

DIN EN ISO 12800



ICS 27.120.30

Einsprüche bis 2018-12-26

Entwurf

**Kernbrennstofftechnologie –
Richtlinien für die Messung des spezifischen Oberflächenbereiches von
Uranoxid-Pulvern mittels der BET-Methode (ISO 12800:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 12800:2018**

Nuclear fuel technology –

Guidelines on the measurement of the specific surface area of uranium oxide powders by the BET method (ISO 12800:2017);

German and English version prEN ISO 12800:2018

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 (ISO 12800:2017);

Version allemande et anglaise prEN ISO 12800:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-10-26 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 12800:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85 „Nuclear energy, nuclear technologies, and radiological protection“ der International Organization for Standardization (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 430 „Kernenergie, Kerntechnik und Strahlenschutz“, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird, übernommen.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-07 FBR „Fachbereichsbeirat Kerntechnik und Strahlenschutz“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Diese Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit „Torr“, die in Deutschland nur für medizinische Zwecke zugelassen ist. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist.

Umrechnung:

Nicht zugelassene Einheit	Zugelassene Einheit	Umrechnung
Torr (mmHg)	Pa	1 Torr = 133,322 Pa

Diese Norm enthält im Abschnitt 7 eine Verweisung auf den ISO/GUM. Bei diesem Dokument handelt es sich um

ISO/IEC 98-3, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

Für die in diesem Dokument zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 9277:2010 siehe DIN ISO 9277:2014-01

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 9277:2014-01, *Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Festkörpern mittels Gasadsorption — BET-Verfahren (ISO 9277:2010)*

Kernbrennstofftechnologie — Leitlinien für die Messung des spezifischen Oberflächenbereiches von Uranoxid-Pulvern mittels der BET-Methode (ISO 12800:2017)

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 (ISO 12800:2017)

Nuclear fuel technology — Guidelines on the measurement of the specific surface area of uranium oxide powders by the BET method (ISO 12800:2017)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
4.1 Zusammenfassung des BET-Verfahrens	5
4.2 Isotherme Adsorptionskurven	5
4.3 Bedingungen und Annahmen	6
5 Durchführung	7
5.1 Probenvorbereitung	7
5.2 Volumetrische Messung	7
5.3 Gravimetrische Messung	7
5.4 Ursprungs- und Einzelpunktmessung	8
5.5 Dynamisches Verfahren (Trärgasverfahren)	8
5.6 Alternative Verfahren	8
6 Angabe der Ergebnisse	9
6.1 Berechnungsverfahren	9
6.1.1 Mehrpunkt-Bestimmung	9
6.1.2 Einzelpunktbestimmung	11
6.2 Präzision und Genauigkeit	11
7 Prüfbericht	11
Literaturhinweise	12

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 12800:2017 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85 „Nuclear energy, nuclear technologies, and radiological protection“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 12800:2018 durch das Technische Komitee CEN/TC 430 „Kernenergie, Kerntechnik und Strahlenschutz“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 12800:2017 wurde von CEN als prEN ISO 12800:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen, sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85, *Nuclear energy, nuclear technologies, and radiological protection*, Unterkomitee SC 5, *Nuclear installations, processes and technologies* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 12800:2003), die technisch überarbeitet wurde.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gibt Leitlinien für die Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Urandioxid im Herstellungszustand durch volumetrische oder gravimetrische Bestimmung der auf dem Pulver adsorbierten Stickstoffmenge, und es kann auf ähnliche Materialien wie z. B. U_3O_8 -, UO_2 - PuO_2 -Pulver und andere Körper mit ähnlichen Oberflächen, z. B. Pulvergranulate oder Rohpellets, angewandt werden, vorausgesetzt, dass die beschriebenen Bedingungen erfüllt sind. Änderungen unter Verwendung anderer adsorbierender Gase sind enthalten.

Das Verfahren ist relevant, solange der Erwartungswert im Bereich zwischen $1 \text{ m}^2/\text{g}$ und $10 \text{ m}^2/\text{g}$ liegt.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

4 Kurzbeschreibung

4.1 Zusammenfassung des BET-Verfahrens

Das BET-Verfahren basiert auf der Bestimmung der zur Bedeckung der Oberfläche einer monomolekularen Schicht erforderlichen Gasmenge. Diese Menge ist aus einer isothermen Adsorptionskurve von Stickstoff (N_2) bei der Temperatur von flüssigem Stickstoff (77,4 K) nach Referenz [2] zu bestimmen. Die bei einem gegebenen Druck adsorbierte Menge N_2 wird durch volumetrische oder gravimetrische Messung [6] zu bestimmen. Um die Oberflächenkontamination des Adsorbens zu entfernen, muss die Probe unter geeigneten Bedingungen evakuiert und erhitzt werden, bevor die Messung durchgeführt wird.

