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

Partie 3:
**Détermination de l'uranium 232 dans
l'uranium et ses composés**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Nuclear fuel technology — Alpha spectrometry —
Part 3: Determination of uranium 232 in uranium and its compounds*
(standards.iteh.ai)

ISO 21847-3:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0853f30e-bb20-40f2-adcb-46a4d4e34f06/iso-21847-3-2007>



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 21847-3:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0853f30e-bb20-40f2-adcb-46a4d4e34f06/iso-21847-3-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0853f30e-bb20-40f2-adcb-46a4d4e34f06/iso-21847-3-2007>



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 21847-3 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 21847-3:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0853f30e-bb20-40f2-adcb-46a4d4e34f06/iso-21847-3-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0853f30e-bb20-40f2-adcb-46a4d4e34f06/iso-21847-3-2007>

Technologie du combustible nucléaire — Spectrométrie alpha —

Partie 3: Détermination de l'uranium 232 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 ^{232}U , 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*

3 Principe

Les éléments étrangers (par exemple Th) sont éliminés par extraction liquide-liquide.

Les sources sont préparées par électrodéposition, et la teneur en ^{232}U est déterminée par spectrométrie alpha.

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, $c(\text{HNO}_3) = 7 \text{ mol/l}$.

4.4 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/l}$.

4.5 Acide nitrique dilué, $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.6 Thenoyltrifluoroacétone, TTA ($\text{C}_8\text{H}_5\text{F}_3\text{O}_2\text{S}$), en solution dans du xylène, $c(\text{C}_8\text{H}_5\text{F}_3\text{O}_2\text{S}) = 0,25 \text{ mol/l}$. Une solution neuve doit être préparée chaque semaine.

- 4.7 Solution de chlorure d'ammonium, saturée (NH_4Cl).
- 4.8 Solution de rouge de méthyle.
- 4.9 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/l}$.
- 4.10 Acide chlorhydrique dilué, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.
- 4.11 Mélange gazeux, composé d'une fraction volumique d'argon de 90 % et d'une fraction volumique de méthane de 10 %.

5 Appareillage

- 5.1 Équipement standard de laboratoire.
- 5.2 Équipement d'électrodéposition.
- 5.3 Chambre d'ionisation à grille de Frisch, sous mélange de gaz argon-méthane, ou détecteur semi-conducteur.
- 5.4 Analyseur d'amplitude multicanal.
- 5.5 Disques en acier inoxydable, de 60 mm de diamètre environ, ou verres de montre.

iTeh STANDARD PREVIEW

6 Préparation de l'échantillon pour essai (standards.iteh.ai)

- 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.

NOTE Cette méthode est applicable aux composés d'uranium de pureté nucléaire. Les autres composés peuvent nécessiter de passer par une extraction préalable au tributylphosphate, TBP, dans l'acide nitrique (4.3) pour obtenir un uranium purifié.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la solution pour essai

- 7.1.1 Introduire une prise d'essai contenant environ 1 g d'uranium dans un bécher.
- 7.1.2 Ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré (4.2).
- 7.1.3 Sécher.
- 7.1.4 Pour les hydrolysats d' UF_6 , effectuer trois fois les opérations 7.1.1 à 7.1.3.
- 7.1.5 Évaporer à sec, puis dissoudre dans 10 ml d'acide nitrique dilué (4.5).

7.2 Extraction

- 7.2.1 Verser la solution dans une ampoule à décanter; rincer le bécher trois fois avec 1 ml d'acide nitrique dilué (4.5).

- 7.2.2 Ajouter les solutions de rinçage à la solution pour essai.
- 7.2.3 Ajouter 5 ml de TTA (4.6) et mélanger avec un agitateur pendant 10 min.
- 7.2.4 Laisser décanter.
- 7.2.5 Récupérer la phase aqueuse.
- 7.2.6 Ajouter 5 ml de TTA (4.6) et mélanger avec un agitateur pendant 10 min.
- 7.2.7 Laisser décanter.
- 7.2.8 Récupérer la phase aqueuse dans un flacon de 100 ml, ci-après flacon A.
- 7.2.9 Ajuster à 100 ml avec de l'acide nitrique dilué (4.5).

