
**Technologie du combustible
nucléaire — Lignes directrices pour le
mesurage de l'aire massique (surface
spécifique) des poudres d'oxyde
d'uranium par la méthode BET**

*Nuclear fuel technology — Guidelines on the measurement of the
specific surface area of uranium oxide powders by the BET method*
(standards.iteh.ai)

[ISO 12800:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05bfb5-d299-470e-9df1-8f4792070781/iso-12800-2017)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05bfb5-d299-470e-9df1-
8f4792070781/iso-12800-2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05bfb5-d299-470e-9df1-8f4792070781/iso-12800-2017)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12800:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b6fb5-d299-470e-9df1-8f4792070781/iso-12800-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
4.1 Description de la méthode BET.....	1
4.2 Courbes isothermes d'adsorption.....	2
4.3 Conditions requises.....	3
5 Mode opératoire	4
5.1 Préparation de l'échantillon.....	4
5.2 Méthode de mesure volumétrique.....	4
5.3 Méthode de mesure gravimétrique.....	4
5.4 Méthode standard et méthode dite «à point unique».....	4
5.5 Méthode dynamique du gaz vecteur.....	5
5.6 Autres méthodes.....	5
6 Expression des résultats	5
6.1 Méthodes de calcul.....	5
6.1.1 Détermination multipoints.....	5
6.1.2 Détermination en un point.....	8
6.2 Fidélité et exactitude.....	8
7 Rapport d'essai	8
Bibliographie	9

[ISO 12800:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05bfb5-d299-470e-9df1-8f4792070781/iso-12800-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05bfb5-d299-470e-9df1-8f4792070781/iso-12800-2017>

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).

L'attention est attirée 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).

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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires, et radioprotection*, sous-comité SC 5, *Installations nucléaires, procédés et technologies*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 12800:2003), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Technologie du combustible nucléaire — Lignes directrices pour le mesurage de l'aire massique (surface spécifique) des poudres d'oxyde d'uranium par la méthode BET

1 Domaine d'application

Le présent document est applicable à la détermination de l'aire massique de poudres brutes d'oxyde d'uranium par une mesure volumétrique ou gravimétrique de la quantité d'azote adsorbée sur la poudre. La méthode est applicable à d'autres matières comparables, par exemple aux poudres de U_3O_8 et aux mélanges UO_2 - PuO_2 , ainsi qu'à d'autres corps ayant des aires similaires, par exemple des granules de poudre ou des pastilles vertes, sous condition du respect des conditions définies. Des variantes utilisant d'autres gaz d'adsorption sont proposées.

La méthode reste pertinente tant que la valeur attendue est comprise entre $1 \text{ m}^2/\text{g}$ et $10 \text{ m}^2/\text{g}$.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions (standards.iteh.ai)

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

4.1 Description de la méthode BET

La méthode BET est basée sur la détermination de la quantité de gaz d'adsorption nécessaire pour couvrir la surface du solide par une couche monomoléculaire. Cette quantité peut être calculée à partir de l'isotherme d'adsorption d'azote (N_2) à la température de l'azote liquide (77,4 K), comme décrit dans la Référence [2]. La quantité de N_2 adsorbée à une pression donnée est déterminée par des mesures volumétriques ou gravimétriques[6]. L'échantillon doit être maintenu sous vide et chauffé dans des conditions appropriées afin d'éliminer la contamination superficielle de l'adsorbant avant de procéder aux mesures.

4.2 Courbes isothermes d'adsorption

La courbe isotherme d'adsorption traduit le rapport entre la masse m_A d'adsorbat (N_2) adsorbée par gramme d'adsorbant (par exemple, poudre d' UO_2) à une pression d'équilibre p et à une température constante T , comme indiqué dans la [Formule \(1\)](#):

$$m_A = f(p, T) \quad (1)$$

La pression relative p/p_0 est généralement utilisée de préférence à la pression absolue p , où p_0 est la pression de vapeur saturante, soit $1,013 \times 10^5$ Pa pour l'azote à une température de 77,4 K.

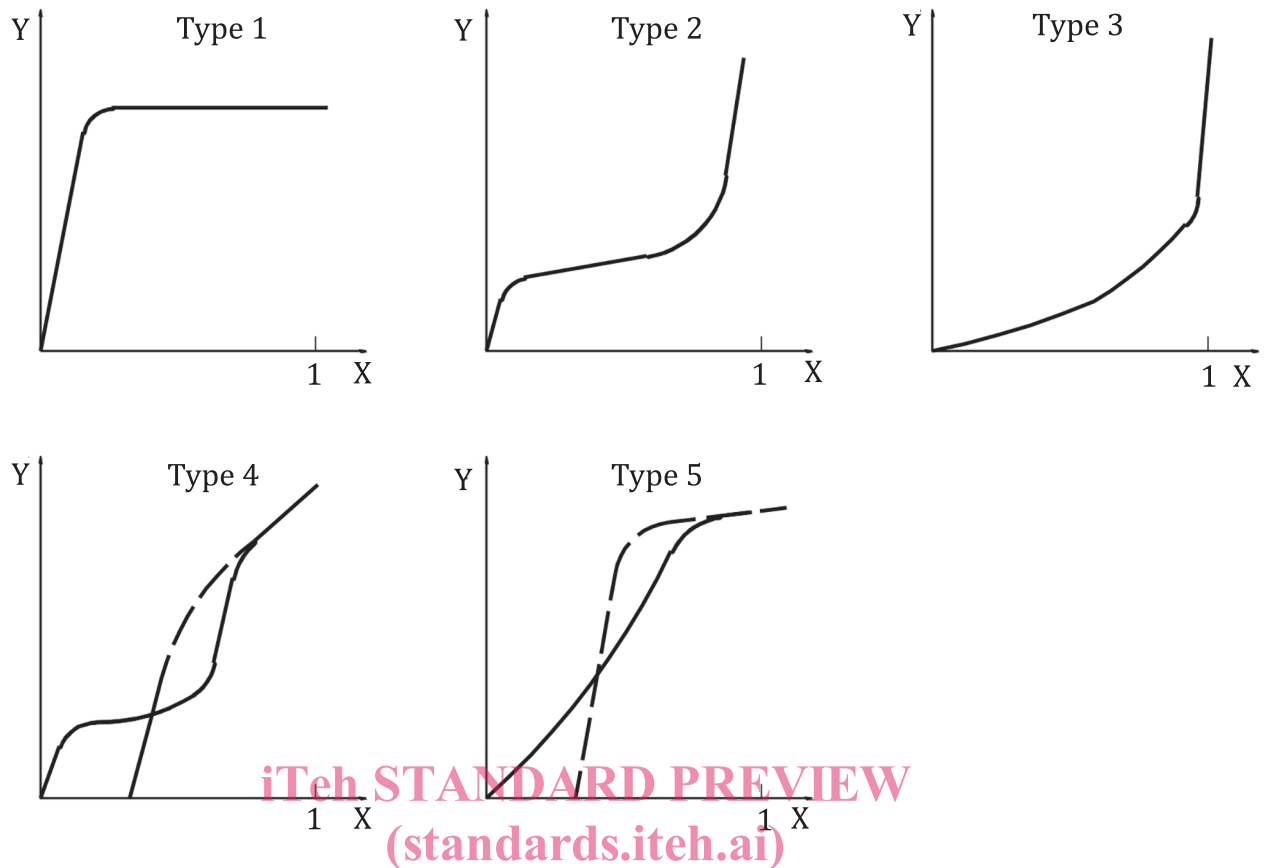
La plupart des courbes isothermes d'adsorption peuvent se classer comme appartenant à l'un des cinq types communs (voir [Figure 1](#)) selon la Référence [3].

Les matériaux purement microporeux (diamètre < 2 nm) présentent une courbe isotherme d'adsorption de type 1. Les courbes isothermes de type 2 ou 4 s'observent plus couramment lorsque l'énergie d'adsorption de la première couche E_1 est bien plus élevée que pour les couches ultérieures E_n . Les isothermes de type 3 ou 5 s'observent lorsque $E_1 \approx E_n$. La méthode BET ne s'applique qu'aux courbes isothermes de type 2 et de type 4. Il a été démontré dans la pratique que les poudres d' UO_2 , U_3O_8 et PuO_2 satisfont à ce critère.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12800:2017](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b6fb5-d299-470e-9df1-8f4792070781/iso-12800-2017>



Légende

X	pression relative	ISO 12800:2017
Y	quantité spécifique adsorbée	https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b6fb5-d299-470e-9df1-8f4792070781/iso-12800-2017
Type 1	Langmuir	
Type 2	adsorption suivie de condensation	
Type 3	condensation	
Type 4	adsorption duale	
Type 5	condensation suivie d'adsorption	

Figure 1 — Typologie des isothermes d'adsorption

4.3 Conditions requises

La méthode ne s'applique qu'aux matériaux pour lesquels

- l'azote n'est pas adsorbé par le matériau;
- l'azote ne réagit pas chimiquement avec l'adsorbant;
- tous les pores sont accessibles aux molécules d'azote; et
- une courbe isotherme d'adsorption correspondant au type 2 ou au type 4 est observée.

La théorie BET pose les hypothèses suivantes.

- L'énergie d'adsorption de la première couche est indépendante du taux d'occupation. L'énergie d'adsorption ainsi que les paramètres cinétiques et les conditions d'équilibre de condensation/évaporation pour la deuxième couche et les suivantes sont identiques.
- La probabilité d'adsorption sur un site vide est indépendante de l'occupation des sites voisins.

- Les interactions horizontales entre les molécules d'azote adsorbées sont négligeables.
- L'hétérogénéité de la surface adsorbante est négligeable.

5 Mode opératoire

5.1 Préparation de l'échantillon

Toutes les impuretés, et notamment la vapeur d'eau, doivent être éliminées de la surface de l'échantillon avant de procéder à la mesure d'adsorption. Les conditions d'élimination (vide d'air, température, durée) compatibles avec le type de poudre à mesurer doivent être déterminées. Les réactions chimiques (décomposition), le frittage, la modification de la structure cristalline et tout autre phénomène surfacique doivent être évités. Un dégazage prolongé est nécessaire dans le cas de poudres très poreuses. Il convient de déterminer la température optimale afin de diminuer le temps de chauffe. Généralement, l'aire massique mesurée augmente dans un premier temps avec la température, puis diminue à la suite du frittage de la poudre.

Le prétraitement optimal de la poudre d' UO_2 surstœchiométrique est fonction de l'aire massique, de la taille des pores ouverts dans la structure intraparticulaire et de la stœchiométrie. Pour les poudres dont l'aire massique est comprise entre $2 \text{ m}^2/\text{g}$ et $8 \text{ m}^2/\text{g}$, il suffit d'assurer un vide de 2 mPa à 10 mPa (10^{-5} Torr à 10^{-4} Torr), puis de porter l'échantillon à une température de $150 \text{ °C} \pm 10 \text{ °C}$ pendant 2,5 heures. Un traitement équivalent, par exemple 1,5 heure à $180 \text{ °C} \pm 10 \text{ °C}$, peut également être appliqué. Si le rapport O/U est supérieur à 2,10, il convient que la température ne dépasse pas 350 °C afin d'éviter le risque de frittage. La durée de chauffe peut être réduite à 20 min. L'emploi du vide peut être remplacé par une purge à l'aide d'un gaz inerte purifié dans les mêmes conditions de température et de durée, après s'être assuré de l'absence d'incidences préjudiciables sur les caractéristiques des poudres.

