

---

---

**Énergie nucléaire — Pastilles de dioxyde  
d'uranium — Détermination de la masse  
volumique et de la fraction volumique de  
pores ouverts et fermés**

*Nuclear energy — Uranium dioxide pellets — Determination of density  
and volume fraction of open and closed porosity*

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

[ISO 9278:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-bd40f99207a0/iso-9278-2008)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-  
bd40f99207a0/iso-9278-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-bd40f99207a0/iso-9278-2008)



**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 9278:2008](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-bd40f99207a0/iso-9278-2008>



**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

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9278:1992), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-bd40f99207a0/iso-9278-2008>

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

ISO 9278:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-bd40f99207a0/iso-9278-2008>

# Énergie nucléaire — Pastilles de dioxyde d'uranium — Détermination de la masse volumique et de la fraction volumique de pores ouverts et fermés

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la masse volumique apparente et de la quantité de pores ouverts et fermés de pastilles frittées de  $\text{UO}_2$ . La méthode peut également s'appliquer à d'autres matériaux, par exemple aux pastilles vertes et aux pastilles de  $\text{UO}_2\text{-PuO}_2$  ou de  $\text{UO}_2\text{-Gd}_2\text{O}_3$ .

## 2 Principe

La méthode est basée 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 d'imprégnation par immersion, ainsi que diverses conditions de saturation, pourvu que les échantillons puissent être totalement imprégnés au cours du procédé.

## 3 Appareillage

ISO 9278:2008

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-bd40f9207a0/iso-9278-2008)

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

**3.2 Étuve**, capable de maintenir une température de  $(100 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ . Une étuve sous vide est recommandée pour des échantillons ayant un taux de porosité ouverte important.

**3.3 Dispositif de pesée**, permettant de peser l'éprouvette dans l'air et dans le liquide d'imprégnation par immersion, en vue d'effectuer des mesurages de la masse saturée et de la masse immergée (voir Tableau 1, étape 1).

**3.4 Récipient**, un bécher en verre ou un récipient équivalent, d'une taille et d'une forme telles que l'échantillon, lorsqu'il est suspendu au dispositif de la balance, soit totalement immergé dans le liquide d'imprégnation par immersion, l'échantillon et le dispositif n'étant en aucun cas en contact avec une partie quelconque du récipient.

**3.5 Appareil d'imprégnation sous vide**, pouvant être constitué de composants en verre (voir Tableau 1, étape 2).

**3.6 Bille d'essai**, en métal ou alliage dur, tel que les carbures métalliques.

La bille doit avoir un rayon,  $r$ , compris entre 5 mm et 10 mm, connu avec une exactitude de  $\pm 0,5 \mu\text{m}$ , pour la détermination de la masse volumique du liquide d'imprégnation par immersion (voir 4.1.4).

## 4 Mode opératoire

**PRÉCAUTIONS 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 d'imprégnation à l'éthanol

Utiliser de l'éthanol de qualité analytique (voir 4.2 pour des modifications éventuelles).

#### 4.1.1 Détermination de la masse sèche ( $m_d$ )

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 ou un gaz protecteur ou de réaliser le refroidissement sous vide, si l'absorption d'humidité ambiante ne permet pas d'atteindre une masse constante.

Une fois la masse immergée et la masse saturée déterminées (4.1.5 et 4.1.6) sécher les pastilles à nouveau et les peser. Faire la moyenne,  $m_d$ , des deux mesures (voir Tableau 1, étapes 1 et 8).

#### 4.1.2 Imprégnation

Pour l'imprégnation des pastilles de UO<sub>2</sub> avec de l'éthanol, utiliser l'appareil d'imprégnation sous vide (3.5) (voir Tableau 1, étape 2). Placer l'éprouvette sèche dans son récipient, puis l'ensemble dans l'appareil d'imprégnation et procéder de la manière suivante.

