

NORME INTERNATIONALE

ISO
8300

Première édition
1987-03-01



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Détermination de la teneur en plutonium dans du dioxyde de plutonium (PuO₂) de qualité nucléaire — Méthode gravimétrique

iTeh STANDARD PREVIEW

*Determination of plutonium content in plutonium dioxide (PuO₂) of nuclear grade quality —
Gravimetric method*

(standards.iteh.ai)

ISO 8300:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/72cd0f95-8a69-42f6-bb1e-0c3c133a900a/iso-8300-1987>

Numéro de référence
ISO 8300:1987 (F)

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 normalement 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8300 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*.

[ISO 8300:1987](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Détermination de la teneur en plutonium dans du dioxyde de plutonium (PuO_2) de qualité nucléaire — Méthode gravimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique précise et exacte pour la détermination de la teneur en plutonium dans du dioxyde de plutonium (PuO_2), de qualité nucléaire et comportant moins de 0,5 % d'impuretés non volatiles. La teneur en impuretés doit être mesurée et des corrections doivent être effectuées.

La méthode est utilisée pour vérifier par recoupement les résultats des analyses de bilan du dioxyde de plutonium.

2 Principe

Échantillonnage et pesée de l'échantillon en atmosphère sèche (point de rosée égal ou inférieur à $-40\text{ }^\circ\text{C}$). (Le point de rosée doit être vérifié à l'aide d'un instrument de mesure et en contrôlant la stabilité de la masse d'une partie aliquote de PuO_2 .) Calcination dans l'air à une température de $1\ 200$ à $1\ 250\text{ }^\circ\text{C}$ à masse constante, pour obtenir un dioxyde de plutonium stœchiométrique stable et non hygroscopique. Pesée du dioxyde de plutonium. Analyse des impuretés et correction pour les impuretés non volatiles. Calcul de la concentration du plutonium.

3 Interférences

3.1 Humidité atmosphérique

Le dioxyde de plutonium est hygroscopique sauf lorsqu'il a été calciné au-dessus de $850\text{ }^\circ\text{C}$. En conséquence, il faut normalement prendre des précautions sévères pour éviter toute absorption d'humidité au cours du transfert de l'échantillon de la chaîne de conditionnement au poste de fractionnement, c'est-à-dire l'échantillon doit être prélevé et transféré dans un pot métallique étanche. Pour la même raison, le poste de fractionnement doit se trouver dans les mêmes conditions d'atmosphère sèche que la chaîne de conditionnement.

3.2 Impuretés non volatiles

Toutes les impuretés qui ne sont pas volatiles à $1\ 200\text{ }^\circ\text{C}$ entraînent une erreur positive sur le résultat de l'analyse. La masse réelle de ces impuretés doit être mesurée en utilisant des techniques appropriées, par exemple la spectrométrie d'émission ou d'absorption atomique. Si le pourcentage total d'impuretés dans l'oxyde calciné se situe en dessous de 0,5 %, une exactitude relative de 20 % sera satisfaisante pour les analyses d'impuretés.

4 Réactifs

Aucun réactif n'est nécessaire.

5 Appareillage

5.1 Poste de fractionnement, comprenant une boîte à gants sous atmosphère sèche (point de rosée égal ou inférieur à $-40\text{ }^\circ\text{C}$), équipé de :

a) une balance analytique avec une précision de $\pm 0,1\text{ mg}$;

b) un hygromètre pour mesurer le point de rosée réel à l'intérieur de la boîte.

5.2 Boîte de calcination, alimentée avec de l'air ambiant et équipée d'un four à moufle dont la température, réglable, peut atteindre $1\ 200$ à $1\ 250\text{ }^\circ\text{C}$.

