, pour la détermination de la masse volumique du liquide de pénétration par immersion (voir 4.2.4).

4 Mode opératoire

MESURES DE SÉCURITÉ — Les précautions habituelles doivent être respectées lors de la manipulation d'échantillons de dioxyde d'uranium et de dioxyde de plutonium.

4.1 Méthode à eau bouillante

4.1.1 Détermination de la masse sèche (m_0)

Sécher les pastilles dans l'étuve (3.2) à une température de 100 °C pendant au moins 2 h. Refroidir à la température ambiante et peser. Il peut s'avérer nécessaire d'utiliser un dessiccateur, un vide ou un gaz protecteur lors du refroidissement, si l'absorp-

tion d'humidité de l'environnement ne permet pas d'atteindre une masse constante.

Une fois la masse immergée et la masse saturée déterminées (4.1.3 et 4.1.4), sécher les pastilles à nouveau et les peser. Faire la moyenne (m_D) des deux mesures.

4.1.2 Saturation

Mettre les pastilles dans une casserole contenant de l'eau distillée et faire bouillir pendant 5 h, en veillant à ce que les éprouvettes soient recouvertes d'eau à tout moment. Décoller les éprouvettes des parties chaudes de la poêle (fond et côtés) et les séparer les unes des autres.

Après cette période d'ébullition de 5 h, laisser refroidir les pastilles à la température ambiante en les maintenant toujours recouvertes d'eau. Avant de les peser, maintenir les pastilles immergées dans l'eau pendant au moins 12 h.

4.1.3 Détermination de la masse immergée (m_i)

Après imprégnation des pastilles, déterminer la masse (m_i) de chaque éprouvette pendant qu'elle est immergée dans l'eau. Peser l'éprouvette dans l'eau en la plaçant sur le dispositif (3.3) qui est suspendu à un bras de la balance (3.1) (voir tableau 1, étape 7). Avant de peser, contrebalancer la balance avec le dispositif de suspension en place et immerger dans l'eau à la même profondeur que celle utilisée lors de l'éprouvette est en place.

4.1.4 Détermination de la masse saturée (m_S)

Une fois la masse immergée déterminée, sécher chaque éprouvette légèrement avec un tissu de lin ou de coton mouillé et non pelucheux, ou avec une serviette de papier humide, afin d'enlever l'excès d'eau de la surface. Déterminer la masse saturée (m_S) par pesage dans l'air.

Effectuer l'opération de tamponnage en roulant la pastille légèrement sur le tissu mouillé, lequel aura été saturé au préalable avec de l'eau et ensuite pressé juste assez pour enlever l'excédent en eau. Un tamponnage excessif introduira des erreurs en retirant de l'eau des pores de la pastille. Placer la pastille sur le dispositif dans l'air et procéder au pesage immédiatement après le tamponnage, l'ensemble de l'opération devant être achevé aussi vite que possible afin de minimiser les erreurs dues à l'évaporation de l'eau de l'éprouvette.

4.2 Méthode d'imprégnation à *m*-xylène

Utiliser le *m*-xylène (de qualité analytique) (voir 4.3 pour des modifications éventuelles).

4.2.1 Détermination de la masse sèche (m_D)

Déterminer la masse sèche (m_D) selon le procédé décrit en 4.1.1 (voir tableau 1, étapes 1 et 8).

4.2.2 Imprégnation

Pour l'imprégnation des pastilles de UO_2 avec du *m*-xylène, utiliser l'appareil d'imprégnation sous vide (3.6) (voir tableau 1, étape 2). Placer l'éprouvette sèche dans son récipient dans l'appareil et procéder de la manière suivante.

- Mettre la pompe en marche, les soupapes V1, V2, V3 et V4 étant fermées. Ouvrir la soupape V4. Laisser pomper jusqu'à ce qu'une pression de moins de 10 Pa soit atteinte. Maintenir le pompage pendant 1 h.
- Fermer la soupape V4 et ouvrir soigneusement la soupape V1. Prévoir 5 min pour que les conditions d'équilibre soient atteintes.
- Fermer la soupape V1 et ouvrir la soupape V4. Laisser pomper jusqu'à ce qu'une pression de 10 Pa soit atteinte.
- Répéter la séquence b).
- Fermer la soupape V1, ouvrir lentement la soupape V2 pour que le récipient se remplisse de *m*-xylène.
- Arrêter la pompe. Ouvrir la soupape V3 pour laisser entrer de l'air dans l'appareil.

