
**Technologie du combustible nucléaire —
Dosage du plutonium par coulométrie à
potentiel imposé**

*Nuclear fuel technology — Controlled-potential coulometric assay of
plutonium*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12183:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/975c7d44-824f-411d-a2ae-dfb0e8d6e661/iso-12183-2005>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12183:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/975c7d44-824f-411d-a2ae-dfb0e8d6e661/iso-12183-2005>

© ISO 2005

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	2
6 Mise en œuvre	7
6.1 Mesure de plutonium	7
6.2 Analyse d'échantillons successifs	12
7 Expression des résultats	12
7.1 Calcul du facteur d'étalonnage électrique	12
7.2 Calcul du blanc	13
7.3 Fraction de plutonium électrolysé	14
7.4 Plutonium contenu	14
7.5 Contrôle qualité	15
8 Caractéristiques de la méthode	15
8.1 Répétitivité	15
8.2 Intervalle de confiance	15
8.3 Temps d'analyse	15
9 Interférences	15
10 Variantes et optimisation de la procédure	18
10.1 Mesures pour comptabilité	18
10.2 Mesures de contrôle de procédé	19
10.3 Conception de la cellule de mesure	19
10.4 Options pour les électrolyte et électrode	19
10.5 Taille de l'échantillon d'essai	20
10.6 Corrections de courants de fond	20
10.7 Correction du fer	21
10.8 Ajustement du potentiel de contrôle	21
Annexe A (normative) Purification par séparation par échange anionique	23
Annexe B (normative) Détermination du potentiel formel, E_0	25
Bibliographie	26

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 12183 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 12183:1995) qui a fait l'objet d'une révision technique

[ISO 12183:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/975c7d44-824f-411d-a2ae-dfb0e8d6e661/iso-12183-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/975c7d44-824f-411d-a2ae-dfb0e8d6e661/iso-12183-2005>

Technologie du combustible nucléaire — Dosage du plutonium par coulométrie à potentiel imposé

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode analytique pour le dosage électrochimique de plutonium pur dans des solutions nitriques de qualité nucléaire, avec une incertitude totale de 0,1 % à 0,2 % sous un intervalle de confiance de 0,95 pour une simple détermination. La méthode est adaptée aux solutions aqueuses contenant plus de 0,5 g/l de plutonium et des échantillons contenant entre 4 mg et 15 mg de plutonium. L'application de cette technique aux solutions contenant moins de 0,5 g/l et d'échantillons contenant moins de 4 mg de plutonium doit être démontrée par l'utilisateur comme ayant une fiabilité adéquate pour ces applications spécifiques.

Une purification préalable par échange anionique est nécessaire pour éliminer les substances interférentes présentes en quantités significatives. La purification est aussi nécessaire dans les situations où la pureté de l'échantillon n'est pas connue ou quand elle peut fluctuer de façon imprévisible dans le procédé de fabrication. L'Article 9 traite des interférences et de la correction du fer.

L'Article 10 traite des changements dans l'application de la méthode et de la méthodologie qui peut être appliquée et des considérations importantes pour sélectionner les paramètres de mesure, tout en restant à l'intérieur du domaine d'application de la présente Norme internationale.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/975c7d44-824f-411d-a2ae-dfb0e8d6e661/iso-12183-2005>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/975c7d44-824f-411d-a2ae-dfb0e8d6e661/iso-12183-2005>

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 10980:1995, *Vérification du titre des solutions de référence utilisées pour la mesure des concentrations*

3 Principe

La méthode comprend les étapes suivantes:

- les échantillons sont préparés par pesée et portés à sec en présence d'acide sulfurique pour obtenir une forme solide et stable chimiquement, exempte de chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, hydroxylamine et de composés organiques volatils;
- si nécessaire, une purification préalable par échange ionique avec mise à sec dans de l'acide sulfurique pour revenir à la forme chimique sèche de sulfate de plutonium prête pour la mesure;
- mesurer un blanc de l'électrolyte à base d'acide nitrique et réaliser les calculs appropriés pour déterminer la correction de courant de fond à appliquer à l'électrolyse de l'échantillon d'essai due au courant de charge, faradique et résiduel [1];
- dissolution du résidu dans l'électrolyte préalablement mesuré (le blanc);

