

NORME INTERNATIONALE

ISO 11598

Première édition
1995-07-15

Exigences pour obtenir un échantillonnage représentatif de solutions de nitrate d'uranyle en vue de déterminer la concentration d'uranium

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Requirements for representative sampling of uranyl nitrate solutions for
the determination of uranium concentration*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8b71745-14c1-4525-affd-3963b9dd6f89/iso-11598-1995>



Numéro de référence
ISO 11598:1995(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 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11598 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*.

[ISO 11598:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8b71745-14c1-4525-affd-3963b9dd6f89/iso-11598-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8b71745-14c1-4525-affd-3963b9dd6f89/iso-11598-1995>

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Exigences pour obtenir un échantillonnage représentatif de solutions de nitrate d'uranyle en vue de déterminer la concentration d'uranium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit les précautions essentielles à prendre pour s'assurer que les dispositifs de brassage et d'échantillonnage installés dans les cuves permettent d'obtenir des échantillons représentatifs à partir d'un lot de nitrate d'uranyle pur, et que ces échantillons restent représentatifs jusqu'à leur utilisation.

En appliquant les exigences de la présente Norme internationale, la différence entre la concentration en uranium dans les échantillons prélevés dans le lot et la concentration moyenne en uranium dans la solution, est inférieure à 0,2 %.

2 Généralités

On ne peut pas établir des procédures normalisées pour l'échantillonnage des cuves de stockage de nitrate d'uranyle. En effet, toutes les usines de retraitement ne sont pas conçues de la même manière, et n'utilisent ni le même procédé, ni les mêmes équipements. Cependant, certaines recommandations peuvent être appliquées à tout système d'échantillonnage.

Un échantillonnage représentatif est une nécessité fondamentale pour une mesure précise des solutions de nitrate d'uranyle. Les propriétés physiques ou chimiques des solutions de nitrate d'uranyle et de leurs conteneurs rendent la prise d'un échantillon représentatif difficile voire impossible:

- a) Les solutions peuvent être conservées dans des cuves sous-critiques, donc avec une géométrie complexe. Des durées de brassage longues sont alors nécessaires pour réaliser le mélange du volume de toute la cuve.

- b) Des masses volumiques et des viscosités élevées, en particulier pour de fortes concentrations en uranium, nécessitent des temps de brassage prolongés pour réaliser une homogénéisation du contenu de la cuve.

- c) La présence possible d'une seconde phase, que ce soit de l'uranium cristallisé, des liquides ou solides organiques, gêne un échantillonnage représentatif.

Bien des problèmes évoqués ci-dessus peuvent être évités ou maîtrisés au stade de la conception de l'installation, par une ingénierie adéquate. Toutefois, il est essentiel que pour chaque cuve, une procédure de brassage et d'échantillonnage soit établie, et que l'on vérifie expérimentalement la représentativité des échantillons. Après toute modification de l'installation, ces procédures seront validées à nouveau.

Les échantillons prélevés doivent être manipulés et stockés de telle sorte que leurs caractéristiques au moment de l'analyse puissent être reliées de façon sûre à celles existant au moment de l'échantillonnage. Les échantillons peuvent subir des modifications; les solutions de nitrate d'uranyle peuvent, par exemple, cristalliser (selon la concentration en uranium, l'acidité libre et la température). Les procédures de manipulation et de stockage doivent être conçues de manière à minimiser tout changement des propriétés des échantillons entre le prélèvement et l'analyse, ou du moins de manière à permettre une correction lorsque de tels changements sont inévitables.

3 Brassage de la cuve et échantillonnage

Il convient de procéder aux étapes suivantes dans le but de réduire les erreurs d'échantillonnage systématiques et aléatoires à un niveau faible tolérable.

3.1 Il convient d'homogénéiser totalement la solution de nitrate d'uranyle, conformément à une procédure définie et validée, de manière à être sûr que ses caractéristiques isotopiques, physiques et chimiques soient uniformes.

Il convient de qualifier des procédures de brassage et d'échantillonnage pour chaque installation. La documentation relative aux études de brassage et d'échantillonnage sera archivée aussi longtemps que l'installation sera utilisée, selon la série ISO 9000.

3.2 Il convient que la solution de nitrate d'uranyle soit exempte de phase organique et/ou de précipité. Si une phase organique ou si des solides sont visiblement présents, il convient de filtrer le contenu de la cuve ou de le centrifuger avant l'échantillonnage.

3.3 Il est préférable que la concentration en uranium ne dépasse pas 450 g/l et que la concentration en acide nitrique libre n'excède pas 0,2 mol/l.

3.4 Il est bon que les lignes de prise d'échantillons soient courtes et de faible section pour réduire les phénomènes d'évaporation entraînant une modification de la concentration.

