

Energía nuclear

Determinación del contenido total de hidrógeno en polvos PuO_2 y UO_2 , y en pellets sinterizados UO_2 , $(\text{U,Gd})\text{O}_2$ y $(\text{U,Pu})\text{O}_2$

Método de extracción por gas inerte y de detección de la conductividad

(ISO 15651:2015)

Esta norma ha sido elaborada por el comité técnico CTN 73 *Energía nuclear, tecnologías nucleares y protección radiológica*, cuya secretaría desempeña UNE.

UNE-EN ISO 15651

Energía nuclear

Determinación del contenido total de hidrógeno en polvos PuO_2 y UO_2 , y en pellets sinterizados UO_2 , $(\text{U,Gd})\text{O}_2$ y $(\text{U,Pu})\text{O}_2$

Método de extracción por gas inerte y de detección de la conductividad (ISO 15651:2015)

Nuclear energy. Determination of total hydrogen content in PuO_2 and UO_2 powders and 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).

Énergie nucléaire. Dosage de la teneur totale en hydrogène de poudres de PuO_2 et UO_2 , et de pastilles frittées d' 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 (ISO 15651:2015).

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN ISO 15651:2017, que a su vez adopta la Norma Internacional ISO 15651:2015.

Las observaciones a este documento han de dirigirse a:

Asociación Española de Normalización

Génova, 6

28004 MADRID-España

Tel.: 915 294 900

info@une.org

www.une.org

Depósito legal: M 6521:2018

© UNE 2018

Publicado por AENOR INTERNACIONAL S.A.U. bajo licencia de la Asociación Española de Normalización.

Reproducción prohibida

ICS 27.120.30

Versión en español

Energía nuclear
**Determinación del contenido total de hidrógeno en polvos PuO_2 y UO_2 ,
y en pellets sinterizados UO_2 , $(\text{U,Gd})\text{O}_2$ y $(\text{U,Pu})\text{O}_2$**
Método de extracción por gas inerte y de detección de la conductividad
(ISO 15651:2015)

Nuclear energy. Determination of total hydrogen content in PuO_2 and UO_2 powders and 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).

Énergie nucléaire. Dosage de la teneur totale en hydrogène de poudres de PuO_2 et UO_2 , et de pastilles frittées d' 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 (ISO 15651:2015).

Kernenergie. Bestimmung des totalen Wasserstoffgehalts in PuO_2 - und UO_2 -Pulvern und UO_2 -, $(\text{U,Gd})\text{O}_2$ - und $(\text{U,Pu})\text{O}_2$ -gesinterte Pellets. Trägergasheißextraktion und Leitfähigkeitsbestimmungsverfahren (ISO 15651:2015).

Esta norma europea ha sido aprobada por CEN el 2017-09-13.

Los miembros de CEN están sometidos al Reglamento Interior de CEN/CENELEC que define las condiciones dentro de las cuales debe adoptarse, sin modificación, la norma europea como norma nacional. Las correspondientes listas actualizadas y las referencias bibliográficas relativas a estas normas nacionales pueden obtenerse en el Centro de Gestión de CEN/CENELEC, o a través de sus miembros.

Esta norma europea existe en tres versiones oficiales (alemán, francés e inglés). Una versión en otra lengua realizada bajo la responsabilidad de un miembro de CEN en su idioma nacional, y notificada al Centro de Gestión de CEN/CENELEC, tiene el mismo rango que aquéllas.

Los miembros de CEN son los organismos nacionales de normalización de los países siguientes: Alemania, Antigua República Yugoslava de Macedonia, Austria, Bélgica, Bulgaria, Chipre, Croacia, Dinamarca, Eslovaquia, Eslovenia, España, Estonia, Finlandia, Francia, Grecia, Hungría, Irlanda, Islandia, Italia, Letonia, Lituania, Luxemburgo, Malta, Noruega, Países Bajos, Polonia, Portugal, Reino Unido, República Checa, Rumanía, Serbia, Suecia, Suiza y Turquía.