4.2 Isotherme Adsorptionskurven

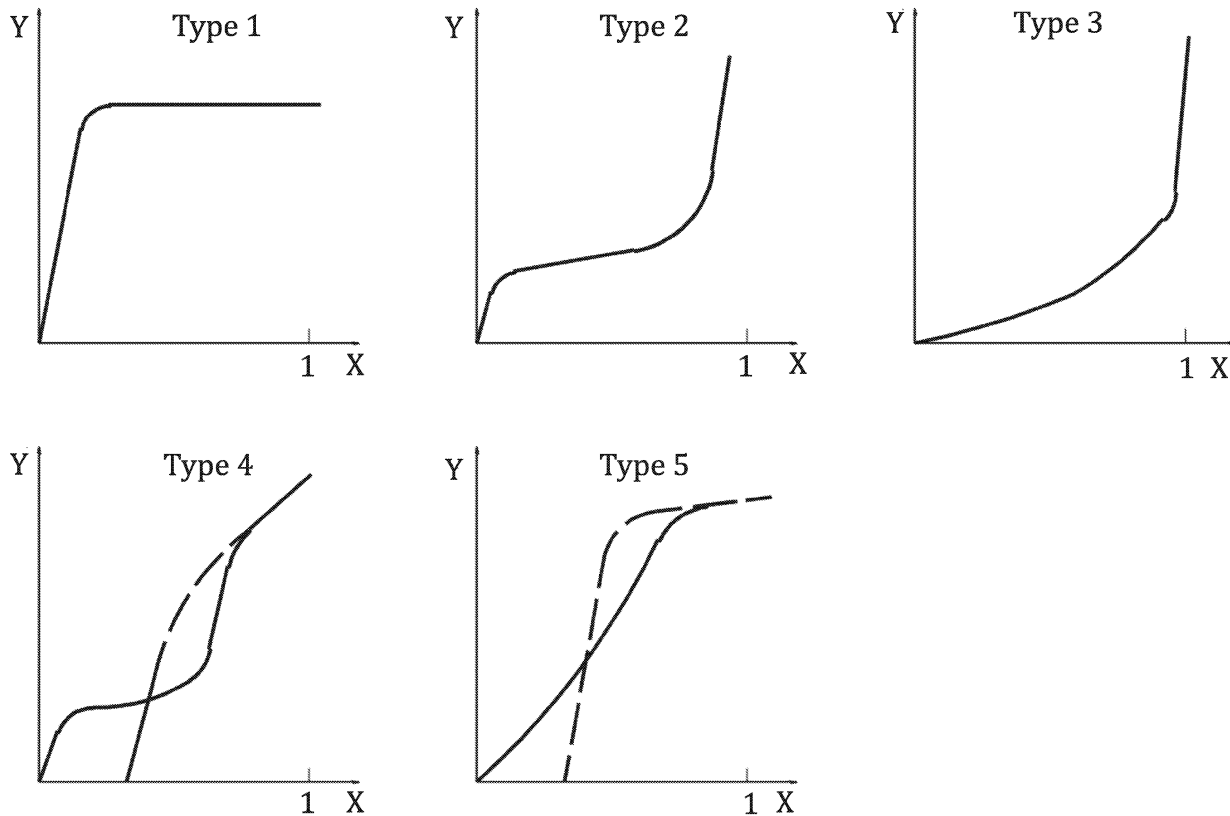
Die isotherme Adsorptionskurve beschreibt den Zusammenhang zwischen der Masse des Adsorbats m_A (N_2), adsorbiert je Gramm des Adsorbens (z. B. UO_2 -Pulver) und einem Gleichgewichtsdruck p bei konstanter Temperatur T , wie in Gleichung (1) gezeigt:

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

In der Regel wird der relative Druck p/p_0 anstelle des Absolutdrucks p eingeführt, wobei p_0 der Sättigungsdampfdruck ist, der bei 77,4 K für Stickstoff $1,013 \times 10^5 \text{ Pa}$ beträgt.

Die meisten isothermen Adsorptionskurven können nach Referenz [3] einem der fünf gängigen Typen zugeordnet werden (siehe Bild 1).

Materialien mit Mikroporen (< 2 nm Durchmesser) ergeben eine Adsorptionskurve vom Typ 1. Wo die Adsorptionsenergie der ersten Schicht, E_1 , viel größer als die der nachfolgenden Schichten, E_n , ist, werden am häufigsten die Typen 2 und 4 beobachtet. Wenn $E_1 \approx E_n$, ergibt dies Adsorptionskurven vom Typ 3 oder Typ 5. Das BET-Verfahren kann nur auf Kurven vom Typ 2 und Typ 4 angewandt werden. Die Praxis zeigt, dass die UO_2 -, U_3O_8 - und PuO_2 -Pulver diese Bedingung erfüllen.



Legende

- X relativer Druck
- Y spezifische adsorbierte Menge
- Typ 1 Langmuir-Typ
- Typ 2 Adsorption gefolgt von Kondensation
- Typ 3 Kondensationstyp
- Typ 4 zweifache Adsorption
- Typ 5 Kondensation gefolgt von Adsorption

Bild 1 — Klassifizierung der Adsorptionsisothermen

4.3 Bedingungen und Annahmen

Dieses Verfahren kann nur auf Materialien angewandt werden, bei denen

- a) Stickstoff nicht vom Material absorbiert wird,
- b) Stickstoff nicht mit dem Adsorbens chemisch reagiert,
- c) alle Poren vom Stickstoffmolekül erreicht werden können und
- d) eine Adsorptionskurve vom Typ 2 oder Typ 4 beobachtet wird.