

---

---

**Technologie nucléaire — Combustibles  
nucléaires — Modes opératoires pour le  
mesurage des impuretés élémentaires  
des matériaux à base d'uranium et de  
plutonium par spectrométrie de masse  
avec plasma à couplage inductif**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)  
*Nuclear technology — Nuclear fuels — Procedures for the  
measurement of elemental impurities in uranium- and plutonium-based  
materials by inductively coupled plasma mass spectrometry*

[ISO 26062:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-  
2960993a1647/iso-26062-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010)



**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 26062:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2010

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives .....</b>	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe.....</b>	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Réactifs et matériaux .....</b>	<b>2</b>
4.1 <b>Eau .....</b>	<b>2</b>
4.2 <b>Acides et autres réactifs .....</b>	<b>2</b>
4.3 <b>Étalons.....</b>	<b>3</b>
4.4 <b>Matériau de matrice.....</b>	<b>3</b>
4.5 <b>Normes d'étalonnage pour l'analyse instrumentale .....</b>	<b>3</b>
4.6 <b>Étalons de contrôle qualité utilisés pour l'analyse instrumentale .....</b>	<b>3</b>
4.7 <b>Étalons de contrôle qualité pour le contrôle de la méthode.....</b>	<b>3</b>
4.8 <b>Étalon de contrôle de la récupération.....</b>	<b>3</b>
4.9 <b>Étalon interne.....</b>	<b>4</b>
<b>5</b> <b>Appareillage .....</b>	<b>4</b>
5.1 <b>Spectromètre de masse.....</b>	<b>4</b>
5.2 <b>Confinement de la radioactivité.....</b>	<b>4</b>
5.3 <b>Récipients de dissolution et appareillage de traitement.....</b>	<b>5</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire.....</b>	<b>5</b>
6.1 <b>Interférences.....</b>	<b>5</b>
6.2 <b>Prise d'essai.....</b>	<b>7</b>
6.3 <b>Préparation d'une prise d'essai .....</b>	<b>7</b>
6.4 <b>Analyse instrumentale .....</b>	<b>8</b>
6.5 <b>Étalonnage des instruments et méthode d'étalonnage.....</b>	<b>9</b>
<b>7</b> <b>Calcul .....</b>	<b>11</b>
<b>8</b> <b>Fidélité .....</b>	<b>11</b>
<b>9</b> <b>Assurance et contrôle de la qualité.....</b>	<b>11</b>
9.1 <b>Performance des instruments.....</b>	<b>11</b>
9.2 <b>Fonctionnement de la méthode .....</b>	<b>12</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai.....</b>	<b>12</b>
<b>Annexe A (informative) Tableau des éléments mesurables par ICP-MS .....</b>	<b>13</b>
<b>Annexe B (informative) Exemples spécifiques de modes opératoires de dissolution et d'extraction ....</b>	<b>15</b>
<b>Annexe C (informative) Informations générales .....</b>	<b>19</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>21</b>

## 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 26062 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Cycle du combustible nucléaire*.

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

ISO 26062:2010  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010>

## Introduction

La technique présentée dans la présente Norme internationale permet d'effectuer des mesurages quantitatifs des éléments, à l'exception des éléments H, He, C, N, O, F, Cl et Br et des gaz nobles. Le mesurage d'autres éléments tels que Si, P, S, K et I exige des options spécialisées d'introduction d'échantillons, des solutions spécialisées, des analyseurs de masse ou des systèmes en ligne pour le mesurage.

La présente Norme internationale est formulée en termes généraux en ce qui concerne les échantillons d'actinides du fait de la complexité et de la variation de la technique ICP-MS et de ses accessoires destinés à l'introduction des échantillons. Il convient de développer suffisamment la méthode et de manière appropriée afin de garantir que le mode opératoire utilisé pour la détermination des impuretés dans les matrices d'uranium et de plutonium soit validé.