COMITÉ EUROPEO DE NORMALIZACIÓN
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
CENTRO DE GESTIÓN: Rue de la Science, 23, B-1040 Brussels, Belgium

© 2017 CEN. Derechos de reproducción reservados a los Miembros de CEN.

Índice

Prólogo europeo	5
Declaración.....	5
Prólogo	6
1 Objeto y campo de aplicación.....	7
2 Normas para consulta.....	7
3 Principio	7
4 Interferencia	7
5 Reactivos y materiales.....	7
6 Aparatos.....	8
7 Muestreo	9
7.1 Procedimiento de muestreo	9
7.1.1 Polvos.....	9
7.1.2 Pastilla.....	9
7.2 Preparación	9
7.2.1 Polvo.....	9
7.2.2 Pastilla.....	9
8 Procedimiento	9
8.1 Ensayo en blanco	9
8.2 Calibración.....	10
8.2.1 Calibración del analizador.....	10
8.2.2 Comprobación de la calibración	10
8.3 Determinación.....	10
9 Cálculo	10
10 Precisión.....	11
11 Informe del ensayo	11

Prólogo europeo

El texto de la Norma ISO 15651:2015 del Comité Técnico ISO/TC 85 *Energía nuclear, tecnologías nucleares y protección radiológica*, de la Organización Internacional de Normalización (ISO), ha sido adoptado como Norma EN ISO 15651:2017 por el Comité Técnico CEN/TC 430 *Energía nuclear, tecnologías nucleares y protección radiológica*, cuya Secretaría desempeña AFNOR.

Esta norma europea debe recibir el rango de norma nacional mediante la publicación de un texto idéntico a ella o mediante ratificación antes de finales de abril de 2018, y todas las normas nacionales técnicamente divergentes deben anularse antes de finales de abril de 2018.

Se llama la atención sobre la posibilidad de que algunos de los elementos de este documento estén sujetos a derechos de patente. CEN no es responsable de la identificación de dichos derechos de patente.

De acuerdo con el Reglamento Interior de CEN/CENELEC, están obligados a adoptar esta norma europea los organismos de normalización de los siguientes países: Alemania, Antigua República Yugoslava de Macedonia, Austria, Bélgica, Bulgaria, Chipre, Croacia, Dinamarca, Eslovaquia, Eslovenia, España, Estonia, Finlandia, Francia, Grecia, Hungría, Irlanda, Islandia, Italia, Letonia, Lituania, Luxemburgo, Malta, Noruega, Países Bajos, Polonia, Portugal, Reino Unido, República Checa, Rumanía, Serbia, Suecia, Suiza y Turquía.

Declaración

El texto de la Norma ISO 15651:2015 ha sido aprobado por CEN como Norma EN ISO 15651:2017 sin ninguna modificación.

Prólogo

ISO (Organización Internacional de Normalización) es una federación mundial de organismos nacionales de normalización (organismos miembros de ISO). El trabajo de preparación de las normas internacionales normalmente se realiza a través de los comités técnicos de ISO. Cada organismo miembro interesado en una materia para la cual se haya establecido un comité técnico, tiene el derecho de estar representado en dicho comité. Las organizaciones internacionales, públicas y privadas, en coordinación con ISO, también participan en el trabajo. ISO colabora estrechamente con la Comisión Electrotécnica Internacional (IEC) en todas las materias de normalización electrotécnica.

En la parte 1 de las Directivas ISO/IEC se describen los procedimientos utilizados para desarrollar esta norma y para su mantenimiento posterior. En particular debería tomarse nota de los diferentes criterios de aprobación necesarios para los distintos tipos de documentos ISO. Esta norma se redactó de acuerdo a las reglas editoriales de la parte 2 de las Directivas ISO/IEC. www.iso.org/directives.

Se llama la atención sobre la posibilidad de que algunos de los elementos de este documento puedan estar sujetos a derechos de patente. ISO no asume la responsabilidad por la identificación de cualquiera o todos los derechos de patente. Los detalles sobre cualquier derecho de patente identificado durante el desarrollo de esta norma se indican en la introducción y/o en la lista ISO de declaraciones de patente recibidas. www.iso.org/patents.