- réduction à potentiel contrôlé qui électrolyse le plutonium à plus de 99,8 % en Pu³⁺ et mesure du potentiel de la solution à l'équilibre à la fin de l'électrolyse par ajustement du potentiel de contrôle [2];
- oxydation à potentiel contrôlé qui électrolyse le plutonium à plus de 99,8 % en Pu⁴⁺ et mesure du potentiel de la solution à l'équilibre à la fin de l'électrolyse par ajustement du potentiel de contrôle;
- périodiquement, le potentiel formel du couple plutonium, E_0 , est mesuré pour un électrolyte, des composants de cellule et une conception spécifiques;
- le résultat est corrigé du courant de base et de la fraction du plutonium qui n'est pas électrolysé;
- l'étalonnage du coulomètre, rattaché aux références électriques par la loi d'Ohm et la constante de Faraday, est utilisé pour convertir les coulombs du courant intégré de l'électrolyse en équivalents plutonium;
- des étalons plutonium de contrôle qualité sont utilisés pour démontrer de façon indépendante la qualité des mesurages.

4 Réactifs

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue.

Toutes les solutions aqueuses doivent être préparées avec de l'eau bidistillée ou désionisée ayant une résistivité supérieure à 10 M Ω ·cm.

4.1 **Solution d'acide nitrique**, $c(\text{HNO}_3) = 0,9$ mol/l.

4.2 **Solution d'acide amidosulfurique**, $c(\text{NH}_2\text{HSO}_3) = 1,5$ mol/l.

4.3 **Solution d'acide sulfurique**, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 3$ mol/l.

4.4 **Argon ou azote pur**, teneur en oxygène inférieure à 10 ppm.

4.5 **Air pur**, exempt de tous composés organiques.

5 Appareillage

Équipement courant de laboratoire de radiochimie de moyenne activité, adapté au travail avec du plutonium.

5.1 **Balance analytique**, capable de peser après installation en milieu confiné avec une précision d'au moins 0,1 mg. (La taille de l'échantillon doit être supérieure au minimum de 1 g, si la précision, après installation, n'atteint pas le critère de 0,1 mg.)

5.2 **Burette à peser**, en verre ou en matière plastique, le choix du matériau n'est pas critique à condition qu'il assure une tare stable et ne soit pas sujet à l'électricité statique.

5.3 **Équipement pour évaporation de l'échantillon dans la cellule coulométrique**, comprenant les éléments suivants:

- un chauffage radiant par-dessus ou une plaque chauffante avec réglage de température;
- une alimentation d'air avec un tube d'alimentation dirigé vers la surface du liquide peut être utilisée afin d'obtenir une vitesse d'évaporation optimale et diminuer les vapeurs acides;

- des caractéristiques additionnelles pour contrôler les vapeurs acides, incluant le piégeage des vapeurs et leur neutralisation localement peuvent être utiles selon l'installation et les nécessités.

L'appareil d'évaporation/mise à sec doit être réglé pour permettre à la fois une évaporation rapide et bien contrôlée, suivie d'une mise à sec de l'échantillon de sulfate de plutonium. L'appareil doit empêcher la perte mécanique de la solution d'échantillon par ébullition et éclaboussures pendant le processus et la contamination par des produits chimiques qui peuvent être utilisés pour neutraliser les vapeurs acides.

L'équipement de la Figure 1 est adapté.