4.2.3 Ajustage des facteurs de contrôle du poids

Prévoir 1 h pour que les conditions d'équilibre soient atteintes (voir tableau 1, étape 3).

- Les pores ouverts sont remplis totalement avec du *m*-xylène sous pression atmosphérique.
- La température du liquide est amenée à la température ambiante.

4.2.4 Détermination de la masse volumique du *m*-xylène

La masse volumique du *m*-xylène est déterminée par l'utilisation de la balle d'essai (3.7) dont le volume est déjà connu (voir tableau 1, étapes 4 et 5):

Déterminer la masse de la balle d'essai (m_1) dans l'air.

Suspendre la balle d'essai de la balance au moyen du dispositif et l'immerger complètement dans du *m*-xylène. Relever les indications de la balance (m_2).

NOTE 1 La détermination de la masse volumique par l'utilisation d'une balle d'essai est une méthode utile parce qu'elle ne dépend pas de la température réelle ni d'autres facteurs qui exercent une influence sur la masse volumique du liquide, par exemple la contamination. D'autres méthodes peuvent être utilisées, par exemple l'enregistrement de la température du *m*-xylène dont la masse volumique a été déterminée en fonction de la température.

4.2.5 Détermination de la masse saturée (m_s)

Une fois l'ajustage des facteurs de contrôle du poids effectué (voir 4.2.3), tamponner la pastille avec le tissu et procéder au pesage tel que décrit en 4.1.4 (voir tableau 1, étape 6).

Une valeur représentative de la masse saturée (m_s) peut être obtenue en procédant comme suit.

- Tamponner la pastille avec le tissu de sorte qu'il reste un mince film de *m*-xylène sur sa surface.
- Poser la pastille sur le dispositif dans l'air comme indiqué dans la tableau 1, étape 6.
- Faire une lecture en continu ou enregistrer la diminution de masse due à l'évaporation du film superficiel.
- Déterminer la masse, lorsqu'on peut constater une variation soudaine dans la vitesse d'évaporation.

4.2.6 Détermination de la masse immergée (m_i)

Après la détermination de la masse saturée, transférer immédiatement la pastille de la position dans l'air à la position dans le liquide sur le dispositif de suspension (voir tableau 1, étape 7). Déterminer la masse immergée (m_i) selon la méthode décrite en 4.1.3.

4.3 Modifications

Les deux méthodes, la méthode à ébullition et la méthode d'imprégnation sous vide, peuvent également être exécutées en utilisant d'autres liquides de pénétration par immersion, par exemple le cyclohexane, l'éthanol, le toluène. Les conditions suivantes doivent être respectées.

- Pas de réaction chimique avec le UO_2 .
- Toute contamination doit être facile à enlever.
- Le liquide doit pouvoir être extrait facilement des pores ouverts.
- Toute force sur le dispositif provenant de la tension superficielle du liquide doit être négligeable. Si l'eau est utilisée en tant que liquide de péné-

tration par immersion, l'addition d'une quantité appropriée d'un surfacteur est recommandée.

- Le liquide utilisé doit être de qualité analytique.

5 Expression des résultats

5.1 Mode de calcul

5.1.1 Masse volumique du liquide de pénétration par immersion

Lorsque l'on utilise la méthode prescrite en 4.2.4, la masse volumique du liquide de pénétration par immersion (ρ_1), en grammes par centimètre cube, est donnée par la formule

$$\rho_1 = \frac{m_1 - m_2}{4\pi r^3/3} \quad \dots (1)$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la balle d'essai dans l'air;

m_2 est l'indication de la balance, en grammes, lorsque la balle est immergée dans le liquide de pénétration par immersion;

r est le rayon, en centimètres, de la balle d'essai.

5.1.2 Masse volumique et quantité de pores ouverts et fermés

Lorsque l'on utilise les méthodes décrites en 4.1 et 4.2 on procède de la façon suivante pour le calcul.

Le volume géométrique de la pastille (V), en centimètres cubes, est donné par la formule

$$V = \frac{m_s - m_i}{\rho_1} \quad \dots (2)$$

où

m_s est la masse saturée, en grammes;

m_i est la masse immergée, en grammes;

ρ_1 dans la méthode décrite en 4.1, est la masse volumique de l'eau à la température qui s'y rapporte, ou, dans la méthode décrite en 4.2, la masse volumique du liquide de pénétration par immersion, déterminée par la formule (1).