- a) Mettre la pompe en marche, les vannes V1, V2, V3 et V4 étant fermées. Ouvrir la vanne V4. Pomper jusqu'à ce qu'une pression de moins de 10 Pa soit atteinte. Maintenir le pompage pendant 1 h.
- b) Fermer la vanne V4 et ouvrir soigneusement la vanne V1. Attendre 5 min pour que les conditions d'équilibre soient atteintes.
- c) Fermer la vanne V1 et ouvrir la vanne V4. Pomper jusqu'à ce qu'une pression de 10 Pa soit atteinte.
- d) Répéter la séquence b).
- e) Fermer la vanne V1, ouvrir lentement la vanne V2 pour que le récipient se remplisse d'éthanol liquide.
- f) Arrêter la pompe. Ouvrir la vanne V3 pour laisser entrer de l'air dans l'appareil.

#### 4.1.3 Ajustement des facteurs de contrôle du poids

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

- a) Les pores ouverts sont remplis totalement avec de l'éthanol sous pression atmosphérique.
- b) La température du liquide est amenée à la température ambiante.

#### 4.1.4 Détermination de la masse volumique de l'éthanol

La masse volumique de l'éthanol est déterminée par l'utilisation de la bille d'essai (3.6) de volume connu (voir Tableau 1, étapes 4 et 5).

Déterminer la masse de la bille d'essai,  $m_1$ , dans l'air.

Suspendre la bille d'essai à la balance au moyen du dispositif d'immersion et l'immerger complètement dans l'éthanol. Relever l'indication de la balance,  $m_2$ .

NOTE La détermination de la masse volumique par l'utilisation d'une bille d'essai est une bonne méthode 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 de l'éthanol, dont la masse volumique a été déterminée en fonction de la température.

#### 4.1.5 Détermination de la masse saturée ( $m_s$ )

Une fois l'ajustement des facteurs de contrôle du poids effectué (voir 4.1.3), tamponner la pastille avec un tissu et déterminer la masse saturée,  $m_s$ , par pesage dans l'air (voir Tableau 1, étape 6).

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

- a) Tamponner la pastille en la faisant rouler doucement dans un tissu non pelucheux en lin ou en coton ou dans un papier-tissu imbibé d'éthanol liquide, de sorte qu'il reste un mince film d'éthanol sur sa surface.
- b) Poser la pastille sur le dispositif de pesée dans l'air comme indiqué dans la Tableau 1, étape 6.
- c) Faire une lecture en continu ou enregistrer la diminution de masse due à l'évaporation du film superficiel.
- d) Déterminer la masse, lorsqu'il est constaté une variation soudaine de la vitesse d'évaporation.

#### 4.1.6 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 du dispositif de pesée (voir Tableau 1, étape 7).

Déterminer la masse immergée,  $m_i$ , en plaçant la pastille sur le dispositif de pesée (3.3) suspendu à un bras de la balance (3.1) (voir Tableau 1, étape 7).

Avant de réaliser ces pesées, tarer la balance avec le dispositif de suspension en place et immerger dans l'eau à la même profondeur que lorsque l'éprouvette est en place.

## 4.2 Modifications

La méthode d'imprégnation peut également être exécutée en utilisant d'autres liquides d'imprégnation par immersion, par exemple l'eau, le cyclohexane ou le toluène. Il convient de respecter les conditions suivantes.

- a) Il convient qu'aucune réaction chimique ne se produise avec le matériau à tester.
- b) Il convient de pouvoir éliminer facilement toute contamination.
- c) Le liquide doit pouvoir être extrait facilement des pores ouverts.
- d) Toute force sur le dispositif induite par la tension superficielle du liquide doit être négligeable. Si l'eau est utilisée en tant que liquide d'imprégnation par immersion, l'addition d'une quantité appropriée d'un tensioactif est recommandée.
- e) Le liquide utilisé doit être de qualité analytique.

