

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
8425

Première édition  
1987-03-01



---

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

---

## Détermination du plutonium dans les solutions de nitrate de plutonium pur — Méthode gravimétrique

*Determination of plutonium in pure plutonium nitrate solutions — Gravimetric method*

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 8425:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cf77dbc-d301-4ddd-8370-d32daa48f040/iso-8425-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cf77dbc-d301-4ddd-8370-d32daa48f040/iso-8425-1987>

Numéro de référence  
ISO 8425 : 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 8425 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*.

ISO 8425:1987

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 du plutonium dans les solutions de nitrate de plutonium pur — Méthode gravimétrique

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique exacte et reproductible pour déterminer la concentration de plutonium dans les solutions de nitrate de plutonium pur et les solutions de référence, contenant 100 à 300 g de plutonium par litre, en milieu acide nitrique.

## 2 Principe

Traitement d'un prélèvement de masse connue de la solution de nitrate de plutonium par l'acide sulfurique et évaporation à sec. Décomposition du sulfate de plutonium ainsi formé en oxyde par chauffage à l'air. Calcination de l'oxyde à une température de 1 200 à 1 250 °C à l'air et pesée sous forme de dioxyde de plutonium stœchiométrique, qui est stable et non hygroscopique.

Calcul de la teneur en plutonium en utilisant un facteur de conversion gravimétrique qui dépend un peu de la composition isotopique du plutonium. Si cette dernière n'est pas connue, elle doit être mesurée, normalement par spectrométrie de masse.

## 3 Interférence

Toutes les impuretés non volatiles interfèrent. Si la teneur en impuretés est supérieure à 0,05 %, une correction doit être appliquée. Si cette correction dépasse 0,5 %, la justesse des mesures des impuretés limite alors les performances de la méthode. Il n'y a pas d'interférence pour une quantité de phosphore de 1 000 ppm (présent en tant que phosphate) car il est perdu pendant le traitement à l'acide sulfurique. Les teneurs en chlorures et en fluorures de l'échantillon ne doivent pas excéder 25 ppm.

## 4 Réactifs

### 4.1 Acide sulfurique, solution à 50 % (V/V).

Agiter avec précaution en ajoutant 500 ml d'acide sulfurique de qualité analytique ( $\rho = 1,84$  g/ml) à 500 ml d'eau froide distillée ou déionisée. Laisser refroidir.

## 5 Appareillage

Équipement normal de laboratoire d'analyse du plutonium, et

### 5.1 Creusets en platine, de capacité d'environ 8 ml.

### 5.2 Burettes à peser, en polythène.

### 5.3 Four, dans une boîte à gants à atmosphère normale, permettant de couvrir un domaine de température de 300 à 1 250 °C.

### 5.4 Balance semi-micro, installée dans une boîte à gants à atmosphère normale, portée d'environ 25 g, sensibilité $\pm 0,1$ mg; la balance et les poids doivent être certifiés ou étalonnés à $\pm 0,05$ mg près.

### 5.5 Épiradiateur, dans une boîte à gants.

## 6 Mode opératoire

6.1 Chauffer un creuset (5.1) propre pendant 1 h à environ 1 200 à 1 250 °C. Laisser refroidir pendant 20 min dans un dessiccateur et 5 min dans la balance (5.4), puis peser à  $\pm 0,1$  mg près. Recommencer le cycle de chauffage jusqu'à masse constante ( $m_1$ ), à  $\pm 0,1$  mg près.

6.2 Verser dans le creuset 1 à 2 g d'une solution contenant 0,2 à 0,4 g de plutonium, pesée à l'aide de la burette (5.2). Noter les masses (pleine  $m_2$ , vide  $m_3$ ) à  $\pm 0,1$  mg près.

NOTE — Pour éviter les erreurs dues aux effets thermiques, la burette et la balance doivent être à la même température avant chaque pesée.

6.3 Ajouter environ 1,0 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) dans le creuset et agiter doucement pour mélanger.

6.4 Évaporer la solution sous un épiradiateur (5.5) en chauffant doucement jusqu'à ce que les fumées d'acide sulfurique disparaissent, puis chauffer plus fortement jusqu'à obtention de résidu sec et disparition des fumées.

NOTE — Le nitrate de plutonium est transformé en sulfate pour éviter les projections lors de l'évaporation à sec.

6.5 Sans attendre, transférer le creuset contenant le sulfate de plutonium sec dans le four (5.3) à environ 300 °C. Maintenir cette température pendant environ 15 min, puis augmenter la température de 5 à 10 °C par minute jusqu'à environ 850 °C, température à laquelle le sulfate de plutonium se décompose.

**6.6** Augmenter la température jusqu'à 1 200 à 1 250 °C et laisser pendant 1 h à cette température.

NOTE — Les opérations en 6.4, 6.5 et 6.6 peuvent être effectuées dans un four à programmation de température et à débit d'air contrôlé.

**6.7** Laisser refroidir le creuset et l'oxyde dans un dessiccateur pendant 15 min et dans la balance pendant 5 min, et peser à  $\pm 0,1$  mg près.

**6.8** Réchauffer à 1 200 à 1 250 °C pendant 1 h, refroidir et peser comme en 6.7. Répéter les opérations jusqu'à masse constante ( $m_4$ ), à  $\pm 0,05$  mg près.

