

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
12184

Première édition  
1994-08-15

---

---

**Détermination de la solubilité dans l'acide  
nitrique du plutonium des pastilles  
(U,Pu)O<sub>2</sub> de combustibles d'oxydes mixtes  
non irradiés**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Determination of solubility in nitric acid of plutonium in unirradiated mixed  
oxide fuel pellets (U,Pu)O<sub>2</sub>*

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae48cebf-6614-490f-b44f-  
2f5c4b083ed0/iso-12184-1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae48cebf-6614-490f-b44f-2f5c4b083ed0/iso-12184-1994)

NORME

ISO



Numéro de référence  
ISO 12184:1994(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 12184 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*.

[ISO 12184:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae48ceb6f-6614-490f-b44f-2f5c4b083ed0/iso-12184-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae48ceb6f-6614-490f-b44f-2f5c4b083ed0/iso-12184-1994>

© ISO 1994

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

# Détermination de la solubilité dans l'acide nitrique du plutonium des pastilles (U,Pu)O<sub>2</sub> de combustibles d'oxydes mixtes non irradiés

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'analyse pour la détermination de la solubilité de pastilles entières de combustibles d'oxydes mixtes (combustibles de réacteurs à eau légère) en milieu acide nitrique. Les résultats fourniront des informations sur l'aptitude à la dissolution des pastilles irradiées suivant les conditions de retraitement industriel.

## 2 Principe

Un nombre déterminé de pastilles d'oxydes mixtes de teneur en plutonium et de masse connues sont dissoutes dans de l'acide nitrique à ébullition suivant des paramètres définis: concentration initiale de l'acide nitrique, concentration finale de U, Pu, et temps de dissolution. Le résidu insoluble est ensuite dissous dans un mélange d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique à ébullition. Le plutonium contenu dans cette solution est dosé par une méthode analytique adaptée. La solubilité est exprimée par le rapport de la quantité de plutonium dissous dans l'acide nitrique à la quantité de plutonium contenu dans la prise d'essai de l'échantillon.

## 3 Interférences

L'installation de dissolution (5.2) et les réactifs de dissolution ne doivent pas contenir de fluorures, qui peuvent causer un accroissement de la solubilité de la pastille dans l'acide nitrique. La méthode d'analyse pour le dosage du plutonium doit être choisie afin d'éviter les interférences qui peuvent causer une er-

reur par défaut. Une telle méthode doit avoir été qualifiée pour des solutions similaires. Ce pourrait être la méthode prescrite dans l'ISO 9463<sup>1)</sup>.

## 4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique et de l'eau distillée ou déminéralisée, ou de l'eau de pureté équivalente. Préparer les réactifs suivant les règles de sécurité en vigueur au laboratoire.

### 4.1 Acide nitrique concentré, $\rho \geq 1,40$ g/ml.

**4.2 Acide nitrique**, solution  
[ $c(\text{HNO}_3) = 5,5$  mol/l].

**4.3 Acide nitrique**, solution  
[ $c(\text{HNO}_3) = 0,5$  mol/l].

### 4.4 Acide fluorhydrique concentré, $\rho = 1,13$ g/ml.

**4.5 Mélange d'acide nitrique**, solution  
[ $c(\text{HNO}_3) = 14,4$  mol/l] et d'**acide fluorhydrique**, solution [  $c(\text{HF}) = 0,05$  mol/l].

**4.6 Hydroxyde de sodium**, solution  
 $c(\text{NaOH}) = 2$  mol/l (en option).

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et:

**5.1 Balance analytique**, avec une précision de 0,1 mg.

1) ISO 9463:1990, *Solutions nitriques d'entrée des usines de retraitement — Dosage spectrophotométrique du plutonium après oxydation en plutonium(VI)*.

**5.2 Ensemble de dissolution**, comprenant un flacon de dissolution (en Pyrex ou en polytétrafluoroéthylène), un élément de chauffage, un condenseur à reflux, un capillaire d'arrivée de gaz (en option) et un flacon-laveur (en option).

**5.3 Deuxième ensemble de dissolution** (en polytétrafluoroéthylène), pour la dissolution dans un mélange d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique.

**5.4 Appareil de filtration sous vide**, comportant un entonnoir à plaque filtrante et un filtre résistant à l'acide et de pores inférieurs à 1 µm (par exemple Millipore 1 µm).

## 6 Échantillonnage

La taille de l'échantillon doit être suffisamment importante pour être représentative du lot. Seules des pastilles entières et non endommagées doivent constituer l'échantillon. La taille minimale de l'échantillon doit être choisie en fonction de la composition des pastilles et de la limite de détection en laboratoire, afin de pouvoir détecter un taux de résidu de 10 g de Pu par tonne de métal.

La taille minimale de l'échantillon doit être de 45 g si la fraction massique du plutonium

$$W_{Pu} = \frac{m_{Pu}}{m_U + m_{Pu}}$$

est inférieure à 5 %, où  $m_{Pu}$  et  $m_U$  sont respectivement les masses de plutonium et d'uranium dans l'échantillon.

La taille minimale de l'échantillon doit être de 25 g quand  $W_{Pu}$  est comprise entre 5 % et 10 %.