7.3 Préparation de la source

- 7.3.1 Placer 25 ml de chlorure d'ammonium saturé (4.7) dans la cuve d'électrolyse (5.2).
- 7.3.2 Ajouter l'échantillon à mesurer. La quantité d'uranium dans le flacon (7.2.8) est d'environ 100 µg à 400 µg.
- 7.3.3 Ajouter deux gouttes de solution de rouge de méthyle (4.8).
- 7.3.4 Agiter.
- 7.3.5 Ajouter une goutte de solution d'hydroxyde de sodium (4.9) pour alcaliniser le bain.
- 7.3.6 Ajouter l'acide chlorhydrique dilué (4.10) jusqu'à ce que la solution commence à devenir acide (changement de couleur du rouge de méthyle).
- 7.3.7 Centrer l'anode et l'immerger dans la solution à environ 25 mm de la cathode.
- 7.3.8 Réaliser l'électrolyse avec un courant d'environ 4 A pendant 10 min.
- 7.3.9 Après 10 min, ajouter deux gouttes de solution d'hydroxyde de sodium (4.9) avant de couper l'alimentation électrique (pour éviter les dépôts de dissolution); retirer la cathode, la rincer dans l'eau et la sécher avec de l'air comprimé.

NOTE Les paramètres de l'électrodéposition dépendent de la géométrie de la cellule d'électrolyse.

7.3.10 Décontaminer l'anode et la cellule d'électrolyse avec une solution d'un nettoyant adapté à la décontamination radioactive des surfaces, puis nettoyer dans une solution d'acide nitrique (4.4) chaud.

7.4 Mesurage

- 7.4.1 Placer la source dans la chambre d'ionisation à grille de Frisch (ou détecteur à semi-conducteur) (5.3) connecté à un analyseur d'amplitude multicanal (5.4).
- 7.4.2 Faire le vide dans la chambre, puis remplir avec le mélange gazeux (4.11).
- 7.4.3 Régler l'analyseur multicanal 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 sans dépôt.

8 Calculs et expression des résultats

Après acquisition du spectre, identifier et intégrer le pic ^{232}U à 5,320 MeV et le pic ^{238}U à 4,196 MeV.

Enregistrer les activités calculées pour ^{232}U ($A_{232\text{U}}$) et ^{238}U ($A_{238\text{U}}$).

La fraction massique de ^{232}U dans l'uranium total, $w_{232\text{U}}$, est donnée par l'Équation (1):

$$w_{232\text{U}} = \frac{A_{232\text{U}}}{A_{238\text{U}}} \cdot \frac{a_{238\text{U}}}{a_{232\text{U}}} \cdot \left(1 - \frac{w_{\text{min}}}{100} \right) \quad (1)$$

où:

$A_{238\text{U}}$ est l'activité calculée de ^{238}U en Bq;

$A_{232\text{U}}$ est l'activité calculée de ^{232}U en Bq;

$a_{238\text{U}}$ est l'activité massique de ^{238}U en Bq/g ($a_{238\text{U}} = 1,25 \times 10^4$ Bq/g);

$a_{232\text{U}}$ est l'activité massique de ^{232}U en Bq/g ($a_{232\text{U}} = 7,9 \times 10^{11}$ Bq/g);

w_{min} est la somme des fractions massiques des isotopes mineurs de l'uranium en pourcentage du total.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

Pour une teneur de 1,22 ng $^{232}\text{U/gU}$, l'écart-type de reproductibilité est de 0,03 ng $^{232}\text{U/gU}$ pour 19 mesures avec un temps de comptage de dix heures. Les résultats de reproductibilité s'appliquent à des enrichissements jusqu'à 5 %.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0853f30e-bb20-40f2-adcb-46a4d4e34f06/iso-21847-3-2007>

NOTE Cette valeur a été obtenue en respectant des exigences strictes sur la propreté de l'environnement de travail et du système de mesure.

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 21847-3:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0853f30e-bb20-40f2-adcb-46a4d4e34f06/iso-21847-3-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0853f30e-bb20-40f2-adcb-46a4d4e34f06/iso-21847-3-2007>