**6.9** Effectuer une analyse isotopique du plutonium sur une aliquote de l'échantillon pour calculer sa masse atomique relative moyenne,  $A_r(\text{Pu})$ .

**6.10** Effectuer une analyse des impuretés non volatiles à 1 200 °C, par toute méthode spectrométrique appropriée, en exprimant les résultats de chaque impureté en microgrammes par gramme de solution.

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Mode de calcul

**7.1.1** Calculer la masse de l'échantillon de solution,  $m_s$ , en grammes, à l'aide de la formule :

$$m_s = m_2 - m_3$$

où

$m_2$  est la masse, en grammes, de la burette à peser pleine;

$m_3$  est la masse, en grammes, de la burette à peser vide.

**7.1.2** Calculer la masse de l'oxyde formé,  $m_0$ , en grammes, à l'aide de la formule :

$$m_0 = m_4 - m_1$$

où

$m_4$  est la masse, en grammes, du creuset avec l'oxyde;

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset vide.

NOTE — Selon le contexte d'utilisation des résultats, les masses  $m_s$  et  $m_0$  peuvent nécessiter des corrections de poussée de l'air.

**7.1.3** Calculer la masse totale des impuretés,  $I_0$  (sous forme calcinée), dans l'échantillon à l'aide de la formule :

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

où

$m_s$  est la masse de l'échantillon de solution (voir 7.1.1);

$I_n$  est la quantité d'impureté de l'élément  $n$ , en microgrammes par gramme de solution (voir 6.10);

$C_n$  est le facteur de conversion gravimétrique correspondant pour une calcination à 1 200 °C. Les facteurs de conversion gravimétrique pour les impuretés les plus communes sont donnés dans l'annexe.

**7.1.4** Calculer la masse,  $m_c$ , de  $\text{PuO}_2$  pur dans l'oxyde à l'aide de la formule :

$$m_c = m_0 - I_0$$

où  $I_0$  est la masse totale des impuretés (voir 7.1.3).

**7.1.5** Calculer le facteur de conversion gravimétrique pour ce lot de plutonium,  $C_{\text{Pu}}$ , 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

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/7cf77dbc-d301-4ddd-8370-1d32daa48f040/iso-8425-1987>

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

où  $m_{238}$ ,  $m_{239}$ , etc. sont les fractions en masse des isotopes  $^{238}\text{Pu}$ ,  $^{239}\text{Pu}$ , etc. de plutonium dans l'échantillon, déterminées par spectrométrie de masse (voir 6.9).

**7.1.6** Calculer le plutonium contenu dans l'échantillon,  $\text{Pu}$ , en grammes par kilogramme de solution, à l'aide de la formule :

$$\text{Pu} = \frac{10^3 \times m_c \times C_{\text{Pu}}}{m_s}$$

### 7.2 Répétabilité

Le coefficient de variation pour une détermination sur une solution de nitrate de plutonium concentrée (teneur en impuretés inférieure à 0,05 %) est d'environ 0,05 %. Si la concentration de toutes les impuretés est inférieure à 0,5 %, mesurée avec une précision relative de 20 %, le coefficient de variation de toutes les erreurs aléatoires pour une détermination devrait être compris entre 0,05 % et 0,15 % suivant le degré de pureté.

### 7.3 Erreurs systématiques

**7.3.1** La non-stœchiométrie de l'oxyde de plutonium est une source potentielle d'erreur; la contribution de cette erreur devrait être inférieure à 0,1 %.

**7.3.2** 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 contenir les informations 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;
- f) une note indiquant si une correction de la poussée d'air a été faite ou pas (voir 7.1.2).

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 8425:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cf77dbc-d301-4ddd-8370-d32daa48f040/iso-8425-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cf77dbc-d301-4ddd-8370-d32daa48f040/iso-8425-1987>

## 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
Ag	Ag	1,00
Al	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,89
Am	AmO <sub>2</sub>	1,13
Ba	BaSO <sub>4</sub>	1,70
B	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,22
Be	BeO	2,78
Bi	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,11
Ca	CaSO <sub>4</sub>	3,40
Cd	Cd	1,00
Co	CoO	1,27
Cr	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,46
Cu	Cu	1,25
Fe	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,38
K	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2,23
Mg	MgO	1,66
Mn	Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1,39
Terres rares	M <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,16
Na	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	3,09
Ni	Ni <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,40
Np	NpO <sub>2</sub>	1,13
P	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2,29
Pb	PbO	1,07
Sb	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,26
Si	SiO <sub>2</sub>	2,14
Sn	SnO	1,13
Ta	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,22
Th	ThO <sub>2</sub>	1,14
Ti	TiO <sub>2</sub>	1,67
U	U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	1,18
V	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,78
W	WO <sub>3</sub>	1,26
Zn	ZnO	1,24
Zr	ZrO <sub>2</sub>	1,35

NOTE — Ces valeurs sont déduites des meilleures informations disponibles tenant compte de la conversion en sulfates, 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 8425:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cf77dbc-d301-4ddd-8370-d32daa48f040/iso-8425-1987>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 8425:1987](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cf77dbc-d301-4ddd-8370-d32daa48f040/iso-8425-1987>

---

**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

---