Cualquier nombre comercial utilizado en esta norma es información que se proporciona para comodidad del usuario y no constituye una recomendación.

Para obtener una explicación sobre el significado de los términos específicos de ISO y expresiones relacionadas con la evaluación de la conformidad, así como información de la adhesión de ISO a los principios de la Organización Mundial del Comercio (OMC) respecto a los Obstáculos Técnicos al Comercio (OTC), véase la siguiente dirección: www.iso.org/iso/foreword.html.

El comité responsable de esta norma es el ISO/TC 85, *Energía nuclear, tecnologías nucleares y protección radiológica*, Subcomité SC 5, *Ciclo del combustible nuclear*.

1 Objeto y campo de aplicación

Esta norma internacional describe un procedimiento para la medición del contenido total de hidrógeno de polvos PuO_2 y UO_2 (hasta 2 000 $\mu\text{g/g}$ óxido) y de pastillas sinterizadas de UO_2 , $(\text{U,Gd})\text{O}_2$ y $(\text{U,Pu})\text{O}_2$ (hasta 10 $\mu\text{g/g}$ óxido). El contenido total de hidrógeno resulta del agua absorbida, agua de cristalización, hidrocarburo y otros compuestos hidrogenados que pueden existir como impurezas en el combustible.

2 Normas para consulta

Los documentos indicados a continuación, en su totalidad o en parte, son normas para consulta indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias con fecha, solo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición (incluida cualquier modificación de esta).

Guía ISO/IEC 98-3:2008, *Incertidumbre de medida. Parte 3: Guía para la expresión de la incertidumbre de medida (GUM:1995)*.

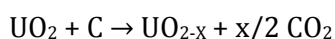
3 Principio

El contenido total de hidrógeno se determina usando un analizador de hidrógeno. El analizador de hidrógeno se basa en el método del gas portador utilizando argón o nitrógeno como gas portador. Las muestras a analizar se calientan a una temperatura de más de 1 770 °C en un crisol de grafito. A esa temperatura, se eliminan todos los componentes volátiles. El hidrógeno que contiene los compuestos se rompe y los libera como monóxido de hidrógeno, oxígeno, nitrógeno y carbono. El gas liberado se purifica en la boquilla del gas portador, por ejemplo, en columnas de oxidación y absorción. El hidrógeno se separa por medios cromatográficos y se analiza en la célula de conductividad termal.

4 Interferencia

La temperatura de > 1 700 °C debería alcanzarse en un corto plazo, en aproximadamente 5 s; si no, la descomposición del agua liberada en hidrógeno y oxígeno podría no completarse.

A temperatura de más de 2 200 °C, se libera dióxido de carbono por una reducción de UO_2 por grafito, de acuerdo a la reacción siguiente; el dióxido de carbono interferirá en la medición de la conductividad termal.



5 Reactivos y materiales

Se utilizan reactivos de grado analítico reconocido. Los reactivos y materiales siguientes sirven como ejemplos a utilizar de acuerdo con las recomendaciones del fabricante.

5.1 Gas portador. Se utiliza argón con una pureza de una fracción de volumen $\geq 99,995\%$ o de nitrógeno con una pureza de fracción de volumen $\geq 99,998\%$.

5.2 Gas de calibración. Si la calibración se realiza con gas, se utiliza argón o nitrógeno con contenido de hidrógeno certificado o un gas portador mezclado con una cantidad conocida de hidrógeno con una pureza de fracción de volumen $\geq 99,999\%$.

5.3 Material de referencia¹⁾ Si se realiza calibración o comprobación de calibración con un material estándar, se utiliza un material de referencia con contenido de hidrógeno certificado (por ejemplo titanio o zirconio).

5.4 Óxido de cobre (II), CuO purifica el gas portador (Ar/N₂), convirtiendo H₂ en H₂O.