## 5 Expression des résultats

### 5.1 Mode de calcul

#### 5.1.1 Calcul de la masse volumique du liquide d'imprégnation par immersion

La masse volumique du liquide d'imprégnation par immersion,  $\rho_1$ , en grammes par centimètre cube, est donnée par l'Équation (1):

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

où

$r$  est le rayon, en centimètres, de la bille d'essai;

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

$m_2$  est la masse, en grammes, de la bille d'essai lorsqu'elle est immergée dans le liquide d'imprégnation par immersion.

#### 5.1.2 Calcul de la masse volumique et de la quantité de pores ouverts et fermes

Le volume géométrique de la pastille,  $V$ , en centimètres cubes, est donné par l'Équation (2):

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

où

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-bd40f99207a0/iso-9278-2008>  
 (standards.iteh.ai)  
 ISO 9278:2008

$m_s$  est la masse saturée, en grammes;

$m_i$  est la masse immergée, en grammes;

$\rho_1$  est la masse volumique du liquide d'imprégnation par immersion, déterminée par l'Équation (1).

Calculer les volumes des pores ouverts,  $V_{op}$ , et des pores fermés,  $V_{cp}$ , en centimètres cubes, au moyen des Équations (3) et (4):

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

$$V_{cp} = \frac{m_d - m_i}{\rho_1} - \frac{m_d}{\rho_{th}} \quad (4)$$

où

$m_d$  est la masse sèche, en grammes;

$\rho_{th}$  est la masse volumique théorique en grammes par centimètre cube, de l'éprouvette (10,96 pour UO<sub>2</sub>);

$\rho_1$ ,  $m_s$  et  $m_i$  sont définis en 5.1.1 et en 5.1.2.



Calculer la masse volumique apparente de  $\text{UO}_2$ ,  $\rho_{\text{UO}_2}$ , en grammes par centimètre cube, et la fraction volumique totale de pores,  $\varphi_{\text{tot}}$ , de pores ouverts,  $\varphi_{\text{op}}$ , et de pores fermés,  $\varphi_{\text{cp}}$ , en pourcentage, en utilisant les Équations (5), (6), (7) et (8):

$$\rho_{\text{UO}_2} = \frac{m_d \times \rho_1}{m_d - m_i} \quad (5)$$

$$\varphi_{\text{tot}} = \left( 1 - \frac{\rho_{\text{UO}_2}}{\rho_{\text{th}}} \right) \times 100 \quad (6)$$

$$\varphi_{\text{op}} = \left( \frac{m_s - m_d}{m_s - m_i} \right) \times 100 \quad (7)$$

$$\varphi_{\text{cp}} = \left( \frac{m_d - m_i}{m_s - m_i} - \frac{m_d}{m_s - m_i} \times \frac{\rho_1}{\rho_{\text{th}}} \right) \times 100 \quad (8)$$

La fraction volumique relative de pores ouverts,  $\varphi_{\text{op}}$ , par rapport à la quantité totale de pores,  $\varphi_{\text{tot}}$ , en pourcentage, est donnée par l'Équation (9):

$$\frac{\varphi_{\text{op}}}{\varphi_{\text{tot}}} = \left( \frac{\frac{m_s - m_d}{m_s - m_i}}{1 - \frac{\rho_{\text{UO}_2}}{\rho_{\text{th}}}} \right) \times 100 \quad (9)$$

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 9278:2008

## 6 Fidélité

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7f92eb7-1608-4d9f-a73b-bd40f99207a0/iso-9278-2008>

L'écart-type relatif pour la masse volumique apparente est de  $\pm 0,05$  % environ, et l'écart-type absolu pour la fraction volumique de pores ouverts,  $\varphi_{\text{op}}$ , et pour la fraction volumique de pores fermés,  $\varphi_{\text{cp}}$ , est de  $\pm 0,03$  %.

## 7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- une référence à la présente Norme internationale (ISO 9278:2008);
- tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon pour essai;
- la méthode d'essai utilisée;
- la méthode de séchage de l'échantillon pour essai;
- les conditions d'imprégnation;
- la nature du liquide d'imprégnation par immersion utilisé;
- les résultats obtenus;
- toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale;
- les détails de tout événement ayant pu affecter les résultats.