5.3 Fioles d'échantillonnage, en acier inoxydable.

5.4 Creuset en platine.

5.5 Dessiccateur.

6 Mode opératoire

6.1 Manipulation de l'échantillon au poste d'échantillonnage

6.1.1 Transférer au moins 10 g du matériau à analyser dans une fiole (5.3).

6.1.2 Boucher hermétiquement la fiole.

6.1.3 Transférer rapidement la fiole au poste de fractionnement (5.1).

6.2 Tarage des creusets

6.2.1 Chauffer un creuset (5.4) propre pendant 1 h à environ $1\ 200$ à $1\ 250\text{ }^\circ\text{C}$. Laisser refroidir pendant 20 min dans le dessiccateur (5.5) et 5 min dans la balance [5.1 a)], puis peser à $\pm 0,1\text{ mg}$ près. Recommencer le cycle de chauffage jusqu'à masse constante (m_1), à $\pm 0,1\text{ mg}$ près.

6.2.2 Enregistrer la masse constante, m_1 , avec une précision de $\pm 0,1$ mg.

6.3 Fractionnement

6.3.1 Le plus rapidement possible après réception de la fiole contenant l'échantillon, transférer environ 1,5 g de l'échantillon dans le creuset taré.

6.3.2 Mesurer et enregistrer la masse brute du creuset, m_2 , avec une précision de $\pm 0,1$ mg.

6.3.3 Si l'on fractionne l'échantillon en plusieurs échantillons secondaires, maintenir le premier dans le poste de fractionnement pour le peser à nouveau lorsque tous les échantillons secondaires auront été prélevés.

6.3.4 Si la masse a varié de moins de 0,5 mg, transférer les échantillons secondaires dans la boîte de calcination (5.2). Dans le cas contraire, éliminer les échantillons secondaires, ajuster l'hygrométrie de la boîte de fractionnement et répéter l'échantillonnage et le mode opératoire.

6.4 Calcination

6.4.1 Calciner l'échantillon de 1,5 g à 1 200 à 1 250 °C, pendant 1 h.

6.4.2 Refroidir pendant 20 min dans le dessiccateur et peser à $\pm 0,1$ mg près.

6.4.3 Répéter 6.4.1 et 6.4.2 jusqu'à ce que la masse reste constante à $\pm 0,1$ mg près.

6.4.4 Enregistrer la nouvelle masse brute, m_3 , avec une précision de $\pm 0,1$ mg.

6.5 Autres mesures

6.5.1 Effectuer une analyse isotopique du plutonium pour calculer sa masse atomique relative moyenne, $A_r(\text{Pu})$.

6.5.2 Effectuer une analyse des impuretés non volatiles à 1 200 °C.

7 Expression des résultats

7.1 Calcul du facteur de conversion gravimétrique

Calculer le facteur de conversion gravimétrique, C_{Pu} , à l'aide de la formule :

$$C_{\text{Pu}} = \frac{A_r(\text{Pu})}{A_r(\text{Pu}) + 2 A_r(\text{O})}$$

où

$A_r(\text{O}) = 15,999 4$ est la masse atomique relative de l'oxygène;

$A_r(\text{Pu})$ est la masse atomique relative moyenne du plutonium calculée en utilisant l'expression

$$A_r(\text{Pu}) = \frac{1}{\frac{m_{238}}{238,050} + \frac{m_{239}}{239,052} + \frac{m_{240}}{240,054} + \frac{m_{241}}{241,057} + \frac{m_{242}}{242,059} + \frac{m_{244}}{244,064}}$$

où m_{238} , m_{239} , etc. sont les fractions en masse des isotopes ^{238}Pu , ^{239}Pu , etc. de plutonium dans l'échantillon.

7.2 Calcul de la correction due aux impuretés

Exprimer les résultats des analyses d'impuretés en microgrammes de chaque élément, par gramme de l'échantillon initial (I_n).

Calculer la masse totale des impuretés, I_0 , dans l'échantillon calciné à l'aide de la formule

$$I_0 = 10^{-6} \times (m_2 - m_1) \times \sum_n (I_n C_n)$$

où

$m_2 - m_1$ constitue la masse de l'échantillon avant la calcination :

ISO 8300:calcination :

m_2 est la masse brute avant calcination (échantillon non calciné plus creuset en platine),

m_1 est la masse du creuset en platine;

I_n est la quantité d'impuretés de l'élément n , en microgrammes par gramme de l'échantillon initial;

C_n est le facteur de conversion gravimétrique de l'élément n (voir l'annexe).

