
**Technologie du combustible nucléaire —
Spectrométrie alpha —**

**Partie 1:
Détermination du neptunium dans
l'uranium et ses composés**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Nuclear fuel technology — Alpha spectrometry —
Part 1: Determination of neptunium in uranium and its compounds*
(standards.iteh.ai)

ISO 21847-1:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-bdd006e2acc3/iso-21847-1-2007>



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 21847-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-bdd006e2acc3/iso-21847-1-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-bdd006e2acc3/iso-21847-1-2007>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2007

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

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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 21847-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Energie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*.

L'ISO 21847 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Technologie du combustible nucléaire — Spectrométrie alpha*:

- *Partie 1: Détermination du neptunium dans l'uranium et ses composés*
- *Partie 2: Détermination du plutonium dans l'uranium et ses composés*
- *Partie 3: Détermination de l'uranium 232 dans l'uranium et ses composés*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21847-1:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-bdd006e2acc3/iso-21847-1-2007>

Technologie du combustible nucléaire — Spectrométrie alpha —

Partie 1: Détermination du neptunium dans l'uranium et ses composés

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21847 décrit une méthode d'analyse pour mesurer les traces de ^{237}Np dans l'hexafluorure d'uranium, les oxydes d'uranium et le nitrate d'uranyle.

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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-bdd006e2acc3/iso-21847-1-2007>

3 Principe

Les échantillons d' UF_6 sont hydrolysés et les échantillons solides sont dissous.

Le Pu(VI) et le Pu(IV) sont réduits en Pu(III), et le Np en Np(IV), par l'hydrochlorure d'hydroxylamine. Le Np(IV) est ensuite extrait par la thenoyltrifluoroacétone et mesuré par spectrométrie alpha.

Le ^{239}Np peut être utilisé comme traceur pour déterminer l'efficacité de la séparation.

4 Réactifs et matériaux

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau, conforme au moins à la qualité 1 telle que définie dans l'ISO 3696.

4.2 Acide nitrique concentré, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol/l}$.

4.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/l}$.

4.4 Acide nitrique dilué, $c(\text{HNO}_3) = 0,8 \text{ mol/l}$.

4.5 Hydrochlorure d'hydroxylamine, en solution dans de l'acide nitrique $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$, $\rho(\text{ClH}_4\text{NO}) = 348 \text{ g/l}$.

Une solution neuve doit être préparée immédiatement avant usage.

4.6 Sulfate d'ammonium et de fer (II) hexahydraté, en solution dans de l'acide nitrique $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$, $\rho[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2, 6 \text{ H}_2\text{O}] = 100 \text{ g/l}$.

Une solution neuve doit être préparée immédiatement avant usage.

4.7 Thenoyltrifluoroacétone, TTA ($\text{C}_8\text{H}_5\text{F}_3\text{O}_2\text{S}$), en solution dans du xylène, $c(\text{C}_8\text{H}_5\text{F}_3\text{O}_2\text{S}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Une solution neuve doit être préparée chaque semaine.

4.8 Solution de référence de ^{237}Np , on peut utiliser une solution de référence à 1,02 g/l fournie par la Cetama¹⁾.

On peut aussi dissoudre le matériau de référence certifié IRMM 5020, $^{237}\text{NpO}_2$, dans l'acide nitrique (4.3).

4.9 Solution de référence de ^{243}Am , on peut utiliser une solution concentrée d'américium de 10^8 Bq/l dont l'activité massique de ^{243}Am aura été déterminée précisément par comparaison avec une solution de ^{243}Am certifiée en activité (une solution de ^{243}Am d'activité 40 Bq/g peut être fournie par le NIST²⁾).

4.10 Résine anionique, de 150 μm à 300 μm .

NOTE On peut utiliser la résine Dowex^{®3)} 1 \times 4 (50 à 100) ou une résine équivalente.

4.11 Solution de référence de ^{239}Np , préparée comme suit:

- a) préparer une colonne contenant 1 ml de résine (4.10) et tasser dans l'acide nitrique (4.3);
- b) prélever environ 10^5 Bq à 10^6 Bq de ^{243}Am (4.9);
- c) introduire la solution dans la colonne de résine et rincer avec 2 ml d'acide nitrique (4.3); récupérer la première solution de rinçage (solution ^{243}Am , qui peut être réutilisée après un vieillissement de cinq jours);
- d) rincer avec 50 ml d'acide nitrique (4.3) et jeter la solution de rinçage;
- e) éluer le ^{239}Np avec 10 ml d'acide nitrique dilué (4.4).

L'activité volumique d'une telle solution de référence peut être d'environ $2 \times 10^4 \text{ Bq/ml}$.

4.12 Mélange gazeux, composé d'une fraction volumique d'Argon de 90 % et une fraction volumique de méthane de 10 %.

5 Appareillage

5.1 Équipement standard de laboratoire.

5.2 Chambre d'ionisation à grille de Frisch, sous mélange de gaz argon-méthane, ou **détecteur semi-conducteur**.

5.3 Analyseur d'amplitude multicanal.

5.4 Disques en acier inoxydable, de 60 mm de diamètre environ, ou **verres de montre**.

5.5 Épiradiateur.

1) Commission d'établissement des méthodes d'analyse du Commissariat à l'énergie atomique (CEA), France.

2) National Institute of Standards and Technology, États-Unis.

3) Dowex[®] est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

6 Préparation de l'échantillon pour essai

6.1 Hydrolyser les échantillons d' UF_6 pour obtenir une solution d'uranyle.

6.2 Dissoudre les échantillons d'oxyde dans de l'acide nitrique concentré (4.2) pour obtenir une solution de nitrate d'uranium.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la solution pour essai

7.1.1 Introduire une prise d'essai contenant environ 2 g d'uranium dans un bécher.

7.1.2 Évaporer la solution jusqu'à l'obtention d'un résidu sec.

