
**Échantillonnage représentatif de solutions
de nitrate de plutonium en vue de déterminer
la concentration du plutonium**

*Representative sampling of plutonium nitrate solutions for determination of
plutonium concentration*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12803:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc24866-e30d-42bd-b370-
f245e8669a99/iso-12803-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc24866-e30d-42bd-b370-f245e8669a99/iso-12803-1997)



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 12803 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12803:1997
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc24866-e30d-42bd-b370-f245e8669a99/iso-12803-1997>

© ISO 1997

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central
Imprimé en Suisse

Échantillonnage représentatif de solutions de nitrate de plutonium en vue de déterminer la concentration du plutonium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit les précautions de base 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 solution de nitrate de plutonium purifié en fin de procédé, exempt de produits organiques et de particules en suspension, et que ces échantillons restent représentatifs jusqu'à leur utilisation.

NOTE — Lorsque la présente Norme internationale est appliquée, on peut démontrer que la différence entre la concentration du plutonium des échantillons prélevés dans le lot, et la concentration moyenne du plutonium de la solution, est inférieure à 0,2 %.

2 Argumentation

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Les unités de retraitement du plutonium varient, tant dans leurs conceptions, leurs procédés que leurs installations. C'est pourquoi on ne peut pas établir des procédures normalisées pour l'échantillonnage des cuves de stockage du nitrate de plutonium. Cependant, il est fondamental que les échantillons soient représentatifs du contenu de la cuve pour que les mesures sur le plutonium soient exactes.

Les propriétés physiques et chimiques des solutions de nitrate de plutonium amènent de nombreux facteurs qui peuvent empêcher que l'échantillon soit représentatif, par exemple:

- a) le stockage dans les cuves équipées de protections contre les rayonnements, avec, par conséquent, de longues lignes de prises d'échantillons;
- b) le stockage dans des cuves à géométrie complexe destinées au contrôle de criticité, avec, par conséquent, la nécessité d'un brassage prolongé pour éviter des zones stagnantes;
- c) des masses volumiques et viscosités élevées, en particulier à des concentrations en plutonium importantes, ce qui impose un brassage prolongé pour éviter des différences de masse volumique significatives à l'intérieur d'une même cuve;
- d) la présence possible d'une seconde phase, que ce soit des précipités de plutonium ou des phases organiques, ce qui rendrait en général impossible un échantillonnage tout à fait représentatif;
- e) la tendance du nitrate de plutonium(IV) à s'hydrolyser et à se polymériser dans des conditions de faible acidité, fortes concentrations et températures élevées;
- f) des dégagements importants de gaz de radiolyse, en particulier pour des teneurs importantes en plutonium-238 ou plutonium(VI), ce qui conduit à la formation de mélanges gazeux sous pression et au risque de mesures de volume incorrectes;
- g) des vitesses d'évaporation élevées dues à la fois à l'échauffement et à la radiolyse de la solution, surtout si le brassage est fait par bullage;
- h) des températures supérieures à la température ambiante, qui conduisent à une dilatation sous l'effet de la chaleur de la solution et de la cuve, et au risque de mesures de volume incorrectes.

Bien des problèmes évoqués ci-dessus peuvent être évités ou maîtrisés au stade de la conception de l'installation. Toutefois, il est essentiel que pour chaque cuve, des procédures de brassage et d'échantillonnage soient établies et que l'on vérifie expérimentalement qu'elles donnent bien des échantillons représentatifs. Après toute modification de l'installation, ces procédures de brassage et d'échantillonnage doivent être validées à nouveau. Enfin, la cuve doit être équipée de moyens précis de mesure de la quantité totale de solution présente ou transférée au moment de l'échantillonnage.

De même, les échantillons prélevés doivent être manipulés et stockés de telle sorte que les déterminations analytiques ultérieures puissent être reliées de façon sûre au contenu de la cuve au moment de l'échantillonnage. Les solutions de nitrate de plutonium sont soumises à des changements de concentration durant leur stockage à cause de vitesses d'évaporation anormalement élevées et de dégagements importants de gaz de radiolyse. Les techniques de manipulation et de stockage préconisées sont conçues de manière à réduire au minimum tout changement susceptible d'intervenir entre l'échantillonnage et l'analyse, ou au moins de manière à permettre une correction adaptée pour des changements inévitables survenus pendant le stockage.

Cependant, même avec de telles procédures, il convient de se souvenir que la stabilité de l'échantillon dépend beaucoup du matériau du conteneur. Si l'on utilise des matériaux non poreux pour les conteneurs, ils doivent résister à la pression des gaz de radiolyse. Des matériaux plus poreux permettent aux gaz ainsi qu'à la vapeur d'eau de diffuser à l'extérieur. Le matériau du conteneur doit également résister à la corrosion par la solution acide de plutonium. L'obturation doit empêcher toute perte de plutonium, à la fois pendant le stockage et au moment où le conteneur est ouvert.