Calculer les volumes des pores ouverts (V_{op}) et des pores fermés (V_{cp}), en centimètres cubes, comme suit:

$$V_{op} = \frac{m_s - m_D}{\rho_1} \quad \dots (3)$$

$$V_{cp} = \frac{m_D - m_1}{\rho_1} - \frac{m_D}{\rho_{th}} \quad \dots (4)$$

où

m_D est la masse sèche, en grammes;

ρ_{th} est la masse volumique théorique, en grammes par centimètre cube, de l'éprouvette (10,96 pour le UO_2);

ρ_1 , m_S et m_1 sont définis en 5.1.1 et 5.1.2.

Calculer la masse volumique en vrac de UO_2 (ρ_{UO_2}), en grammes par centimètre cube, et la quantité totale de pores (P_{tot}), de pores ouverts (P_{op}) et de pores fermés (P_{cp}), en pourcentage (V/V), en utilisant les formules suivantes:

$$\rho_{UO_2} = \frac{m_D \times \rho_1}{m_S - m_1} \quad \dots (5)$$

$$P_{tot} = \left(1 - \frac{\rho_{UO_2}}{\rho_{th}} \right) \times 100 \quad \dots (6)$$

$$P_{op} = \frac{m_S - m_D}{m_S - m_1} \times 100 \quad \dots (7)$$

$$P_{cp} = \left(\frac{m_D - m_1}{m_S - m_1} - \frac{m_D}{m_S - m_1} \times \frac{\rho_1}{\rho_{th}} \right) \times 100 \quad \dots (8)$$

Le pourcentage relatif de pores ouverts par rapport à la quantité totale de pores est donné par la formule

$$\frac{P_{op}}{P_{tot}} = \frac{\frac{m_S - m_D}{m_S - m_1}}{1 - \frac{\rho_{UO_2}}{\rho_{th}}} \times 100 \quad \dots (9)$$

6 Exactitude

L'écart-type relatif de la méthode à ébullition est de $\pm 0,1$ %. Dans la méthode d'imprégnation au *m*-xylène, l'écart-type relatif pour la masse volumique en vrac est de $\pm 0,05$ % environ et l'écart-type absolu pour P_{op} et P_{cp} est de $\pm 0,03$ % (V/V).

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

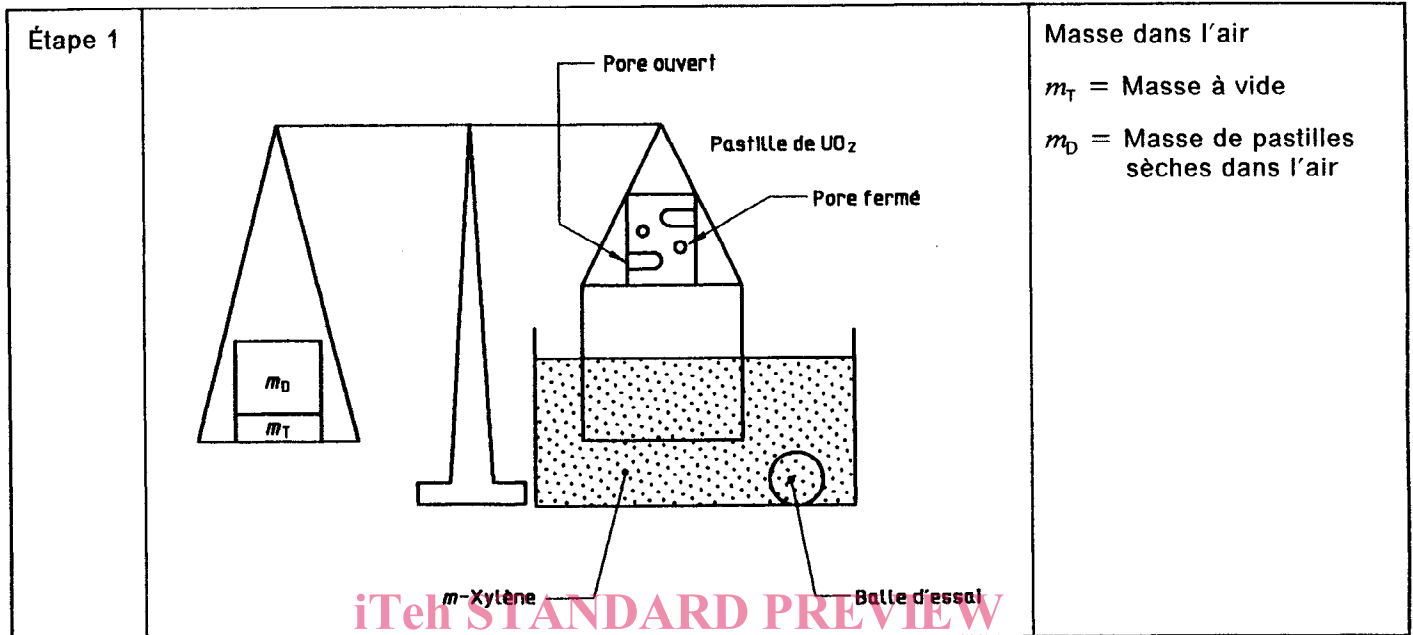
- référence à la présente Norme internationale;
- tous détails nécessaires à l'identification de l'échantillon pour essai;
- méthode d'essai utilisée;
- méthode de séchage de l'échantillon pour essai;
- conditions de pénétration;
- liquide de pénétration par immersion utilisé;
- résultats obtenus;
- toute opération non prescrite par la présente Norme internationale;
- détails de tout incident ayant pu agir sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9278:1992