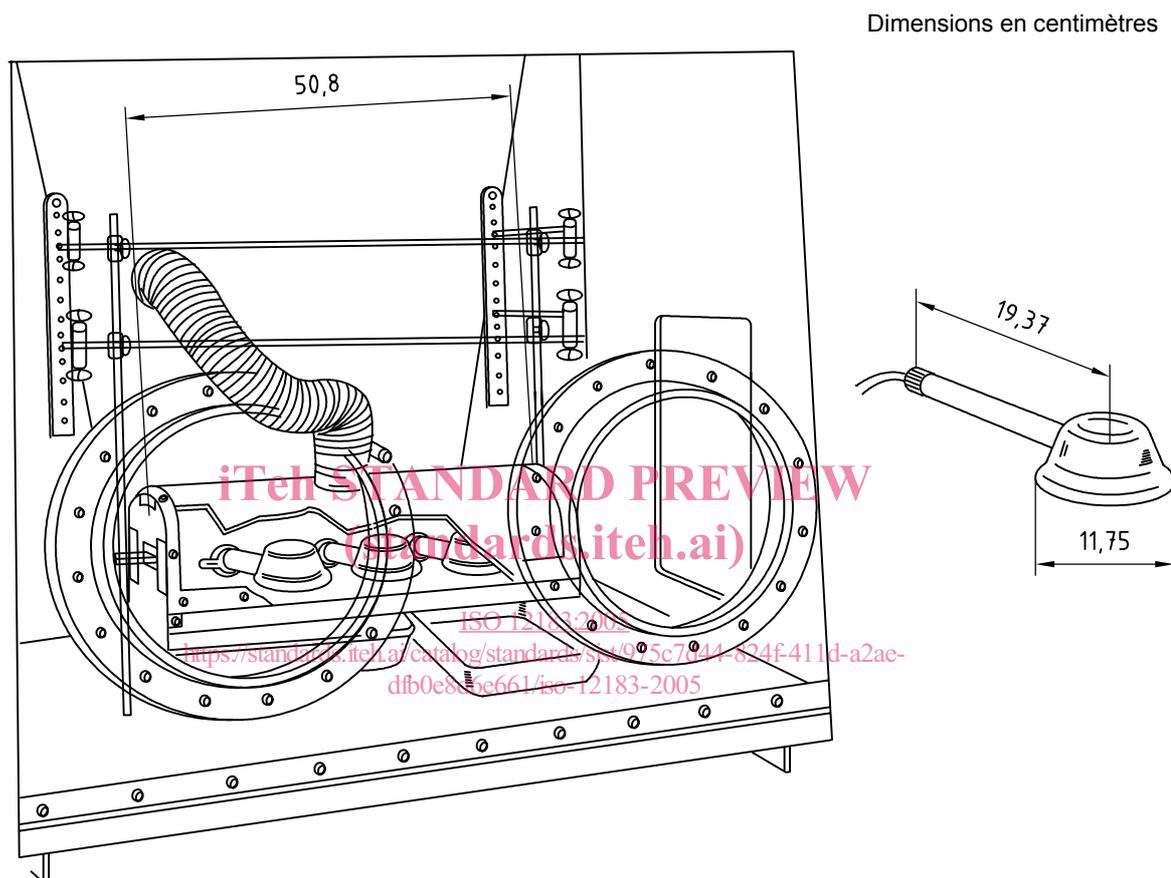


Figure 1 — Système d'évaporation d'échantillon

5.4 Coulomètre à potentiel imposé

Le matériel présenté à la Figure 2 est adapté.

5.4.1 Ensemble de cellule de coulomètre, comprenant les éléments suivants:

- un agitateur motorisé avec une fréquence de rotation supérieure à $1\,000\text{ min}^{-1}$.