3 Brassage et décantation dans la cuve

Les recommandations suivantes sont édictées dans le but de réduire au minimum les erreurs d'échantillonnage systématiques et aléatoires.

3.1 La solution de nitrate de plutonium doit être soigneusement homogénéisée de manière que ses caractéristiques isotopiques, physiques et chimiques soient uniformes.

Pour parvenir à ce résultat, une procédure de brassage qualifiée doit être définie pour chaque installation. La durée et les conditions de brassage doivent prendre en compte certains effets dus :

- a) à la géométrie de la cuve, y compris la possibilité que certains endroits de la cuve ne soient pas bien brassés sous certaines conditions;
- b) à des différences de température et/ou de masse volumique entre différents endroits de la cuve;
- c) aux mécanismes d'homogénéisation utilisés (tels que l'agitation mécanique, le bullage ou la recirculation).

3.2 Le contenu de la cuve doit être exempt de phase organique ou de solides, précipités ou non dissous. S'il subsiste de la phase organique ou si des solides en suspension sont présents à une concentration supérieure à $0,01 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$, le contenu de la cuve doit être filtré ou centrifugé avant l'échantillonnage.

3.3 La concentration en plutonium doit être telle qu'elle reste bien dans les limites de solubilité pour les gammes de concentration en acide nitrique libre et de températures de fonctionnement de la cuve. En général, pour une concentration en acide nitrique libre de $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ et une température de $20 \text{ }^\circ\text{C}$, des concentrations de l'ordre de $300 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ sont acceptables.

3.4 Autant que possible, on doit utiliser des lignes de prises d'échantillons courtes et directes et de petit diamètre. Le système d'échantillonnage doit avoir des effets négligeables sur la concentration des solutions (par exemple, effets dus à l'évaporation ou à une contamination croisée provenant du précédent contenu de la cuve).

3.5 Avant de démarrer l'échantillonnage, les lignes de prises d'échantillons doivent être rincées avec la solution que l'on prélève. Afin d'éviter toute contamination croisée, le premier échantillon recueilli doit être écarté.

3.6 Les échantillons doivent être prélevés soit pendant la recirculation de la solution, soit pendant son transfert vers une autre cuve.

3.7 Les conteneurs de prises d'échantillons doivent être parfaitement secs. Le volume de chaque prise d'échantillons doit être supérieur à la moitié du volume du conteneur. Plusieurs échantillons doivent être prélevés, si possible en différents points de la cuve et à des intervalles de temps les plus réduits possibles entre les prises

d'échantillon. Il est recommandé d'analyser la teneur en plutonium de chaque échantillon et de noter la date d'échantillonnage de chaque échantillon.

3.8 Par routine, avec une procédure de brassage et d'échantillonnage qualifiée, les mesures de masse volumique peuvent être utilisées comme indicateurs de l'homogénéité. La masse volumique de la solution de nitrate de plutonium doit être sensiblement différente de celle de toute solution susceptible d'être utilisée comme diluant ultérieurement (voir l'ISO 11597¹).

La masse volumique de chaque échantillon doit être mesurée de préférence dans les 30 min qui suivent le prélèvement et les différences de masse volumique comparées grâce à un test d'homogénéité. Lorsque les conditions d'homogénéité sont satisfaites, les échantillons individuels pourront être regroupés et la teneur en plutonium déterminée dans le mélange.

3.9 Le volume total de solution contenue dans la cuve doit être mesuré au moment de la prise d'échantillons, avec une précision comparable à celle que l'on obtiendra pour les analyses de plutonium ultérieures.

4 Stockage des échantillons

Les modes opératoires suivants sont proposés dans le but de s'assurer que la concentration de l'échantillon au moment de l'analyse correspond bien à celle de l'échantillon au moment du prélèvement.

4.1 Étiqueter clairement les échantillons pour une identification sans équivoque.

4.2 Introduire les échantillons de solution de nitrate de plutonium dans les conteneurs adéquats propres, secs et étanches. Il est recommandé d'introduire 5 ml à 10 ml de solution de nitrate de plutonium dans un conteneur de 15 ml (suivre les mêmes proportions pour des conteneurs de volume supérieur), car cela semble le meilleur compromis entre l'effet de l'évaporation et la pressurisation du conteneur par les gaz de radiolyse.

