

---

---

**Énergie nucléaire — Dosage de  
la teneur en azote des pastilles  
frittées d' $UO_2$ ,  $(U,Gd)O_2$  et  $(U,Pu)O_2$   
— Méthode d'extraction par gaz  
inerte et méthode de mesurage de la  
conductivité**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Nuclear energy — Determination of nitrogen content in  $UO_2$ ,  
 $(U,Gd)O_2$  and  $(U,Pu)O_2$  sintered pellets — Inert gas extraction and  
conductivity detection method*

ISO 12799:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b932cfa-f2b-4557-bd59-5bf83cecd4e/iso-12799-2015>



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

ISO 12799:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b932cfa-f2b-4557-bd59-5bf83cecdd4e/iso-12799-2015>



**COPYRIGHT PROTECTED DOCUMENT**

© ISO 2015

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized otherwise in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying, or posting on the internet or an intranet, without prior written permission. Permission can be requested from either ISO at the address below or ISO's member body in the country of the requester.

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)

Published in Switzerland

# Contents

	Page
Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Interférences</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Réactifs et matériaux</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
6.1    Mode opératoire d'échantillonnage.....	2
6.2    Préparation des échantillons.....	2
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
7.1 <b>Étalonnage</b> .....	<b>3</b>
7.1.1    Essai à blanc.....	3
7.1.2    Étalonnage de l'analyseur.....	3
7.1.3    Vérification de l'étalonnage à l'aide d'un étalon métallique.....	3
7.2    Détermination.....	3
<b>8</b> <b>Calculs</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Précision</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>5</b>

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 12799:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b932cfa-f2b-4557-bd59-5bf83cecd4e/iso-12799-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b932cfa-f2b-4557-bd59-5bf83cecd4e/iso-12799-2015>

## 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/76952c1a-f126-4557-bd59-5bf83cecd4e/iso-12799-2015).

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 en azote des 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 mesurage de la conductivité

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit un mode opératoire permettant de mesurer la teneur en azote de pastilles d'UO<sub>2</sub>, (U,Gd)O<sub>2</sub> et (U,Pu)O<sub>2</sub>. L'azote présent dans le combustible nucléaire peut soit se présenter sous la forme d'azote élémentaire, soit être combiné chimiquement sous la forme de composés azotés. La technique décrite dans le présent document permet de déterminer la teneur totale en azote en excluant les composés dont la température de décomposition est supérieure à 2 200 °C (principalement les nitrures Pu et U).

## 2 Principe

Pour la détermination de la teneur en azote de pastilles d'UO<sub>2</sub>, (U,Gd)O<sub>2</sub> ou (U,Pu)O<sub>2</sub>, on utilise un analyseur qui fonctionne selon le principe du gaz porteur, avec de l'hélium comme gaz porteur. La teneur en azote est alors mesurée dans une cellule de conductivité thermique.

Les échantillons pesés à analyser sont chauffés dans un creuset en graphite dégazé ultra pur à une température de plus de 1 770 °C dans une atmosphère d'hélium. Cette température élevée détruit la majeure partie des composés azotés et entraîne la libération de l'azote ainsi que d'autres composés gazeux comme le CO, le CO<sub>2</sub> et le H<sub>2</sub>. Les gaz libérés sont ensuite transportés par le gaz porteur à travers des colonnes d'oxydation et d'absorption afin de piéger les espèces interférentes. L'azote passe à travers sans être retenu et sa quantité est ensuite mesurée dans la cellule de conductivité thermique.

## 3 Interférences

Les échantillons ne doivent pas être chauffés à des températures supérieures à 2 200 °C car cela provoquerait une réaction entre la pastille d'UO<sub>2</sub>, (U,Pu)O<sub>2</sub> ou (U,Gd)O<sub>2</sub> et le graphite, entraînant la libération de grandes quantités de CO<sub>2</sub>. Comme il est impossible de piéger intégralement de telles quantités de gaz, celles-ci fausseraient le mesurage de la conductivité.

## 4 Réactifs et matériaux

Pendant l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, sauf indication contraire. Les réactifs et matériaux répertoriés ci-dessous sont des exemples utilisables en fonction des recommandations du fabricant.

### 4.1 Hélium.

Utiliser comme gaz porteur de l'hélium de pureté  $\geq 99,995$  % en fraction volumique.

### 4.2 Azote.

Si de l'azote est utilisé comme gaz d'étalonnage, il doit avoir une pureté  $\geq 99,998$  % en fraction volumique.

#### 4.3 Matériau de référence.

Il est possible d'utiliser comme support d'étalonnage un matériau de référence certifié avec une teneur en azote certifiée (par exemple étalons métalliques).

NOTE Les matériaux de référence sont disponibles, par exemple, auprès du National Institute of Standard and Technology (NIST) ou de la Commission d'Établissement des Méthodes d'Analyse (CETAMA).

#### 4.4 Oxyde de cuivre (II).

L'oxyde CuO est utilisé pour purifier l'hélium (He) ou l'azote (N<sub>2</sub>) en convertissant le H<sub>2</sub> en H<sub>2</sub>O et le CO en CO<sub>2</sub>.

#### 4.5 Absorbant de CO<sub>2</sub>.

De l'ascarite (hydroxyde de sodium déposé sur de l'argile) ou un produit équivalent est utilisé pour absorber le CO<sub>2</sub>.