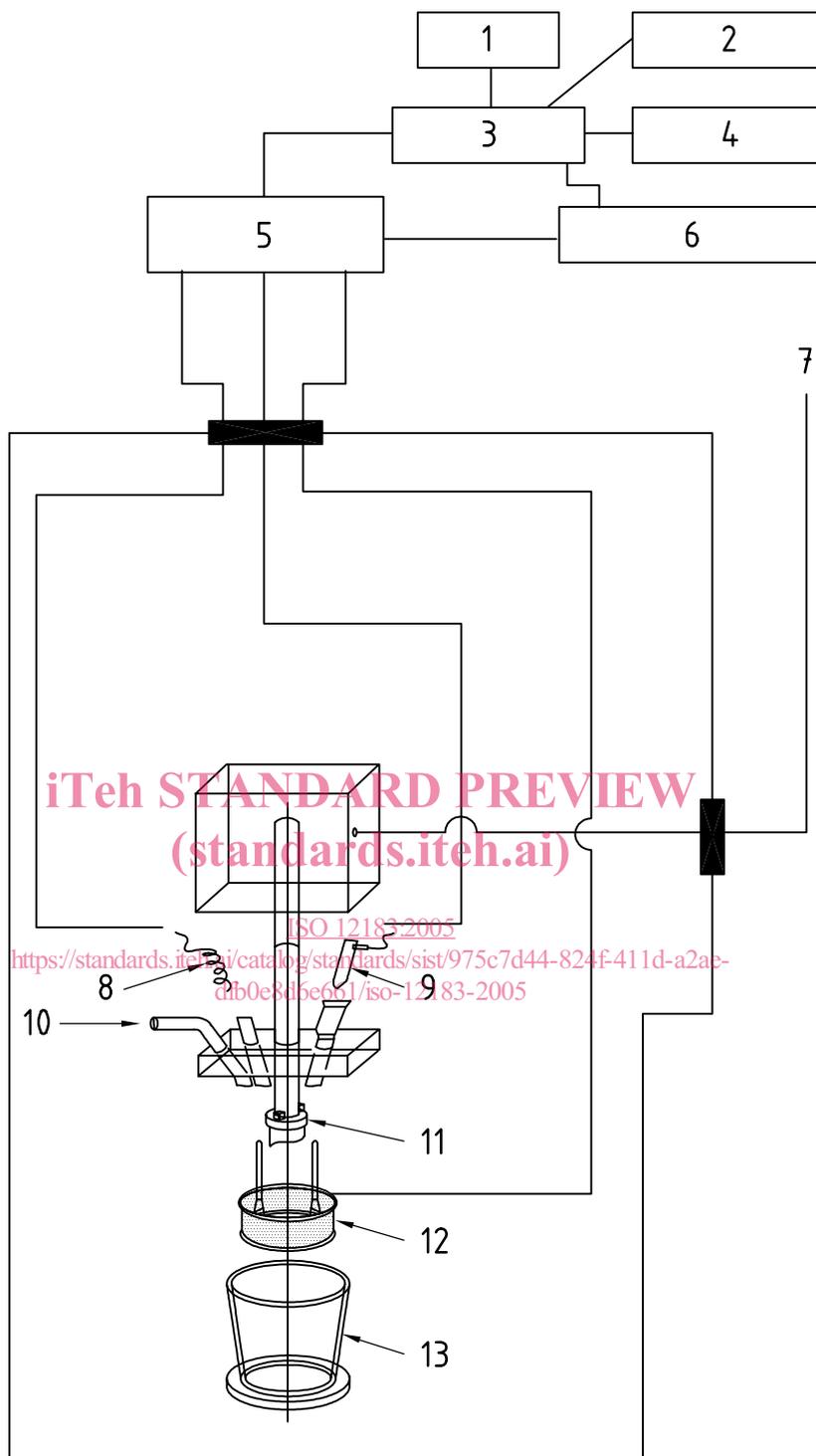
NOTE Des moteurs à vitesse ajustable permettent une optimisation de la conception des cellules individuelles. Les moteurs d'agitateur alimentés par des courants continus isolés ont l'avantage de réduire le bruit électrique qui est superposé au blanc et au courant d'électrolyse de l'échantillon envoyé à l'intégrateur.

- une cellule coulométrique en verre cylindrique ou effilée de 50 ml de capacité, ou moins, avec un joint torique et un couvercle adapté pour les équipements internes suivants:
 - un tube d'injection de gaz inerte pour éliminer l'oxygène atmosphérique;

- un agitateur inerte chimiquement, conçu pour éviter les éclaboussures, placé au centre, et connecté à son moteur;
- une électrode de travail faite d'or (99,99 %) et comprenant un fil d'or soudé ou usiné à un cadre cylindrique de fil d'or, 15 mm de haut et 20 mm de diamètre, autour duquel est soudée ou usinée une très fine toile d'or, la toile d'or peut être en plusieurs couches (par exemple 4 couches);
- un tube de verre plongeant avec à son extrémité basse un disque fritté de 2,5 mm de diamètre (taille de pore < 0,01 µm), rempli d'acide nitrique (4.1) et l'extrémité placée dans l'anneau de l'électrode de travail;
- une électrode de référence, électrode au calomel saturé (ECS), ou autres électrodes de référence comme décrit en 10.3, logée dans le tube de verre;
- un autre tube de verre, similaire au premier, rempli aussi d'acide nitrique (4.1), et monté dans l'anneau de l'électrode de travail;
- une électrode auxiliaire comprenant un fil de platine, de 0,5 mm à 3,0 mm de diamètre, logée dans le tube de verre.

Le diamètre du tube de verre et du disque fritté utilisé pour loger l'électrode auxiliaire peut être plus grand que celui du tube utilisé pour l'électrode de référence. Le débit de la solution à travers l'ensemble des disques frittés doit être inférieur à 0,05 ml/h.

- a) Un thermocouple pour mesurer la température de la solution d'échantillon est optionnel. S'il n'est pas possible de mesurer la température de la solution soit pendant soit immédiatement après l'analyse, alors un thermomètre à l'intérieur de la cellule de confinement peut être utilisé pour estimer la température de la solution à partir de la température de l'air ambiant. Une précision de $\pm 0,1$ °C est recommandée.
- b) Pour un contrôle optimal du potentiel, concevoir l'ensemble de la cellule afin de positionner les disques frittés des tubes de verre en respectant les exigences suivantes:
- la jonction de l'électrode de référence est entre 1 mm et 2 mm de l'électrode de travail;
 - la distance entre les disques des électrodes de référence et auxiliaire est inférieure ou égale à la distance entre le disque de l'électrode auxiliaire et le plus proche point de l'électrode de travail.
- c) Le trou de l'arbre de l'agitateur assure l'échappement des gaz. À l'exception du passage de l'agitateur, toutes les ouvertures doivent être relativement étanches aux gaz de façon que le débit de gaz inerte choisi soit suffisant pour dégazer rapidement l'oxygène dissous de l'électrolyte et de la solution d'échantillon et pour éviter une fuite d'oxygène atmosphérique. Pour faciliter l'opération et l'uniformité des performances, le tube d'injection du flux gazeux peut être conçu pour diriger tout ou partie du gaz inerte vers la solution de l'échantillon, de telle façon qu'une ride de 2 mm à 4 mm soit produite sur la solution d'échantillon sans provoquer d'éclaboussure. Pour les ensembles de cellule de conception optimisée et ajustée, le dégazage est réalisé en 5 min ou moins.



Légende

- | | | | |
|---|---|----|--|
| 1 | vidéo | 8 | électrode auxiliaire en tube du pont électrique rempli d'électrolyte |
| 2 | imprimante | 9 | électrode de référence en tube du pont électrique rempli d'électrolyte |
| 3 | ordinateur de contrôle | 10 | gaz inerte |
| 4 | clavier | 11 | agitateur |
| 5 | potentiostat et intégrateur | 12 | électrode de travail |
| 6 | voltmètre numérique | 13 | cellule |
| 7 | alimentation cc ou ca pour le moteur de l'agitateur | | |

Figure 2 — Schéma de l'ensemble de coulométrie

5.4.2 Unité de mesure, comprenant les éléments suivants [3, 4]:

- a) **un potentiostat** avec une étendue de potentiels adaptée pour les mesures du plutonium et avec les possibilités suivantes
- une grande puissance, courant minimal de sortie possible de 250 mA;
 - un circuit de contrôle de potentiel à réponse rapide, avec un temps de montée de zéro au potentiel contrôlé désiré de 1 ms et avec une tension de dépassement instantanée de 1 mV;
 - un amplificateur de contrôle avec une réjection de mode commun de 90 dB ou plus;
 - un ajustement de potentiel contrôlé, avec une résolution de pas de sortie de 0,001 V, ou moins;
 - un amplificateur suiveur de tension utilisé pour isoler l'électrode de référence (électromètre), avec une impédance d'entrée de $10^{11} \Omega$ minimale;
 - une capacité de détection pour le contrôle de toute la gamme des courants d'électrolyse, incluant une sensibilité de 0,5 μA à courant nul.

NOTE Ce mode opératoire suppose que le coulomètre a deux potentiomètres précis pour sélectionner les potentiels d'oxydation et de réduction, bien que cela ne soit pas impératif.

- b) **un intégrateur coulométrique**, pouvant être lu à $\pm 10 \mu\text{C}$ et capable d'intégrer des courants variant de 1 μA à 150 mA, (voir 6.1.4 pour les capacités de l'intégrateur et les besoins d'étalonnage).
- Le système de contrôle du potentiel ne doit pas dériver de plus de ± 1 mV et le système d'intégration ne doit pas dériver de plus de 0,005 % pendant les mesures courantes (entre les étalonnages électriques), sur toute la gamme de température à laquelle les circuits de contrôle de potentiel seront exposés. Il convient de placer le système dans une armoire ayant un contrôle de température adapté pour limiter la dérive électronique dans le domaine spécifié, si la température ambiante varie fortement.
 - Une horloge électronique, avec une précision supérieure à 0,002 % dans la gamme de temps choisie.
 - Un système de génération de courant constant, stable à 0,002 % dans la gamme de température à laquelle le circuit sera exposé. Ce système sera utilisé pour l'étalonnage électrique du circuit d'intégration du coulomètre, comme décrit en 6.1.4.
 - Il convient que le câble connectant le potentiostat à la cellule soit un triple conducteur, torsadé et blindé, de préférence avec un blindage relié à la masse du potentiostat. Des connecteurs en or sur la cellule sont recommandés pour éviter les problèmes de contact dus à la corrosion.

5.5 Voltmètre numérique, ayant une précision de $\pm 0,001$ % de la valeur de voltage lue dans la gamme allant de 0,5 V à 10 V, et de 0,01 % du voltage lu dans la gamme de 100 mV à 500 mV, avec une impédance d'entrée de $10^{10} \Omega$ ou plus. Cette précision est nécessaire pour l'étalonnage électrique, comme indiqué en 6.1.4.

5.6 Alimentation régulée, il convient d'équiper l'équipement avec une source de courant permanent délivrant une tension à ± 1 % du standard national, et disposant de caractéristiques de protection adaptées contre les pics.

6 Mise en œuvre

6.1 Mesure de plutonium

6.1.1 Pesée de l'échantillon d'essai, avec une précision de $\pm 0,01$ %.

L'échantillon d'essai peut être pesé après dépôt dans une cellule de coulométrie tarée et la masse apparente corrigée de la poussée de l'air en utilisant l'Équation (1).

En variante, l'échantillon d'essai peut être déposé par pesée dans la cellule du coulomètre, comme suit:

NOTE Un soin particulier doit être apporté pour éviter toute perte de microgouttes. Pendant la pesée de la burette de polyéthylène, le problème de l'électricité statique est éliminé en réalisant un contact entre le tube de distribution de goutte et une plaque de cuivre connectée à la terre ou par un montage équivalent.

Pour les échantillons d'essai ayant des concentrations supérieures à 15 g/l de plutonium, il convient que la solution subisse une dilution massique telle que toutes les masses soient supérieures à 1 g et que l'incertitude totale de pesée reste suffisamment petite.

- a) Remplir une burette à peser en polyéthylène avec la solution à analyser.
- b) Peser la burette à 0,1 mg près.
- c) Délivrer, goutte à goutte, au moins 1 ml de l'échantillon d'essai dans la cellule de coulométrie.
- d) Peser encore la burette à 0,1 mg près.
- e) La différence de masse donne la masse apparente, m_a , de l'échantillon d'essai dans la cellule.
- f) Corriger la masse apparente de l'échantillon d'essai de la poussée de l'air en utilisant l'Équation (1):

$$m_{\text{Réelle}} = m_a \times \frac{1 - (D_a/D_b)}{1 - (D_a/D_s)} \quad (1)$$

où

D_a est la masse volumique de l'air, qui est fonction de la température, de la pression et de l'humidité, mais pratiquement varie de 0,001 16 g/cm³ à 0,001 2 g/cm³;

D_b est la masse volumique de l'acier inoxydable des masses utilisées dans les balances analytiques modernes, 8,0 g/cm³;

D_s est la masse volumique de l'échantillon d'essai.