Il est supposé que l'utilisateur de la présente Norme internationale possède des connaissances de base en ce qui concerne le contrôle d'échantillons étalons, les techniques d'extraction chimique et le fonctionnement des instruments d'ICP-MS. Un contrôle à blanc s'avère crucial lors de l'analyse par ICP-MS. Il peut être nécessaire d'évaluer les réactifs et les étalons pour entreprendre une analyse de traces infimes.

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

[ISO 26062:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010>

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

ISO 26062:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010>

# Technologie nucléaire — Combustibles nucléaires — Modes opératoires pour le mesurage des impuretés élémentaires des matériaux à base d'uranium et de plutonium par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie un mode opératoire pour la détermination des impuretés sous forme de traces dans des matériaux à base d'uranium ou de plutonium, ou dans des matériaux mixtes à base d'uranium et de plutonium, par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS). Elle fournit des recommandations et des options spécifiques pour la détermination d'un élément ou d'un groupe d'éléments.

Elle est applicable à des solutions telles que le nitrate d'uranyle ou de plutonium, à des solides tels que des oxydes et à des matériaux mixtes à base d'actinides tels que des matériaux d'oxydes mixtes non irradiés sous forme solide ou dissoute. Elle n'est pas directement adaptée à l'analyse de matrices d'uranium ou de plutonium contenant des quantités significatives d'éléments autres, tels que les mélanges d'uranium et de gadolinium. Elle peut toutefois constituer la base d'un processus d'analyse de ce type de matrices, pour autant que l'impact du gadolinium soit vérifié.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010>

## 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

La méthode repose sur la dissolution d'échantillons solides, l'utilisation d'un traitement chimique facultatif pour éliminer la matrice d'actinides, suivie d'une détermination spectroscopique des analytes par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS).

En principe, la technique d'ICP-MS s'appuie sur l'introduction de l'échantillon sous forme d'aérosol dans le plasma à couplage inductif. Dans le plasma, les atomes de l'échantillon sont ionisés puis extraits du plasma via une série de chambres de pompage différentiel dans la région de l'analyseur. Les espèces ionisées sont séparées en fonction de leur masse à l'aide d'un analyseur de masse, puis mesurées à l'aide d'un système de détection approprié. Des mesurages quantitatifs peuvent être effectués en utilisant un certain nombre de techniques, incluant l'ajout dosé et l'analyse par dilution isotopique. La technique conventionnelle consiste cependant à générer des courbes d'étalonnage à partir des étalons mesurés.

À titre indicatif, concernant la mise en œuvre de cette technique, le Tableau A.1 énumère les éléments généralement mesurés dans les matériaux à base d'uranium, de plutonium ou de mélanges d'actinides. Le tableau inclut l'isotope optimal à mesurer, les options de l'analyseur de masse et des commentaires relatifs au mesurage de cet élément.

Le processus est présenté sous forme d'une série d'étapes, énumérées ci-après. Pour chaque étape, une série de critères ou de principes à prendre en compte est présentée. L'Annexe B donne un récapitulatif des modes opératoires spécifiques de dissolution et des étapes d'extraction chimique facultatives.

a) Dissolution des échantillons solides:

détails d'ordre général concernant la dissolution à l'aide de plaques chauffantes et de fours à micro-ondes.

b) Mode opératoire d'extraction chimique facultative pour l'élimination de la matrice de l'échantillon:

détails d'ordre général concernant le mode opératoire d'extraction au solvant et le procédé de chromatographie.

c) Analyse directe des échantillons dans la matrice d'actinides:

principes généraux à prendre en compte si cette option est utilisée.

d) Analyse de l'échantillon extrait:

des principes généraux en matière d'étalonnage, de contrôle de la qualité et de mesurage des échantillons sont fournis.