7.3 Calcul de la teneur en plutonium

Calculer la teneur en plutonium, Pu, en pourcentage, dans l'échantillon à l'aide de la formule :

$$\text{Pu} = C_{\text{Pu}} \times \frac{m_3 - m_1 - I_0}{m_2 - m_1} \times 100$$

où m_3 est la masse brute après calcination (échantillon calciné plus creuset en platine).

7.4 Répétabilité

7.4.1 L'écart-type relatif sur une gravimétrie est d'environ 0,04 %.

7.4.2 Sur la correction due aux impuretés il faut s'attendre à un écart-type allant jusqu'à 1 000 ppm.

7.4.3 Par conséquent, l'écart-type relatif sur une détermination simple peut varier de 0,04 % à 0,1 %, selon la pureté de l'oxyde calciné.

7.5 Erreurs systématiques

7.5.1 Les erreurs systématiques imputables à la pesée ont un écart-type relatif inférieur ou égal à 0,014 %.

7.5.2 La non-stœchiométrie de l'oxyde de plutonium peut constituer une source d'erreur systématique dont l'écart-type relatif peut atteindre 0,1 %.

7.5.3 Les impuretés non volatiles sont responsables de trois autres sources d'erreurs possibles :

- a) erreurs d'étalonnage dans les analyses des impuretés;
- b) incertitude sur les facteurs de conversion des impuretés;

c) erreurs systématiques positives dues à des impuretés qui ne font pas l'objet de corrections parce qu'elles ne sont ni mesurées, ni détectées.

Ces sources peuvent introduire une erreur systématique pouvant atteindre jusqu'à 20 % de la concentration des impuretés.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit comporter les indications suivantes :

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- c) résultat et mode d'expression utilisé;
- d) tous détails inhabituels notés pendant l'essai;
- e) tous détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8300:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/72cd0f95-8a69-42f6-bb1e-0c3c133a900a/iso-8300-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/72cd0f95-8a69-42f6-bb1e-0c3c133a900a/iso-8300-1987>

Annexe

Facteurs de conversion gravimétriques pour des impuretés non volatiles

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

Impureté	État probable de l'impureté	Facteur de conversion, C_n
Ag	Ag	1,00
Al	Al ₂ O ₃	1,89
Am	AmO ₂	1,13
Ba	BaO	1,12
B	B ₂ O ₃	3,22
Be	BeO	2,78
Bi	Bi ₂ O ₃	1,11
Ca	CaO	1,40
Cd	Cd	1,00
Co	CoO	1,27
Cr	Cr ₂ O ₃	1,46
Cu	Cu	1,00
Fe	Fe ₃ O ₄	1,38
K	K ₂ O	1,21
Mg	MgO	1,66
Mn	Mn ₃ O ₄	1,39
Terres rares	M ₂ O ₃	1,16
Na	Na ₂ O	1,35
Ni	Ni ₃ O ₄	1,40
Np	NpO ₂	1,13
P	P ₂ O ₅	2,29
Pb	PbO	1,07
Sb	Sb ₂ O ₃	1,26
Si	SiO ₂	2,14
Sn	SnO	1,13
Ta	Ta ₂ O ₅	1,22
Th	ThO ₂	1,14
Ti	TiO ₂	1,67
U	U ₃ O ₈	1,18
V	V ₂ O ₅	1,78
W	WO ₃	1,26
Zn	ZnO	1,24
Zr	ZrO ₂	1,35

NOTE — Ces valeurs sont déduites des meilleures informations disponibles tenant compte de la calcination, des conditions de refroidissement et des effets de matrice dus à l'oxyde de plutonium.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8300:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/72cd0f95-8a69-42f6-bb1e-0c3c133a900a/iso-8300-1987>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8300:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/72cd0f95-8a69-42f6-bb1e-0c3c133a900a/iso-8300-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/72cd0f95-8a69-42f6-bb1e-0c3c133a900a/iso-8300-1987>

CDU 661.879.94 : 621.039 : 543.21 : 546.799.4

Descripteurs : énergie nucléaire, combustible nucléaire, composé minéral de plutonium, analyse chimique, dosage, plutonium, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 4 pages