5.5 Medio de absorción para H₂O. Tras convertir H₂ en H₂O (§5.4) se utiliza perclorato de magnesio [Mg(ClO₄)₂] para separar el H₂O.

5.6 Reactivo de oxidación para CO, reactivo de Schutze (pentóxido de yodo sobre gel de sílice) precedido de Hopcalita [óxido de manganeso/óxido de cobre (ii)] oxida CO a CO₂ presente en el gas portador o extraído durante la medición.

5.7 Medio de absorción para CO₂, el hidróxido de sodio sobre arcilla o equivalente absorberá el CO₂.

5.8 Reactivo de flujo para el material de referencia. Se utiliza granulado de estaño, cobre o níquel como flujo para acelerar la fusión del material de referencia.

6 Aparatos

6.1 Analizador de hidrógeno. Consistirá en un horno capaz de alcanzar una temperatura de, al menos, 2 200 °C, una célula de conductividad termal y sistemas de purificación de gas.

6.2 Crisol de grafito de alta pureza, apto para el tipo de muestra apropiado.

El contenido de impureza no debería superar los 2 µg/g.

6.3 Cápsulas de hidrógeno libres de estaño, cobre o níquel.

6.4 Balanza, con una precisión de 1 mg.

1) Los materiales de referencia están disponibles, por ejemplo, en el "National Institute of Standard and Technology (NIST)" o "LECO Corporation". Esta información se proporciona para la conveniencia de los usuarios de este documento y no constituye una recomendación de estos productos por parte de ISO.

7 Muestreo

7.1 Procedimiento de muestreo

7.1.1 Polvos

El muestreo se realiza con un muestreador de polvos de forma tubular que tenga un diámetro interno de más de 2,5 veces el tamaño máximo de la partícula de polvo. La muestra debe estar expuesta a condiciones ambientales durante no más de 5 min porque han de evitarse las alternaciones de la muestra de polvo debido a la absorción de humedad o desorción u oxidación. La muestra se tiene que almacenar en contenedores estancos. El volumen de gas en el contenedor debería ser lo menor posible. En caso de que el análisis no se realice inmediatamente después del muestreo, la masa de la muestra tiene que controlarse antes y después del periodo de almacenamiento antes del análisis. Estas precauciones pueden ser más ligeras si el proceso de análisis se realiza bajo un entorno de gas controlado (entorno de caja de guantes).

7.1.2 Pastilla

Al muestrear las pastillas de combustible, se comprueba que las pastillas no están contaminadas con H_2 ; se utilizan fórceps o pinzas de metal para las pastillas de muestreo. La muestra debería ser representativa del proceso de fabricación (por ejemplo almacenado de pastillas).

7.2 Preparación

7.2.1 Polvo

Se pueden rellenar cápsulas (6.3) con muestras de polvo que después se cierran. De otra manera, se pueden insertar las muestras de polvo como cuerpos prensados ("pastillas verdes" preparadas sin aditivos).

NOTA Una solución de compromiso entre precisión y desarrollo sostenible (reciclado de desechos) es eliminar el uso de cápsulas.

7.2.2 Pastilla

Se pueden analizar pastillas sinterizadas de combustible sin ningún paso de preparación. Si las pastillas están secas antes del llenado de la barra en el proceso de fabricación de barras, la muestra debería secarse antes del análisis para que sea representativo de las condiciones de fabricación.

8 Procedimiento

8.1 Ensayo en blanco

El analizador se comprueba realizando mediciones en blanco que demuestren la integridad de las unidades de pureza y la estanquidad del equipo. Los valores en blanco que superen el límite de detección del analizador requieren medidas de corrección adecuadas.

8.2 Calibración

8.2.1 Calibración del analizador

El analizador de hidrógeno se debe calibrar antes de la medición de muestras. Hay dos posibilidades de calibración:

- calibración con gas;
- calibración con estándares certificados.

La calibración dependerá del tipo de analizador, la puede realizar el fabricante del analizador y/o el usuario final. El rango de calibración y el número de estándares dependerá del equipo, el uso final y el rango de estándares disponibles.