Aucun détail n'est donné concernant le réglage spécifique des instruments, compte tenu des multiples options disponibles sur les nombreux instruments proposés actuellement sur le marché, par exemple:

- analyseur de masse quadripolaire, analyseur de masse à secteur magnétique, analyseur de masse à temps de vol,
- introduction d'échantillons par nébulisation conventionnelle, applications spécialisées telles qu'un nébuliseur à ultrasons ou à injection directe, [ISO 26062:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-15095a104780-26062-2010)
- utilisation de systèmes de «cellule de collision/réaction» ou de «plasma froid»,
- techniques quantitatives.

Les avantages de ces options sont brièvement exposés à l'Annexe C. Pour plus de détails, il convient cependant de consulter des ouvrages et des revues ou les manuels fournis par le fabricant.

## 4 Réactifs et matériaux

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

### 4.1 Eau

La pratique industrielle classique consiste à utiliser de l'eau d'une grande pureté, à 18 M $\Omega$ -cm, jugée adaptée à ces recommandations. Il est recommandé d'utiliser une eau de qualité supérieure à 2, comme défini dans l'ISO 3696:1987.

### 4.2 Acides et autres réactifs

Des réactifs de haute pureté doivent être utilisés pour toutes les analyses par ICP-MS. La qualité des réactifs utilisés dans le mode opératoire doit être validée en effectuant des mesurages à blanc adaptés avant utilisation. Il convient d'utiliser des blancs pour les étapes de préparation de l'échantillon, d'extraction de l'échantillon (s'il y a lieu) et de mesure instrumentale.

#### 4.2.1 Acide nitrique, 16 M.

**4.2.2 Acide fluorhydrique, 40 %.****4.2.3 Solution de nettoyage à base d'acide nitrique/acide fluorhydrique**

Remplir un flacon en plastique d'une contenance de 2,5 l avec environ 2 l d'eau d'une grande pureté. Ajouter lentement 470 ml d'acide nitrique 16 M puis agiter doucement pour mélanger. Ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique de fraction massique 40 %. Diluer le mélange d'acide pour obtenir une solution de 2,5 l, puis mélanger.

**4.3 Étalons**

Pour toute analyse quantitative, des étalons de référence adaptés, certifiés et traçables à une autorité de certification doivent être utilisés. Utiliser des étalons de différents fournisseurs pour l'étalonnage et des étalons de contrôle qualité pour surveiller tout problème de préparation.

**4.4 Matériau de matrice**

Il est nécessaire d'utiliser des étalons correspondant à la matrice pour garantir un contrôle qualité de haut niveau. S'assurer que le matériau utilisé est adapté et n'a pas d'impact sur les mesurages. Mettre au point une méthode appropriée et suffisante pour valider le mode opératoire.

**4.5 Normes d'étalonnage pour l'analyse instrumentale**

L'instrument d'ICP-MS doit être étalonné, par exemple étalonnage externe, pour permettre une analyse quantitative à l'aide de la technique conventionnelle décrite en 6.4. Des étalons adaptés peuvent être préparés à partir d'étalons élémentaires disponibles dans le commerce. Une matrice correspondant aux étalons est requise pour l'analyse directe des analytes dans une solution à forte concentration d'actinides afin de corriger l'impact de la matrice échantillon sur les intensités des signaux (c'est-à-dire suppression des signaux ou amélioration éventuelle).

ISO 26062:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-220900000000/iso-26062-2010>

**4.6 Étalons de contrôle qualité utilisés pour l'analyse instrumentale**

Un étalon de contrôle qualité adapté doit être mesuré pour garantir que l'étalonnage a été effectué correctement. Préparer des étalons de contrôle qualité en diluant des solutions étalons élémentaires disponibles dans le commerce pour atteindre des concentrations adaptées à l'application. Une matrice correspondant aux étalons peut être requise pour l'analyse directe des analytes dans une solution à forte concentration d'actinides.