La masse d'échantillon nécessaire dépend de la densité du matériau et de l'aire massique escomptée.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05bfb5-d299-470e-9df1-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05bfb5-d299-470e-9df1-881792070781/iso-12800-2017)

5.2 Méthode de mesure volumétrique

Une masse connue de l'échantillon préalablement traité est introduite dans une ampoule de volume étalonné, remplie d'azote à une température et à une pression définies. Aucune adsorption mesurable ne se produit à la température et à la pression ambiantes. L'ampoule fermée est ensuite refroidie à la température de l'azote liquide. La quantité d'azote adsorbée peut se calculer à partir du volume d'azote contenu dans l'ampoule, de la température et de la chute de pression. Des valeurs volumétriques^[4] ^[5] précises peuvent être mesurées à partir de la différence de pression entre l'ampoule contenant l'échantillon et une ampoule de référence vide.

5.3 Méthode de mesure gravimétrique

Dans ce cas, l'azote est adsorbé à température et pression constantes. La quantité d'azote adsorbée se mesure directement à l'aide d'une microbalance.

5.4 Méthode standard et méthode dite «à point unique»

La détermination de l'aire massique nécessite une mesure volumétrique ou gravimétrique statique d'au moins trois points de la courbe d'adsorption dans le domaine des pressions relatives $0,05 < p/p_0 < 0,35$. Les mesures doivent être réalisées à l'équilibre.

Dans le cas où une moindre précision est acceptable, l'évaluation peut être facilitée par la mise en œuvre de la méthode dite «à point unique», en ne tenant compte que d'un seul point de la courbe d'adsorption dans le domaine de pressions relatives $0,05 < p/p_0 < 0,35$.

5.5 Méthode dynamique du gaz vecteur

La méthode BET peut être appliquée également dans un système dynamique à circulation de gaz. La pression relative du gaz d'adsorption (p/p_0) est obtenue par mélange avec un gaz inerte, généralement de l'hélium. L'échantillon refroidi à 77,4 K par l'azote liquide est soumis au flux de ce mélange gazeux. L'azote provenant de ce flux s'adsorbe sur l'échantillon.

Lorsque l'échantillon est ramené à la température ambiante, l'azote adsorbé se désorbe dans le flux gazeux. La quantité désorbée est détectée à l'aide d'un catharomètre couplé à un intégrateur. Le catharomètre est étalonné par injection d'azote pur.

5.6 Autres méthodes

D'autres méthodes utilisent différents gaz d'adsorption à différentes températures (voir [Tableau 1](#)). Les aires d'encombrement par molécule adsorbée (ou par atome dans le cas de l'argon, du krypton ou du xénon) sont également mentionnées dans le [Tableau 1](#).

Une autre méthode indirecte est celle du traceur^{[8][9]} dans laquelle la quantité d'un gaz d'adsorption radioactif est dosée par mesures d'activité.

Tableau 1 — Aires d'encombrement par molécule adsorbée

Gaz	Température	Pression de vapeur saturante, p_0	Aire d'encombrement ^a par molécule
	K	Pa	nm ²
Azote	77,4	$1,01 \times 10^5$	0,162
Argon	77,4	$2,58 \times 10^4$	0,138
Argon	87,3	$1,33 \times 10^5$	0,142
Krypton	77,4	$2,66 \times 10^2$	0,202
Krypton	90,2	$2,27 \times 10^2$	0,214
Xénon	90,2	8,00	0,232

^a Valeurs normalisées.

6 Expression des résultats

6.1 Méthodes de calcul

6.1.1 Détermination multipoints

L'équation dite BET est donnée par la [Formule \(2\)](#):

$$V_A = \frac{V_m \cdot C \cdot p_r}{(1 - p_r)(1 - p_r + C \cdot p_r)} \quad (2)$$

où