3.5 Pendant le brassage, il convient de purger les lignes de prélèvement avec la solution à échantillonner.

3.6 Dans le cas d'un brassage par bullage d'air, il convient d'interrompre ce dernier durant le prélèvement.

3.7 Il est recommandé que les conteneurs de prise d'échantillons soient parfaitement propres et secs.

3.8 Si possible, il convient de prélever plusieurs échantillons en différents points de la cuve; leur représentativité sera vérifiée par des mesures de masse volumique, par exemple au moyen d'un densimètre électronique à diapason vibrant selon l'ISO 11597:1995, *Qualification d'échantillons de solutions de nitrate d'uranyle ou de nitrate de plutonium par mesure de la masse volumique*. Il est bon que les masses volumiques de ces échantillons ne diffèrent pas de plus de 0,000 5 g/cm³.

3.9 Le volume recommandé pour chaque échantillon est compris entre 5 ml et 100 ml. L'heure à laquelle l'échantillon a été prélevé doit être notée.

3.10 Il convient de mesurer au moment du prélèvement le volume total ou la masse totale de solution, contenus dans la cuve, avec une précision comparable à celle des analyses d'uranium ultérieures.

4 Manipulation et stockage des échantillons

Les modes opératoires suivants sont recommandés dans le but de s'assurer que la concentration de l'échantillon au moment de l'analyse est en accord avec celle de l'échantillon au moment du prélèvement.

4.1 Les échantillons doivent être clairement étiquetés pour une identification sans équivoque.

4.2 Il convient que les échantillons soient conservés de préférence dans des flacons de verre fumé, fermés par des bouchons vissés étanches, de manière à minimiser les pertes dues à l'évaporation et les réactions photochimiques. Le volume d'air au-dessus du liquide doit être minimal.

4.3 Il convient de stocker et manipuler les flacons à température ambiante et en position verticale, sans en mouiller le col.

4.4 Il ne faut pas laisser les flacons ouverts trop longtemps, mais les fermer immédiatement après les avoir remplis ou après avoir prélevé une aliquote.

4.5 Si les échantillons sont appelés à être conservés sur une longue période, ou s'ils sont prélevés dans des flacons plastiques, il convient d'appliquer la procédure de correction de pesée suivante:

- Utiliser des flacons sans étiquette détachable et munis d'un bouchon, de tare stable (mieux que $\pm 0,001$ g dans les conditions de stockage).
- Ouvrir brièvement le bouchon pour égaliser la pression de l'air dans le flacon avec la pression ambiante, puis peser le flacon vide avec son bouchon; noter la masse W_1 .
- Peser le flacon rempli de solution et le bouchon; noter la masse W_2 .
- Ne coller aucune étiquette supplémentaire. Manipuler et stocker le flacon de telle manière qu'il reste propre, sec et à l'abri des poussières; vérifier régulièrement l'étanchéité du bouchon.

- e) Avant l'analyse, ouvrir brièvement le bouchon et repeser le flacon avec son bouchon et l'échantillon; noter la masse W_3 .
- f) Avant de prendre les prises d'essai, vérifier qu'aucun cristal ou dépôt solide ne se soient formés, fermer le bouchon de façon étanche et agiter le flacon pour homogénéiser la solution, afin d'être sûr que les prises d'essai seront représentatives de l'échantillon.
- g) Repeser le flacon avec son bouchon et l'échantillon après avoir terminé les prises d'essai; noter la nouvelle valeur de la masse brute.
- h) Calculer la concentration réelle Y de l'échantillon à partir de la concentration mesurée X en utilisant l'équation:

$$Y = \frac{W_3 - W_1}{W_2 - W_1} X$$

où

W_1 , W_2 et W_3 sont tels que donnés ci-dessus.

NOTE 1 Les résultats obtenus selon cette procédure deviennent moins fiables si la variation de masse pendant le stockage dépasse 1 % de la masse de l'échantillon.

4.6 Il est bon de mener des études pour estimer la validité des résultats sur un échantillon après son stockage. Il convient que ces études soient am-

plement documentées et archivées, conformément à la série ISO 9000 (Normes pour le management de la qualité et l'assurance de la qualité). Elles prendront en compte des périodes de stockage et des concentrations différentes.

5 Conclusion

En raison des différences existant d'un système de mesure à l'autre, il convient de valider les procédures de brassage et d'échantillonnage pour chaque cuve avant de les mettre en œuvre. Toute modification ultérieure de l'installation ou de la manière de procéder devrait être prise en compte pour valider l'applicabilité des procédures existantes.

De même, les conditions de stockage varient d'un laboratoire à l'autre, et au cours du temps. La validité des conditions de stockage proposées ici devra être vérifiée avant leur mise en œuvre.

Il faut s'assurer que tout changement dans les matériaux des flacons, dans les procédures de manipulation des échantillons ou dans les procédures de laboratoire pour l'analyse de la concentration ou de la composition isotopique de l'uranium, n'introduise pas de nouvelles sources d'erreurs. Par conséquent, l'applicabilité des procédures établies doit être évaluée lors de chaque modification.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11598:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8b71745-14c1-4525-affd-3963b9dd6f89/iso-11598-1995>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11598:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8b71745-14c1-4525-affd-3963b9dd6f89/iso-11598-1995>

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11598:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8b71745-14c1-4525-affd-3963b9dd6f89/iso-11598-1995>

ICS 27.120.30

Descripteurs: énergie nucléaire, matière fissible, composé d'uranyle, produit en solution, échantillonnage.

Prix basé sur 3 pages