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44c11586-3420-42e1-9c9-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44c11586-3420-42e1-9c9-3a012e5bf931/iso-9278-1992)

[3a012e5bf931/iso-9278-1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44c11586-3420-42e1-9c9-3a012e5bf931/iso-9278-1992)

Tableau 1 — Méthode d'imprégnation au *m*-xylène

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9278:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44c11586-3420-42e1-9cf9-3a012e5bf931/iso-9278-1992>

| | | |
|----------------|--|---|
| <p>Étape 2</p> | <p>Pression de vapeur au <i>m</i>-xylène</p> <p><i>m</i>-Xylène</p> <p>V2</p> <p>V1</p> <p>Bride</p> <p>Air</p> <p>Pression : $1 \text{ Pa} \leq p \leq 10 \text{ Pa}$</p> <p>V4</p> <p>Clapet</p> <p>Pompe à vide</p> <p>ISO 9278:1992</p> <p>https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/44611586-3420-42e1-9c13a012e5b931/iso-9278-1992</p> <p>2 h</p> | <p>Imprégnation</p> <p>a) Mettre la pompe en marche, les soupapes V1, V2, V3 et V4 étant fermées. Ouvrir la soupape V4. Laisser pomper jusqu'à ce qu'une pression de moins de 10 Pa soit atteinte. Maintenir le pompage pendant 1 h.</p> <p>b) Fermer la soupape V4 et ouvrir soigneusement la soupape V1. Prévoir 5 min pour que les conditions d'équilibre soient atteintes.</p> <p>c) Fermer la soupape V1 et ouvrir la soupape V4. Laisser pomper jusqu'à ce qu'une pression de 10 Pa soit atteinte.</p> <p>d) Répéter la séquence b).</p> <p>e) Fermer la soupape V1, ouvrir lentement la soupape V2 pour que le récipient se remplisse de <i>m</i>-xylène.</p> <p>f) Arrêter la pompe. Ouvrir la soupape V3 pour laisser entrer de l'air dans l'appareil.</p> |
| <p>Étape 3</p> | <p>$t_R = t_L$</p> <p>Pression atmosphérique</p> <p>1 h</p> | <p>Ajustage des facteurs de contrôle du poids</p> <p>a) Les pores ouverts sont entièrement remplis de <i>m</i>-xylène.</p> <p>b) La température du liquide (t_L) est amenée à la température ambiante (t_R).</p> |

| | | |
|----------------|--|--|
| <p>Étape 4</p> | | <p>Détermination de la masse volumique du <i>m</i>-xylène</p> <p>m_1 = Masse de la balle d'essai</p> <p>m_2 = Relèvement des indications de la balance lorsque la balle d'essai est immergée dans le <i>m</i>-xylène</p> |
| <p>Étape 5</p> | | |
| <p>Étape 6</p> | <p>https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/44c11586-3420-42e1-9cf9-3a012e5bf931/iso-9278-1992</p> | <p>Détermination de la masse saturée (m_s)</p> <p>m_s = Masse des pastilles et masse des pores imprégnés de <i>m</i>-xylène</p> |