

---

---

**Énergie nucléaire — Dosage de  
la teneur totale en hydrogène de  
poudres de  $\text{PuO}_2$  et  $\text{UO}_2$ , et de pastilles  
frittées d' $\text{UO}_2$ ,  $(\text{U,Gd})\text{O}_2$  et  $(\text{U,Pu})\text{O}_2$  —  
Méthode d'extraction par gaz inerte et  
méthode de mesure de la conductivité**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Nuclear energy — Determination of total hydrogen content in  $\text{PuO}_2$   
and  $\text{UO}_2$  powders and  $\text{UO}_2$ ,  $(\text{U,Gd})\text{O}_2$  and  $(\text{U,Pu})\text{O}_2$  sintered pellets —  
Inert gas extraction and conductivity detection method*

ISO 15651:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2978245-314f-494f-9ac5-a69c248d7f1f/iso-15651-2015>



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

ISO 15651:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2978245-314f-494f-9ac5-a69c248d7f1f/iso-15651-2015>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2015

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  
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

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<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>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Interférences</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs et matériaux</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
7.1    Mode opératoire d'échantillonnage.....	2
7.1.1    Poudres.....	2
7.1.2    Pastille.....	3
7.2    Préparation.....	3
7.2.1    Poudre.....	3
7.2.2    Pastille.....	3
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Essai à blanc.....	3
8.2    Étalonnage.....	3
8.2.1    Étalonnage de l'analyseur.....	3
8.2.2    Contrôle de l'étalonnage.....	4
8.3    Détermination.....	4
<b>9</b> <b>Calculs</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>4</b>
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</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.

Pour une explication de 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2978245-3141-4941-9ac5-a69c248d7f1f/iso-15651-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Cycle du combustible nucléaire*.

# Énergie nucléaire — Dosage de la teneur totale en hydrogène de poudres de PuO<sub>2</sub> et UO<sub>2</sub>, et de pastilles frittées d'UO<sub>2</sub>, (U,Gd)O<sub>2</sub> et (U,Pu)O<sub>2</sub> — Méthode d'extraction par gaz inerte et méthode de mesure de la conductivité

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit un mode opératoire permettant de mesurer la teneur totale en hydrogène de poudres d'UO<sub>2</sub> et PuO<sub>2</sub> (jusqu'à 2 000 µg/g d'oxyde) et de pastilles d'UO<sub>2</sub>, (U,Gd)O<sub>2</sub> et (U,Pu)O<sub>2</sub> (jusqu'à 10 µg/g d'oxyde). La teneur totale en hydrogène provient de l'eau adsorbée, de l'eau de cristallisation, et des hydrocarbures et autres composés hydrogénés qui peuvent exister à l'état d'impuretés dans le combustible.

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

Guide ISO/IEC 98-3:2008, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2978245-314f-494f-9ac5-a69c248d7f1f/iso-15651-2015>

## 3 Principe

La teneur totale en hydrogène est déterminée à l'aide d'un analyseur d'hydrogène. Le principe de l'analyseur d'hydrogène est basé sur la méthode d'extraction utilisant l'argon ou l'azote comme gaz porteur. Les échantillons à analyser sont chauffés à une température de plus de 1 770 °C dans un creuset en graphite. À cette température, tous les composants volatils sont extraits. Les composés hydrogénés sont décomposés et libérés sous forme d'hydrogène, d'oxygène, d'azote et de monoxyde de carbone. Le gaz libéré est purifié dans le courant de gaz porteur, par exemple à travers des colonnes d'oxydation et d'absorption. L'hydrogène est séparé par chromatographie et analysé dans une cellule de conductivité thermique.

## 4 Interférences

Il convient d'atteindre une température supérieure à 1 770 °C dans un temps très bref, d'environ cinq secondes, sans quoi la décomposition de l'eau en hydrogène et oxygène risque de ne pas être complète.

Lorsque la température est supérieure à 2 200 °C, du dioxyde de carbone est libéré du fait d'une réduction de l'UO<sub>2</sub> par le graphite, selon la réaction indiquée ci-après. Le CO<sub>2</sub> ainsi formé perturbe le mesurage de la conductivité thermique.



## 5 Réactifs et matériaux

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue. Les réactifs et matériaux répertoriés ci-dessous sont des exemples utilisables en fonction des recommandations du fabricant.

**5.1 Gaz porteur.** Utiliser de l'argon de pureté supérieure ou égale à 99,995 % en fraction volumique ou de l'azote de pureté supérieure ou égale à 99,998 % en fraction volumique.

**5.2 Gaz d'étalonnage.** Si l'étalonnage est réalisé avec du gaz, utiliser de l'argon ou de l'azote avec une teneur en hydrogène certifiée ou un gaz porteur mélangé à une quantité connue d'hydrogène de pureté en fraction volumique supérieure ou égale à 99,999 %.

**5.3 Matériau de référence<sup>1)</sup>.** Si l'étalonnage ou le contrôle d'étalonnage est réalisé avec un matériau étalon, utiliser un matériau de référence avec une teneur en hydrogène certifiée (par exemple, du titane ou du zirconium).

**5.4 Oxyde de cuivre (II).** L'oxyde CuO est utilisé pour purifier le gaz porteur (Ar/N<sub>2</sub>) en convertissant le H<sub>2</sub> en H<sub>2</sub>O.

**5.5 Absorbant de H<sub>2</sub>O.** Après conversion du H<sub>2</sub> en H<sub>2</sub>O (§ 5.4), l'anhydride [Mg(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] est utilisé pour piéger l'eau (H<sub>2</sub>O).

**5.6 Réactif d'oxydation du CO.** Le réactif de Schutze (pentaoxyde d'iode déposé sur du gel de silice) précédé par un traitement à l'Hopcalite [oxyde de manganèse/oxyde de cuivre (II)] est utilisé pour oxyder en CO<sub>2</sub> le CO présent dans le gaz porteur ou extrait pendant le mesurage.

**5.7 Absorbant de CO<sub>2</sub>.** De l'hydroxyde de sodium déposé sur de l'argile ou un produit équivalent est ensuite utilisé pour absorber le CO<sub>2</sub>.

**5.8 Fondants pour le matériau de référence.** Des granules d'étain, de cuivre ou de nickel sont utilisés comme fondants pour accélérer la fusion du matériau de référence.

ICH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 15651:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2978245-314f-494f-9ac5-a69c248d7f1f/iso-15651-2015>

## 6 Appareillage

**6.1 Analyseur d'hydrogène.** Se compose d'un four capable d'atteindre une température d'au moins 2 200 °C, d'une cellule de conductivité thermique et de systèmes de purification des gaz.

**6.2 Creuset en graphite ultra pur,** adapté aux types d'échantillons appropriés.

Il convient que la teneur en impuretés ne dépasse pas 2 µg/g.

**6.3 Capsules en étain, en cuivre ou en nickel sans hydrogène.**

**6.4 Balance,** d'une précision de 1 mg.

## 7 Échantillonnage

### 7.1 Mode opératoire d'échantillonnage

#### 7.1.1 Poudres

L'échantillonnage est réalisé avec un échantillonneur de poudre tubulaire dont le diamètre intérieur est au moins 2,5 fois supérieur au diamètre maximal des particules de poudre. L'échantillon ne doit pas être exposé plus de cinq minutes aux conditions ambiantes pour ne pas risquer d'être altéré par adsorption

1) Les matériaux de référence sont disponibles, par exemple, auprès du National Institute of Standard and Technology (NIST) ou de LECO Corporation. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

ou désorption d'humidité ou par oxydation. L'échantillon doit être stocké dans des conteneurs étanches. Il convient que le volume de gaz dans le conteneur soit aussi faible que possible. Dans le cas où l'analyse n'est pas effectuée immédiatement après l'échantillonnage, la masse de l'échantillon doit être contrôlée avant et après la période de stockage, avant l'analyse. En revanche, il n'est pas obligatoire de suivre ces précautions à la lettre si le procédé d'analyse est effectué dans un environnement où le gaz est contrôlé (enceinte de type boîte à gants).

### 7.1.2 Pastille

Lors de l'échantillonnage de pastilles de combustible, il faut veiller à ne pas contaminer les pastilles par du H<sub>2</sub>; utiliser des pinces ou des pincettes métalliques pour cet échantillonnage. Il convient d'utiliser un échantillon représentatif du procédé de fabrication (par exemple stockage des pastilles).

## 7.2 Préparation

### 7.2.1 Poudre

Les échantillons de poudre peuvent être placés dans des capsules (6.3) qui seront ensuite fermées. Ils peuvent également être introduits sous forme de corps comprimés («pastilles crues» préparées sans additifs).

NOTE Un compromis entre précision et développement durable (recyclage des déchets) consiste à ne pas utiliser de capsules.

### 7.2.2 Pastille

Les pastilles de combustible frittées peuvent être analysées sans aucune préparation particulière. Si, dans le procédé de fabrication des crayons, les pastilles sont séchées avant d'être introduites dans les crayons, il convient que l'échantillon soit séché avant l'analyse de façon à être représentatif des conditions de fabrication.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2978245-314f-494f-9ac5-a69c248d7f1/iso-15651-2015>

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Essai à blanc

Contrôler l'analyseur en effectuant des mesurages à blanc prouvant l'intégrité des dispositifs de purification et l'étanchéité de l'équipement. Si les valeurs à blanc sont supérieures à la limite de détection de l'analyseur, des mesures correctives adéquates sont nécessaires.

### 8.2 Étalonnage

#### 8.2.1 Étalonnage de l'analyseur

L'analyseur d'hydrogène doit être étalonné avant le mesurage des échantillons. Deux méthodes d'étalonnage sont possibles:

- étalonnage par gaz;
- étalonnage avec des étalons certifiés.

L'étalonnage dépend du type d'analyseur et peut être effectué par le fabricant de l'analyseur et/ou l'utilisateur final. Le domaine d'étalonnage et le nombre d'étalons dépendent de l'équipement, de l'utilisation finale et de l'éventail d'étalons disponibles.

Dans le cas de l'étalonnage par gaz, un volume bien défini de gaz d'étalonnage (5.2), ramené aux conditions normales, est injecté et analysé. Cet étalonnage est effectué trois fois.

Dans le cas de l'étalonnage avec des étalons certifiés, ceux-ci sont pesés à 1 mg près.

### 8.2.2 Contrôle de l'étalonnage

Afin de contrôler l'étalonnage de l'équipement, un matériau de référence (5.3) est pesé à 1 mg près [des fondants (5.8) peuvent être utilisés pour faciliter la fusion]. L'hydrogène libéré est déterminé. Les valeurs mesurées peuvent varier par rapport aux valeurs certifiées, mais l'écart ne doit pas être supérieur à la valeur d'incertitude totale du procédé d'analyse. Sinon, l'étalonnage doit être refait.

### 8.3 Détermination

Peser l'échantillon à 1 mg près.

Le creuset en graphite vide est purifié dans un courant de gaz porteur à une température supérieure à la température d'analyse pendant au moins 30 s.

Insérer l'échantillon (pastille frittée, pastille crue, capsule de poudre) dans l'analyseur.

Purger à l'aide du gaz porteur pendant au moins 30 s.

L'échantillon est lâché dans le creuset et chauffé jusqu'à au moins 1 770 °C.

La teneur en hydrogène est mesurée, pendant au moins 60 s pour extraire le H<sub>2</sub> de tous les composés hydrogénés.

## 9 Calculs

Calculer la fraction massique de l'hydrogène (µg/g d'échantillon) d'après la formule (1):

$$w_{H_2} = \frac{m_{H_2}}{m} \quad (1)$$

où

$w_{H_2}$  est la fraction massique de l'hydrogène en µg/g d'échantillon;

$m_{H_2}$  est la masse d'hydrogène en µg, corrigée de l'essai à blanc;

$m$  est la masse de l'échantillon en g.

Si un résultat exprimé en µg d'hydrogène par g d'U, µg d'hydrogène par g de (U+Pu) ou µg d'hydrogène par g de (U+Gd) est nécessaire, les résultats sont convertis comme suit:

$$\left[ w_{H_2} \right]_M \mu g / gM = \frac{(H \mu g / oxyde) \times 100}{teneur \text{ en } M \text{ de l'échantillon, en } \%} \quad (2)$$

où

$\left[ w_{H_2} \right]_M$  est la fraction massique de l'hydrogène en µg/gM;

$M$  est U ou (U+Pu) ou (U+Gd).

## 10 Fidélité

L'écart-type de répétabilité,  $S_r$ , du système de détection de l'hydrogène peut atteindre  $s_r = 0,18 \text{ ppm} \rightarrow \text{RSD} = 15 \%$  relatif dans les conditions suivantes:

— 10 mesurages d'un matériau de référence;

- même étalonnage avec gaz H<sub>2</sub> pendant les 10 mesurages et
- matériau de référence d'environ 10 g avec 1,2 µg/g de H<sub>2</sub>.

L'incertitude totale, compte tenu de la précision du matériau de référence et de l'imprécision de l'étalonnage (principalement influencée par la cinétique de la libération de l'humidité et de la réduction à chaud de H<sub>2</sub>O par le graphite du creuset), peut atteindre 35 % relatif ou plus si le résultat du mesurage est très proche de la limite de détection.

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

- a) l'identification de l'échantillon,
- b) la méthode utilisée en référence à la présente Norme internationale (c'est-à-dire l'ISO 15651),
- c) les résultats et la forme selon laquelle ils sont exprimés,
- d) la limite de détection,
- e) tout écart par rapport au mode opératoire,
- f) toute caractéristique anormale observée,
- g) le lieu et la date de réalisation de l'essai.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 15651:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2978245-314f-494f-9ac5-a69c248d7f1f/iso-15651-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2978245-314f-494f-9ac5-a69c248d7f1f/iso-15651-2015>