#### 4.6 Absorbant de H<sub>2</sub>O.

Toute l'eau (H<sub>2</sub>O) formée est piégée par de l'anhydron [Mg(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>]. Un tamis moléculaire peut également être utilisé.

#### 4.7 Fondant/accélérateur de fusion.

Des granules d'étain, de cuivre ou de nickel sont utilisés pour faciliter la fusion de l'échantillon.

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

### 5 Appareillage

ISO 12799:2015

5.1 **Analyseur d'azote**, appareil équipé d'un four approprié avec contrôle de la température et d'une cellule d'analyse, adapté à la manipulation d'échantillons contenant du plutonium, le cas échéant.

5.2 **Creusets en graphite**, adaptés aux types d'échantillons appropriés.

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

5.3 **Balance**, d'une précision inférieure ou égale à 1 mg.

### 6 Échantillonnage

#### 6.1 Mode opératoire d'échantillonnage

Lors de l'échantillonnage de pastilles de combustible, il faut veiller à ne pas contaminer les pastilles; utiliser des pinces ou des pincettes métalliques pour cet échantillonnage.

#### 6.2 Préparation des échantillons

Les pastilles de combustible sont écrasées dans un mortier à percussion. Il convient que les fragments utilisés pour l'analyse mesurent plus de 1 mm. Il est possible d'obtenir la taille souhaitée en passant les pastilles écrasées dans un tamis approprié. Il convient que l'échantillon obtenu pèse entre 1,0 g et 1,5 g.

## 7 Mode opératoire

Avant d'utiliser l'analyseur d'azote, vérifier qu'il est étanche. Cette vérification se fait par inspection visuelle des principales pièces exposées aux fuites, notamment les joints toriques du four et les tubes d'arrivée de gaz. Contrôler régulièrement le thermocouple (étalonnage).

### 7.1 Étalonnage

#### 7.1.1 Essai à blanc

Afin de vérifier la capacité fonctionnelle de l'analyseur, des valeurs à blanc sont déterminées pour obtenir des informations sur l'état des colonnes de purification du gaz en amont et sur l'étanchéité de l'analyseur. Si les valeurs à blanc sont supérieures à la limite de détection de l'analyseur, des mesures correctives adéquates sont nécessaires.

#### 7.1.2 Étalonnage de l'analyseur

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

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

L'étalonnage par gaz peut être effectué par le fabricant de l'analyseur et/ou l'utilisateur final, en fonction du type d'analyseur. Un volume bien défini de gaz d'étalonnage (4.2), 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.

#### 7.1.3 Vérification de l'étalonnage à l'aide d'un étalon métallique

Afin de vérifier l'étalonnage de l'équipement, un étalon (4.3) ayant une teneur en azote certifiée est pesé à 1 mg près et analysé. La quantité d'azote libérée est mesurée. Le résultat peut varier par rapport aux valeurs certifiées, mais l'écart ne doit pas être supérieur à la valeur d'incertitude totale du procédé d'analyse.

Si ce n'est pas le cas, il convient de recommencer l'étalonnage.

## 7.2 Détermination

- a) Avant de charger l'échantillon dans le creuset en graphite, chauffer ce dernier à environ 2 200 °C à des fins de dégazage.
- b) Peser l'échantillon à 1 mg près.
- c) Insérer l'échantillon et le fondant/accélérateur de fusion (4.7) dans l'analyseur.
- d) Purger à l'aide du gaz porteur.
- e) Placer l'échantillon dans le creuset et le chauffer au moins jusqu'à 1 770 °C.
- f) Mesurer la teneur en azote.

## 8 Calculs

Calculer la fraction massique de l'azote ( $\mu\text{g/g}$  d'échantillon) d'après la formule suivante:

$$w_{\text{N2}} = \frac{m_{\text{N2}}}{m}$$

où

$w_{\text{N2}}$  est la fraction massique de l'azote en  $\mu\text{g/g}$  d'échantillon,

$m_{\text{N2}}$  est la masse d'azote en  $\mu\text{g}$ ,

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

## 9 Précision

Pour les échantillons de un ou deux grammes avec une teneur en azote de  $10 \mu\text{g/g}$ , on peut s'attendre à un écart-type (relatif) de répétabilité de 20 %.

Pour les étalons en acier inoxydable avec une teneur en azote de  $10 \mu\text{g/g}$  et  $2 \mu\text{g/g}$ , des écarts-types (relatifs) de 15 % et 66 % respectivement ont été atteints.

## 10 Rapport d'essai

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

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

- l'identification de l'échantillon; [ISO 12799:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b932cfa-f2b-4557-bd59-)
- la méthode utilisée en référence à la présente Norme internationale (c'est-à-dire l'ISO 12799); <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b932cfa-f2b-4557-bd59->
- les résultats et la forme selon laquelle ils sont exprimés;
- tout écart par rapport au mode opératoire;
- toute caractéristique anormale observée;
- le lieu et la date de réalisation de l'essai;
- la limite de détection.



## Bibliographie

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

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

[ISO 12799:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b932cfa-f2b-4557-bd59-5bf83cecd4e/iso-12799-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b932cfa-f2b-4557-bd59-5bf83cecd4e/iso-12799-2015>