7.1.3 Effectuer trois fois l'opération suivante: ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré (4.2) au résidu, puis évaporer à sec.

7.1.4 Dissoudre le résidu dans 20 ml d'acide nitrique dilué (4.4).

7.1.5 Si nécessaire, ajouter environ 2 500 à 10 000 Bq de ^{239}Np de la solution de référence de ^{239}Np (4.11). Ajuster à 25 ml avec de l'acide nitrique dilué (4.4) puis faire un comptage sur la solution par spectrométrie gamma à 227 keV pendant 30 min. Noter A_1 l'activité mesurée du ^{239}Np .

7.1.6 Ajouter 1 ml de sulfate d'ammonium et de fer (4.6) et 3 ml d'hydrochlorure d'hydroxylamine (4.5). Faire bouillir pendant 15 min et laisser refroidir pendant 30 min.

7.2 Extraction

ISO 21847-1:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0->

7.2.1 Verser la solution dans une ampoule à décanter; rincer le bécher trois fois avec 1 ml d'acide nitrique dilué (4.4).

7.2.2 Ajouter les solutions de rinçage à la solution pour essai.

7.2.3 Ajouter 10 ml de TTA (4.7) et mélanger avec un agitateur pendant 15 min.

7.2.4 Laisser décanter.

7.2.5 Ajouter 10 ml d'acide nitrique dilué (4.4) et 1 ml d'hydrochlorure d'hydroxylamine (4.5) à la phase organique, mélanger avec un agitateur pendant 2 min.

Dans le cas d'uranium enrichi il peut être nécessaire de rincer jusqu'à quatre fois pour éliminer les interférences par ^{234}U .

7.2.6 Laisser décanter.

7.2.7 Si le traceur ^{239}Np est utilisé, mélanger les phases aqueuses, diluer à 25 ml et compter par spectrométrie gamma pendant 30 min. Noter A_2 l'activité résiduelle mesurée du ^{239}Np .

7.3 Préparation de la source

7.3.1 Placer 0,2 ml de la phase organique (ou de la phase aqueuse après lavage) sur un disque en acier inoxydable ou sur un verre de montre (5.4).

7.3.2 Sécher sous un épiradiateur (5.5) pendant 15 min.

7.4 Mesurage

7.4.1 Placer la source dans la chambre d'ionisation à grille de Frisch (ou détecteur à semi-conducteur) (5.2).

7.4.2 Faire le vide dans la chambre, puis la remplir avec le mélange gazeux (4.12).

7.4.3 Régler l'analyseur multicanal (5.3) sur la bande d'énergie de 4 MeV à 6 MeV et acquérir un spectre alpha.

NOTE Le temps de comptage dépend de l'activité de la source et du système de détection.

7.4.4 Faire périodiquement un comptage de bruit de fond pendant la même durée sur un disque en acier inoxydable (5.4) sans dépôt.

8 Calculs et expression des résultats

Soustraire le bruit de fond du comptage de l'échantillon source pour le pic ^{237}Np à 4,79 MeV.

Calculer l'activité massique de ^{237}Np , $a_{237\text{Np}}$, exprimée en becquerels par gramme d'uranium, par l'Équation (1):

$$a_{237\text{Np}} = \frac{A_s \times 10^3 \times V_{\text{ph}}}{t \times \eta_e \times \eta_d \times V_{\text{tp}} \times V_s \times \rho_U} \quad (1)$$

où:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

A_s est le nombre d'impulsions pendant le temps de comptage;

t est le temps de comptage, en s; [ISO 21847-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-bd100124037/iso-21847-1-2007)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-bd100124037/iso-21847-1-2007)

η_e est l'efficacité d'extraction du TTA, calculée en mesurant le standard préparé à partir d'une solution de référence et mesuré dans les mêmes conditions (7.1) (~ 0,92);

η_d est l'efficacité de détection pour la source (~ 0,1 à 0,5);

V_{tp} est le volume, en ml, de l'échantillon d'hydrolysate UF_6 ou de nitrate d'uranyle;

ρ_U est la concentration massique d'uranium, en g/l (hydrolysate UF_6 ou nitrate d'uranyle);

V_s est le volume, en ml, de la phase organique ou de la phase aqueuse placée sur le disque en acier inoxydable comme échantillon source (= 0,2 ml);

V_{ph} est le volume, en ml, de la phase organique utilisée pour l'extraction ou de la phase aqueuse après lavage.

Si ^{239}Np est utilisé, η_e est calculé directement à partir de l'Équation (2):

$$\eta_e = \frac{A_1 - A_2}{A_1} \quad (2)$$

9 Fidélité et biais

L'écart-type de reproductibilité est de 2,5 Bq/g pour 35 Bq/g d'U.

L'écart-type de reproductibilité est de 5,5 Bq/g pour 153 Bq/g d'U.

Un rendement égal ou supérieur à 90 % est un indicateur du bon fonctionnement de la méthode (absence de biais).

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) l'identification de l'échantillon;
- b) la méthode utilisée par référence à la présente partie de l'ISO 21847;
- c) les résultats et la forme dans laquelle ils sont exprimés;
- d) tout événement inhabituel noté pendant l'essai;
- e) toute opération non répertoriée dans la présente partie de l'ISO 21847 ou proposée comme optionnelle.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21847-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-bdd006e2acc3/iso-21847-1-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa84d663-7c9c-4029-97c0-bdd006e2acc3/iso-21847-1-2007>