En caso de calibración con gas, se inserta y analiza un volumen bien definido del gas de calibración (5.2), que está corregido a condiciones estándar. Esta calibración se realiza tres veces.

En caso de calibración con estándares certificados, se pesa lo más cerca posible a 1 mg de precisión.

8.2.2 Comprobación de la calibración

Para comprobar la calibración del equipo, el material de referencia (5.3) se pesa con la precisión más próxima a 1 mg [se puede usar reactivo de flujo (5.8) para ayudar a la fusión]. Se determina el hidrógeno liberado. Los valores medidos pueden diferir de los valores certificados en no más del total de incertidumbre del proceso de análisis. Si no, se repite la calibración.

8.3 Determinación

Se pesa la muestra lo más próximo a 1 mg.

Se purifica el crisol de grafito con una corriente de gas portador durante al menos 30 s calentándolo a una temperatura superior a la temperatura de análisis.

Se inserta la muestra (pastilla sinterizada, pastilla verde, polvo encapsulado) en el analizador.

Se purga con gas portador durante, al menos, 30 s.

La muestra cae en el crisol y se calienta hasta, al menos, 1 770 °C.

El contenido de hidrógeno se mide, durante al menos 60 s, para extraer el H₂ de todos los compuestos hidrogenados.

9 Cálculo

Se calculan las fracciones de masa de hidrógeno (µg/g muestra) usando la fórmula (1):

$$w_{\text{H}_2} = \frac{m_{\text{H}_2}}{m} \quad (1)$$

donde

w_{H_2} es la fracción de masa de hidrógeno, en la muestra $\mu\text{g/g}$;

m_{H_2} es la masa de hidrógeno en μg , corregida de blanco;

m es la masa de la muestra, en g.

Si es necesario un resultado expresado como μg de hidrógeno por g U, μg de hidrógeno por g (U+Pu) o μg de hidrógeno por g (U+Gd), los resultados se convierten de la siguiente manera:

$$\left[w_{H_2} \right]_M \mu\text{g/gM} = \frac{(H \mu\text{g/óxido}) \times 100}{\% M \text{ contenido de la muestra}} \quad (2)$$

donde

$\left[w_{H_2} \right]_M$ es la fracción de masa de hidrógeno, en $\mu\text{g/gM}$;

M es U o (U+Pu) o (U+Gd).

10 Precisión

La desviación tipo de la repetibilidad, S_r , del sistema de detección de hidrógeno puede alcanzar $s_r = 0,18 \text{ ppm} \rightarrow \text{RSD} = 15\%$ relativa a las siguientes condiciones:

- 10 mediciones de un material de referencia;
- misma calibración con gas- H_2 durante las 10 mediciones; y
- material de referencia de unos 10 g con 1,2 $\mu\text{g/g}$ de H_2 .

La incertidumbre total, teniendo en cuenta la veracidad del material de referencia y el error de precisión de la calibración (principalmente influido por la cinética de la humedad liberada y la reducción de H_2O del crisol de grafito caliente), puede alcanzar el 35% relativo o más si el resultado de la medición está muy cercano al límite de detección.

11 Informe del ensayo

El informe del ensayo debe incluir la siguiente información:

- a) identificación de la muestra;
- b) el método usado por referencia en esta norma internacional (es decir, ISO 15651);
- c) los resultados y el modo en que se expresan;

- d) el límite de detección;
- e) cualquier desviación del procedimiento;
- f) cualquier característica inusual observada;
- g) el lugar y fecha del ensayo.

Para información relacionada con el desarrollo de las normas contacte con:

Asociación Española de Normalización
Génova, 6
28004 MADRID-España
Tel.: 915 294 900
info@une.org
www.une.org

Para información relacionada con la venta y distribución de las normas contacte con:

AENOR INTERNACIONAL S.A.U.
Tel.: 914 326 000
normas@aenor.com
www.aenor.com



organismo de normalización español en:

