

PROJET  
FINAL

NORME  
INTERNATIONALE

ISO/FDIS  
15646

ISO/TC 85/SC 5

Secrétariat: BSI

Début de vote:  
**2013-11-18**

Vote clos le:  
**2014-01-18**

---

---

## Test de refrittage pour pastilles $UO_2$ , (U,Gd) $O_2$ et (U,Pu) $O_2$ pastilles

*Re-sintering test for  $UO_2$ , (U,Gd) $O_2$  and (U,Pu) $O_2$  pellets*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e313d90f-3ef5-40d1-aa36-c717acb2acc1/iso-15646-2014>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence  
ISO/FDIS 15646:2013(F)

© ISO 2013

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e313d90f-3ef5-40d1-aa36-c717acb2acc1/iso-15646-2014>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2013

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>Brève description du mode opératoire</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Incidents</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>1</b>
4.1    Équipement de mesurage de la densité.....	1
4.2    Four de traitement thermique.....	2
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
7.1    Mesurages de densité avant traitement thermique.....	3
7.2    Traitement thermique.....	3
7.3    Mesurages de densité après traitement thermique.....	3
<b>8</b> <b>Évaluation</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Fidélité du mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>Annexe A (informative) Relation entre l'évolution de la masse des pastilles et l'évolution du rapport O/M</b> .....	<b>5</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>6</b>

iTech STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)  
 Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c312d90f-3ef5-40d1-aa36-c717acb2acc1/iso-15646-2014>

## 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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, 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/CEI, 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

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires, et radioprotection*, Sous-comité SC 5, *Cycle du combustible nucléaire*.

# Test de refrittage pour pastilles $\text{UO}_2$ , $(\text{U,Gd})\text{O}_2$ et $(\text{U,Pu})\text{O}_2$ pastilles

## 1 Domaine d'application

La présente norme internationale décrit un mode opératoire de mesurage de la densification de pastilles de  $\text{UO}_2$ ,  $(\text{U,Gd})\text{O}_2$  et  $(\text{U,Pu})\text{O}_2$  par traitement thermique dans des conditions définies.

La densification du combustible en réacteur est une caractéristique de conception essentielle. Elle dépend principalement de paramètres structuraux comme la taille des pores, la distribution des pores dans l'espace, la taille des grains, et dans le cas des pastilles  $(\text{U,Gd})\text{O}_2$  et  $(\text{U,Pu})\text{O}_2$ , de la structure de la phase d'oxyde. Il est possible d'avoir recours à un test de refrittage thermique afin de caractériser le comportement dimensionnel des pastilles à haute température. Les résultats de ce test sont utilisés par le concepteur de combustible afin de prévoir le comportement dimensionnel des pastilles dans le réacteur car la densification thermique dans le réacteur dépend aussi de ces paramètres structuraux, dans des proportions différentes.

Dans l'hypothèse de la prévision, il est nécessaire de traiter les résultats de cet essai selon des règles de corrélation, car ils dépendent largement des conditions de refrittage (température du traitement thermique, durée du traitement, teneur en gaz et pression partielle d'oxygène).

## 2 Brève description du mode opératoire

Procéder au mesurage de la densité des pastilles de combustible nucléaire avant le test de refrittage. Ensuite, soumettre les pastilles à un traitement thermique dans un four dans des conditions spécifiées de température, durée et atmosphère de frittage. Après le refroidissement, mesurer à nouveau la densité de ces pastilles.

Il convient que le rapport molaire métal/oxygène reste constant au cours du test de refrittage. La différence entre les deux mesures de densité doit être utilisée pour évaluer la stabilité thermique du lot de pastilles.

## 3 Incidents

Il est possible qu'il se produise de légers éclats au cours de la manipulation des pastilles. La densité des pastilles présentant des éclats visibles ne doit pas être mesurée à l'aide d'une méthode géométrique, cela pouvant fausser les résultats.

La densité des pastilles présentant des éclats peut être mesurée à l'aide d'une méthode par immersion.

## 4 Appareillage

Pour les pastilles de  $(\text{U,Pu})\text{O}_2$  en particulier, toutes les opérations doivent être effectuées en boîtes à gants.

### 4.1 Équipement de mesurage de la densité

La même méthode doit être utilisée avant et après le refrittage des pastilles.

En [4.1.1](#) et [4.1.2](#), deux méthodes de mesure différentes sont mentionnées à titre d'exemples. D'autres méthodes peuvent être utilisées si elles satisfont à l'exigence du client relative à l'incertitude.

#### 4.1.1 Mesurage géométrique de la densité

Utiliser un comparateur à cadran ou un micromètre d'une précision de 1 µm pour mesurer le diamètre et la hauteur.

Balance d'une précision de 1 mg ou mieux.

#### 4.1.2 Mesurage de la densité à l'aide d'une méthode par immersion

Voir l'ISO 3369.

### 4.2 Four de traitement thermique

Utiliser un four programmable, pouvant atteindre des températures avoisinant 1 800 °C sous balayage de gaz et pouvant maintenir une température homogène de la zone de frittage. Il est recommandé d'employer deux thermocouples différents pour assurer le contrôle et le pilotage du four.

## 5 Réactifs

### 5.1 Gaz

Le gaz du four doit assurer un rapport oxygène/métal lourd constant. En général, le test de refrittage nécessite une atmosphère de four similaire à celle employée pour le frittage des pastilles lors de leur fabrication. Une qualification du four de test doit assurer que le rapport oxygène/métal lourd du combustible soumis à essai ne varie pas de plus de  $\pm 0,005$ . A titre d'exemples, les atmosphères de four suivantes peuvent être utilisées.

NOTE Métal lourd = U, U+Pu, ou U+Gd, selon le produit concerné.

- Pour les combustibles  $UO_2$ :
  - de l'hydrogène pur (purification supérieure à 99,99 % en fraction volumique);
  - un mélange d'un gaz rare (purification supérieure à 99,99 % en fraction volumique) avec au moins 3 % d'hydrogène.
- Pour les combustibles  $(U,Pu)O_2$  et  $(U,Gd)O_2$ :
  - de l'argon pur (purification supérieure à 99,99 % en fraction volumique);
  - de l'argon pur (purification supérieure à 99,99 % en fraction volumique) contenant 7 % d'hydrogène et humidifié de façon à maintenir la stœchiométrie nécessaire;
  - de l'argon avec 4 % d'hydrogène et du  $CO_2$  en quantité adéquate, de façon à maintenir la stœchiométrie nécessaire;
  - de l'ammoniac craqué sec (75 %  $H_2$ -25 %  $N_2$  en volume) avec un mélange de gaz de pureté au moins égale à 99,9 % en volume et un point de rosée inférieur à  $-40$  °C.

**5.2 Eau dégazée**, distillée et dégazée (par exemple par ébullition) comme fluide pour l'essai par immersion, ou de l'eau distillée à laquelle un agent mouillant (savon) a été ajouté afin d'éliminer les micro-bulles.

## 6 Échantillonnage

Si la méthode géométrique est utilisée pour le mesurage de la densité, les pastilles prélevées doivent être exemptes de tout défaut visible susceptible de fausser les mesures de densité (par exemple éclats, fissures, onglets, etc.). Si c'est la méthode par immersion qui est utilisée pour le mesurage de la densité, les pastilles présentant ces défauts visibles peuvent être conservées.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Mesurages de densité avant traitement thermique

La densité des pastilles de combustible doit être mesurée avant le traitement thermique. Parmi tous les modes opératoires disponibles, la mesure de densité par la méthode géométrique et la méthode par immersion se sont révélées être les moyens les plus satisfaisants pour effectuer les contrôles qualité habituels. Il est préférable d'employer la méthode géométrique lorsque les pastilles présentent une grande fraction de pores ouverts (c'est-à-dire lorsque les pores débouchent en surface des pastilles). Les pastilles présentant des éclats sont plus facilement mesurables à l'aide de la méthode par immersion ou de la méthode d'imprégnation par immersion, selon l'ISO 9278.

### 7.2 Traitement thermique

Après avoir effectué le mesurage de la densité et avoir identifié la position des pastilles afin d'assurer la traçabilité, procéder à un traitement thermique dans le four selon les paramètres suivants:

- Vitesse de montée en température:  $<15$  °C/min (à des vitesses plus élevées, les pastilles pourraient éclater) Une vitesse de montée en température de  $5$  °C/min est recommandée pour éviter tout risque de brûlure des pastilles.
- Température du traitement thermique: elle doit être spécifiée conjointement par le client/concepteur de combustible et le vendeur. A titre d'exemple, une température de l'ordre de  $1\ 700$  °C est généralement appliquée.
- Durée du traitement: elle doit être spécifiée conjointement par le client/concepteur de combustible et le vendeur. A titre d'exemple, une durée de traitement de l'ordre de  $24$  h est généralement appliquée.
- Atmosphère de traitement appropriée (voir Exemples 1 à 3).

EXEMPLE 1 Pour les pastilles de  $UO_2$ , on peut utiliser de l'hydrogène pur (5.1) ou des mélanges de gaz rare avec au moins  $3$  % d'hydrogène (5.1).

EXEMPLE 2 Pour les pastilles de  $(U, Gd)O_2$  et  $(U, Pu)O_2$ , une modification de la stœchiométrie des pastilles se produit au cours du traitement lorsque de l'hydrogène sec ou des mélanges d'hydrogène sec et de gaz rares sont utilisés. Il est possible d'éviter ce phénomène en utilisant une atmosphère gazeuse avec une pression partielle d'oxygène appropriée conservant la stœchiométrie constante au cours du refrittage. La pression partielle d'oxygène peut être ajustée en faisant un appoint de  $CO_2$  dans des proportions appropriées à l'atmosphère de refrittage ou en utilisant de l'hydrogène humidifié ou des mélanges hydrogène humidifié/gaz rare.

EXEMPLE 3 On peut utiliser une atmosphère d'argon pur.

NOTE Pour les pastilles de  $(U, Gd)O_2$ , si nécessaire, il est possible de procéder à un ajustement du rapport initial oxygène/métal lourd (U+Gd) en procédant à un traitement thermique des pastilles à  $150$  °C dans l'air, avec un temps de palier de  $5$  h. La vitesse de montée en température doit être suffisamment faible pour éviter la formation de fissures, en particulier à des teneurs élevées en Gd. L'étape de recuit assure l'ajustement de l'équilibre stœchiométrique pour les pastilles de combustibles  $(U, Gd)O_2$  possédant une teneur en Gd allant jusqu'à  $10$  % en masse.

- Vitesse de refroidissement:  $<15$  °C/min.
- Enregistrements: Pour chaque opération de refrittage, consigner dans un rapport le profil des températures. Si le profil des températures satisfait aux conditions de traitement thermique spécifiées ci-dessus, les résultats des tests de refrittage sont acceptés.

### 7.3 Mesurages de densité après traitement thermique

Après refroidissement, les pastilles sont retirées du four et leur densité doit être mesurée à nouveau, selon la même méthode qu'avant le traitement thermique.

## 8 Évaluation

La densification du reffrittage est déterminée par calcul de la différence entre les densités obtenues avant et après le traitement thermique. Au cours du mesurage de la densité, la masse des pastilles doit être mesurée avant et après le traitement thermique.

Pour contrôler que le rapport O/M ne s'est pas modifié en excès par rapport à la tolérance de  $\pm 0,005$ , il est nécessaire de vérifier que la différence de masse des pastilles avant et après le traitement thermique est inférieure à la limite suivante:

$$\text{Différence de masse de O/M} = \frac{\text{Masse des pastilles avant le test}}{\text{Masse molaire de l'oxyde}} \times \text{masse molaire de O}_2 \times \text{tolérance de variation de O/M} \quad (1)$$

La démonstration de la Formule (1) se trouve en [Annexe A](#).

Dans le cas des pastilles à mélange d'oxydes (MOX), le calcul est effectué selon la Formule (2):

$$\text{Différence de masse} \leq \frac{\text{Masse des pastilles avant le test}}{(238 + 2 \times 16)} \times (2 \times 16) \times 0,005 \quad (2)$$

$$\text{Différence de masse} \leq 0,00059 \times \text{masse des pastilles avant le test}$$

Il est recommandé de surveiller la variation moyenne de la masse de toutes les pastilles mesurées après reffrittage et de vérifier qu'elle ne diffère pas de zéro de manière statistiquement significative. Une variation importante indiquerait un problème d'atmosphère de four (par exemple dû à une fuite). Il convient que la valeur absolue de la différence par rapport au zéro soit inférieure à la différence de masse maximale admise pour une pastille [voir Formule (1)].

La densité peut se calculer par le rapport entre la densité mesurée et la densité théorique.

Le mesurage de la densité doit être effectué selon les méthodes spécifiées ayant fait l'objet d'un accord mutuel entre l'acheteur et le vendeur (voir ISO 9278).

## 9 Fidélité du mode opératoire

La fidélité de l'ensemble du mode opératoire est déterminée par la fidélité de la méthode utilisée pour mesurer la densité. L'écart type de répétabilité dans la DIN 55 350 pour la méthode par immersion et dans l'ISO 9278 pour la méthode d'imprégnation par immersion est de 0,1 %.

Néanmoins, comme il est difficile de peser une pastille dans un liquide, l'incertitude peut atteindre 0,2 % si la méthode par immersion est utilisée pour le mesurage de la densité.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai faisant référence à la présente norme internationale doit contenir les informations suivantes:

- toutes les informations nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- les résultats du test;
- le lieu et la date du test;
- le profil de températures enregistré.

## Annexe A (informative)

### Relation entre l'évolution de la masse des pastilles et l'évolution du rapport O/M

Hypothèse 1: On considère que les pastilles de  $UO_2$  et les pastilles de MOX sont équivalentes en ce qui concerne l'évolution du rapport O/M, parce que les pastilles de MOX contiennent environ 90 % de  $UO_2$  et que la masse molaire de U est proche de celle de Pu.

Hypothèse 2: L'évolution maximale admissible du rapport O/M au cours du test de reffrittage est de 0,01.

Formule chimique:



Balance molaire:

$$n_{UO_2} = n_{UO_{2,01}} \quad (A.2)$$

$$\frac{m_{UO_2}}{M_{UO_2}} = \frac{m_{UO_{2,01}}}{M_{UO_{2,01}}} \quad (A.3)$$

$$m_{UO_{2,01}} = \frac{m_{UO_2}}{M_{UO_2}} \times M_{UO_{2,01}} \quad (A.4)$$

Différence de masse:

$$\Delta m = m_{UO_{2,01}} - m_{UO_2} \quad (A.5)$$

$$\Delta m = \frac{m_{UO_2}}{M_{UO_2}} \times M_{UO_{2,01}} - m_{UO_2} \quad (A.6)$$

$$\Delta m = m_{UO_2} \times \left( \frac{M_{UO_{2,01}}}{M_{UO_2}} - 1 \right) \quad (A.7)$$

$$\Delta m = m_{UO_2} \times \left( \frac{M_{UO_2} + 0,01 \times M_O - M_{UO_2}}{M_{UO_2}} \right) \quad (A.8)$$

$$\Delta m = m_{UO_2} \times \frac{0,01 \times M_O}{M_{UO_2}} \quad (A.9)$$

$$\Delta m = m_{UO_2} \times \frac{0,01 \times M_O}{M_{UO_2}} \quad (A.10)$$