En plus de l'application de la correction de poussée de l'air à la masse de l'échantillon d'essai, il convient que la correction de poussée de l'air soit appliquée à toutes les mesures de masse (incluant toutes les mesures de masse des matières en vrac). Ces corrections sont nécessaires pour éliminer les erreurs systématiques qui peuvent excéder 0,1 % pour les solutions. La correction est plus faible pour les solides, mais peut être encore significative.

6.1.2 Préparation de l'échantillon d'essai

- a) Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.3) à la cellule coulométrique contenant l'échantillon d'essai.
- b) Placer la cellule contenant l'échantillon d'essai dans le système d'évaporation et évaporer le liquide de l'échantillon d'essai.

- c) Évaporer à une température suffisante pour former des fumées de SO_3 et continuer jusqu'à ce que les fumées de SO_3 ne soient plus visibles et qu'un résidu de sulfate de plutonium (précipité de couleur orange) soit formé. Ne pas faire bouillir la solution ou éclabousser, ce qui pourrait conduire à des pertes mécaniques de matière.

La couleur du sulfate de plutonium dépend du type de lumière utilisée dans le laboratoire. Sous éclairage fluorescent, le sulfate sec est rose corail. Des dégradations de sulfate de plutonium en oxyde de plutonium ne devraient pas apparaître, même après cuisson du résidu, à moins que des températures extrêmes n'aient été atteintes. La non-utilisation de réactifs de grande pureté, de résines échangeuses d'anions lavées exemptes de particules fines de résine, et un équipement de chauffage qui n'est pas correctement entretenu et propre peuvent produire des traces visibles noires dans la poudre sèche de sulfate. Ces résidus peuvent être pris par erreur pour de l'oxyde de plutonium et, suivant leur composition, peuvent interférer dans les mesurages ultérieurs.

- d) Laisser l'échantillon d'essai refroidir à la température de la salle.
- e) Si la présence de quantités significatives d'impuretés est suspectée, purifier le plutonium de l'échantillon d'essai par un procédé de purification adapté, puis répéter l'étape de mise à sec en milieu sulfurique détaillée dans le chapitre 6.1.2. La séparation par échange anionique présentée à l'Annexe A est un procédé efficace de purification.

6.1.3 Traitement préliminaire de l'électrode

Le conditionnement de l'électrode est critique et doit être répété régulièrement. Le laboratoire doit donc avoir la possibilité de réaliser des traitements agressifs de l'électrode. Les techniques suivantes peuvent être utilisées individuellement ou combinées entre elles, pour traiter les électrodes de travail et auxiliaire:

- les stocker dans l'acide nitrique 8 mol/l (recommandé comme pratique générale pour la nuit);
- trempage dans l'acide sulfurique concentré contenant 10 % d'acide fluorhydrique, suivi d'acide nitrique 8 mol/l;
- faire bouillir dans l'acide nitrique;
- trempage dans l'eau régale (limité à quelques minutes pour éviter des dommages sur l'électrode de travail);
- passer l'électrode auxiliaire en platine à la flamme jusqu'au rouge cerise ou blanc.

Le traitement de l'électrode peut être réalisé de façon préventive, au début et/ou à la fin de la journée de l'utilisation de l'électrode. Alternativement, un traitement peut être fait chaque fois que nécessaire, en particulier en cas de difficulté à obtenir une performance optimale de l'électrode quand on mesure le blanc ou l'échantillon d'essai. Les niveaux de courant de fond habituels devraient être relativement constants pour une installation donnée et sont normalement utilisés comme indicateurs de la performance désirée.

Chaque jour, ou plus si souhaité, avant de réaliser une mesure de blanc, d'autres conditionnement des électrodes sont réalisés en appliquant les séquences d'électrolyse suivantes.

- a) Assembler le couvercle de la cellule avec ses électrodes et ses autres équipements internes (voir 5.4.1).
- b) Prendre une cellule coulométrique sèche et propre et ajouter suffisamment d'acide nitrique (4.1) pour immerger l'électrode de travail, et les extrémités en verre fritté des tubes des électrodes de référence et auxiliaire.
- c) Ajouter une goutte de solution d'acide amidosulfurique (4.2).
- d) Ajuster fermement la cellule sous son couvercle.