4.3 Chaque fois que possible, stocker et manipuler les conteneurs à température ambiante et en position verticale, sans mouiller le col du conteneur pour éviter un effet de condensation près du bouchon et de concentration de l'échantillon.

ISO 12803:1997

4.4 Refermer les conteneurs immédiatement, après les avoir remplis ou après avoir prélevé une aliquote. Faire attention à la pression due aux gaz de radiolyse lorsqu'on enlève le bouchon du conteneur.

4.5 Terminer l'analyse de l'échantillon dans les 48 h ou alors utiliser l'une des techniques décrites en 4.6, 4.7, 4.8 dès le prélèvement.

4.6 Correction de pesée:

- a) Utiliser des conteneurs dont on est sûr que la tare est constante à mieux que 0,001 g dans des conditions de stockage à long terme dans une boîte à gants.
- b) Après l'avoir étiqueté, peser le conteneur vide et son bouchon jusqu'à masse constante et noter la masse w_1 .
- c) Peser le conteneur rempli de solution et le bouchon; noter la masse w_2 .
- d) Manipuler et stocker le conteneur de telle manière qu'il reste propre, sec, exempt de poussières, et que la solution n'humidifie pas le col; vérifier régulièrement que le bouchon est bien mis.
- e) Juste avant l'utilisation, ôter et remettre le bouchon pour permettre aux gaz de s'échapper, et peser l'ensemble conteneur plus échantillon et bouchon; noter la masse w_3 .
- f) Utiliser une partie de l'échantillon pour les analyses dans les 48 h après la pesée de la masse w_3 . Calculer la concentration réelle y à partir de la concentration mesurée x en utilisant l'expression:

$$y = \frac{w_3 - w_1}{w_2 - w_1} x$$

1) ISO 11597:1995, *Qualification d'échantillons de solutions de nitrate d'uranyle ou de plutonium par mesure de la masse volumique*.

- g) L'analyse basée sur cette technique de stockage devient moins fiable si les conditions et les délais de stockage ne satisfont pas à la condition suivante: la variation de masse pendant le stockage doit être inférieure à 1 % de la masse de l'échantillon c'est-à-dire:

$$(w_2 - w_3) < 0,01 (w_2 - w_1)$$

4.7 Technique d'aliqotes prépesées:

- a) Dans les 48 h après prélèvement des échantillons, peser le nombre requis d'aliqotes de tailles appropriées dans des conteneurs individuels et munis d'un bouchon étanche. Noter la masse de chaque aliqote. Vérifier que chaque conteneur est bien étiqueté.
- b) Sceller les conteneurs et les stocker en position verticale dans des conditions telles qu'ils restent propres, secs et exempts de poussières.
- c) Pour l'analyse, ouvrir le conteneur et transférer quantitativement son contenu dans l'appareil d'analyse. Rincer le conteneur et son bouchon avec de l'acide dilué et ajouter cet effluent à l'échantillon dans l'appareil. Le volume, la molarité et le type de l'acide utilisé devront être compatibles avec la technique analytique choisie.
- d) Il n'y a pas de limite de durée pour cette technique de stockage. Néanmoins les conteneurs et les conditions de stockage doivent être choisis de telle manière que les gaz de radiolyse ne fassent pas éclater le conteneur, que l'aliqote reste en solution et que l'intégralité de l'aliqote soit récupérée pour l'analyse, sans risque d'une contamination extérieure lors du rinçage.

4.8 Technique de dilution de l'échantillon:

On peut améliorer la stabilité d'échantillons concentrés en les diluant à $\sim 20 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ de plutonium avant le stockage, en utilisant des techniques de dilution par pesée.

- 4.9 Sur des échantillons stockés plus de quatre mois, on calcule la correction due à la décroissance du plutonium-241.

5 Vérification

Comme les installations diffèrent sur des détails, il faut valider les procédures de brassage et d'échantillonnage avant de les mettre en œuvre. Toute modification ultérieure de l'installation ou d'une opération peut être considérée comme une source possible d'erreur.

De même, les conditions de stockage varient d'un laboratoire à l'autre. L'adéquation des conditions de stockage proposées ici doit être vérifiée avant l'utilisation. Des changements ultérieurs des techniques de laboratoire, des matériaux des conteneurs, de la concentration ou de la composition isotopique du plutonium doivent être considérés comme des sources possibles d'erreurs.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12803:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc24866-e30d-42bd-b370-f245e8669a99/iso-12803-1997>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12803:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc24866-e30d-42bd-b370-f245e8669a99/iso-12803-1997>

ICS 27.120.30

Descripteurs: énergie nucléaire, combustible nucléaire, matière fissile, nitrate, dosage, plutonium, échantillonnage.

Prix basé sur 4 pages