Voir 8.2 au sujet de l'influence de la taille de l'échantillon sur la répétabilité.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de l'échantillon

Peser les pastilles et les transférer quantitativement dans le flacon de dissolution (5.2). Afin d'obtenir une concentration en métal lourd de 1 mol/l, le volume total  $V$ , en litres, de la solution d'acide nitrique (4.2) à utiliser, est calculé de la façon suivante:

$$V = \frac{m}{cM}$$

où

$m$  est la somme des masses d'uranium et de plutonium dans l'échantillon, en grammes;

$M$  est la masse atomique moyenne des métaux, en grammes par mole;

$c$  est la concentration, en moles par litre, des métaux uranium et plutonium dans la solution ( $c = 1 \text{ mol/l}$ ).

### 7.2 Procédure de dissolution

Ajouter le volume calculé de la solution d'acide nitrique (4.2) dans le flacon contenant les pastilles. Porter le contenu du flacon à ébullition sous reflux pendant 6 h, l'ébullition devant être atteinte en moins de 30 min. Le refroidissement de la solution à 50 °C doit également se faire en moins de 30 min. Afin de diminuer le temps de refroidissement, de l'air comprimé peut être injecté dans la solution. Les vapeurs nitreuses qui se dégagent peuvent être piégées dans un flacon laveur contenant de la solution d'hydroxyde de sodium (4.6).

### 7.3 Traitement des insolubles

Transférer quantitativement la solution et le résidu de dissolution dans l'appareil de filtration sous vide et filtrer la solution. Rincer soigneusement le résidu obtenu sur le filtre avec de la solution d'acide nitrique (4.3).

Si après filtration des fragments de pastilles sont observés sur le filtre, répéter l'essai comme décrit en 7.5. Utiliser un filtre taré si on veut peser le résidu.

Introduire le filtre et le résidu dans un flacon de dissolution (5.3) et ajouter de la solution du mélange d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique (25 ml au moins) (4.5). Chauffer à ébullition sous reflux jusqu'à ce que le résidu soit complètement dissous. Si, au bout de 2 h, il reste un résidu, ajouter 5 ml de solution d'acide fluorhydrique [ $c(\text{HF}) = 0,05 \text{ mol/l}$ ] et continuer la dissolution. Si après 2 h d'attaque, on constate qu'il subsiste un résidu, filtrer la solution et mettre en œuvre une méthode appropriée (par exemple l'autoradiographie alpha), afin de vérifier que ce résidu ne contient pas de plutonium. Dans le cas contraire, refaire l'essai.

### 7.4 Détermination du plutonium

Ajouter un volume de la solution issue du traitement des insolubles. Prélever des aliquotes de cette solution pour l'analyse de leur teneur en plutonium par une méthode adaptée. Cette méthode d'analyse de-

va avoir une incertitude de 10 % ou mieux, même en présence d'un niveau élevé d'impuretés contenues dans le matériau dissous. La méthode décrite dans l'ISO 9463 est utilisable. D'autres méthodes peuvent être utilisées, à condition qu'elles aient été préalablement qualifiées sur des échantillons représentatifs.

## 7.5 Procédure pour essai supplémentaire

Si des fragments de pastilles sont obtenus sur le filtre après dissolution dans l'acide nitrique et filtration, effectuer un nouvel essai sur un nouvel échantillon. Pour l'essai supplémentaire, la durée de l'essai (jusqu'à 18 h), la concentration de l'acide nitrique (inférieure à 10 mol/l et la concentration en (U + Pu) (supérieure à 0,9 mol/l) doivent être définies avant d'effectuer l'essai. Les renseignements relatifs à chaque essai supplémentaire doivent être notés, de même que les résultats obtenus.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Mode de calcul

Le taux de solubilité,  $L$ , du plutonium, exprimé en pourcentage en fraction massique, peut être calculé par la formule suivante:

$$L = \left( 1 - \frac{m_2}{m_1 W_1} \right) \times 100$$

où

- $m_1$  est la masse de l'échantillon, en grammes;
- $m_2$  est la masse du plutonium dans les insolubles, en grammes;
- $W_1$  est la fraction massique du plutonium contenu dans l'échantillon.

### 8.2 Répétabilité

La répétabilité des résultats dépend de la fraction massique du plutonium,  $W_{Pu}$ , et de la taille de l'échantillon. Si l'échantillon a une fraction massique du plutonium supérieure à 5 % et une masse de 25 g, l'écart-type de répétabilité est inférieur à 0,1 %.

Si la fraction massique du plutonium est inférieure à 5 %, il faut un échantillon de masse minimale de 45 g pour que l'écart-type de répétabilité soit inférieur à 0,1 %. Afin d'éviter de gaspiller les échantillons, on peut réduire leur masse jusqu'à 18 g à 22 g, même avec une fraction massique du plutonium inférieure à 5 %. Dans ce cas l'écart-type de répétabilité sera voisin de 0,2 %.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

- la date et le lieu de l'essai;
- l'identification de l'échantillon;
- la référence de la méthode d'analyse utilisée;
- le mode de calcul des résultats, y compris le temps d'ébullition;
- les résultats avec leurs unités;
- toute observation inhabituelle durant l'essai;
- toute opération considérée comme facultative.

Page blanche

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

ISO 12184:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae48cebf-6614-490f-b44f-2f5c4b083ed0/iso-12184-1994>

Page blanche

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

ISO 12184:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae48cebf-6614-490f-b44f-2f5c4b083ed0/iso-12184-1994>

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

ISO 12184:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae48cebf-6614-490f-b44f-2f5c4b083ed0/iso-12184-1994>

---

---

**ICS 27.120.30**

**Descripteurs:** énergie nucléaire, combustible nucléaire, matière fissile, matière granulée, pastille de combustible, plutonium, essai, détermination, solubilité.

Prix basé sur 3 pages

---

---