**4.7 Étalons de contrôle qualité pour le contrôle de la méthode**

Un étalon de contrôle qualité approprié doit être traité en même temps que les échantillons afin de contrôler la performance de la méthode analytique. Préparer un étalon de contrôle qualité approprié contenant les analytes souhaités en quantité adaptée au matériau à analyser. Il convient de préparer l'étalon de contrôle qualité dans une matrice appropriée pour refléter la concentration de la matrice dans la solution échantillon produite après la phase de dissolution.

Idéalement, il convient d'utiliser un matériau de référence certifié. En l'absence de matériau de référence adapté, une alternative consiste à préparer un étalon à partir d'un étalon élémentaire disponible dans le commerce, dilué dans une matrice correspondant aux échantillons à analyser.

**4.8 Étalon de contrôle de la récupération**

Si une extraction chimique est pratiquée, la récupération par ce processus doit être surveillée et il convient si nécessaire de corriger le résultat de l'analyse en s'assurant de tenir compte de l'incertitude appropriée associée à la correction de la récupération.

Préparer un étalon approprié contenant les analytes souhaités en quantité adaptée au matériau à analyser. Il convient que la matrice de l'étalon reflète la concentration de la matrice dans la solution échantillon produite après la phase de dissolution.

Idéalement, il convient d'utiliser un matériau de référence certifié. En l'absence de matériau de référence adapté, une alternative consiste à préparer un étalon à partir d'un étalon élémentaire disponible dans le commerce, dilué dans une matrice correspondant aux échantillons à analyser.

Il est possible d'utiliser des options spécialisées telles que l'analyse par dilution isotopique. Cependant, ces options sortent du domaine d'application de la présente Norme internationale; les manuels traitant de l'ICP-MS fournissent des détails sur ces techniques.

#### 4.9 Étalon interne

Des étalons internes sont utilisés pour évaluer les variations de mesurage dues à une dérive provoquée par un changement des conditions de l'instrument ou du plasma et pour mesurer l'effet de la matrice étalon/échantillon sur les mesurages. Tous les blancs, étalons et échantillons doivent être dopés avec l'étalon interne. Les étalons internes appropriés sont sélectionnés en fonction de facteurs tels que:

- l'élément n'est pas présent dans les blancs, les étalons ni les échantillons;
- l'isotope de l'élément utilisé n'est pas sujet aux interférences provoquées par d'autres éléments;
- l'élément n'interfère pas avec les isotopes de l'analyte;
- l'élément est de préférence mono-isotopique;
- il convient que le comportement physico-chimique de l'élément étalon interne soit similaire au comportement des analytes dans les modes opératoires de mesure instrumentale.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 26062:2010

Un certain nombre d'éléments sont systématiquement recommandés pour des mesurages par ICP-MS, tels que le béryllium ou le scandium pour des analytes de faible masse, l'indium ou le rhodium pour des éléments de masse intermédiaire, et le bismuth ou l'iridium pour des éléments de masse élevée. Il est possible qu'un seul étalon interne ne corrige pas efficacement tous les éléments situés dans la plage de masses. Par conséquent, il est conseillé d'utiliser un mélange de trois étalons internes (c'est-à-dire un pour les faibles masses, un pour les masses intermédiaires et un pour les masses élevées).

La sélection de l'étalon approprié est largement traitée dans les manuels standard d'ICP-MS.

## 5 Appareillage

### 5.1 Spectromètre de masse

Un spectromètre de masse avec plasma à couplage inductif commandé par ordinateur, conçu pour les analyses élémentaires adaptées au traitement de matériaux radioactifs.

Il est recommandé d'utiliser des cônes à bout en platine pour analyser les échantillons à l'aide d'un processus de dissolution à base d'acide fluorhydrique. Cela réduit la corrosion chimique de l'orifice du cône et, par conséquent, préserve la performance de l'instrument et réduit la contribution du blanc du métal du cône.

### 5.2 Confinement de la radioactivité

Il convient d'effectuer l'analyse dans des dispositifs de confinement adaptés au traitement d'échantillons à base d'uranium et de plutonium sous forme liquide et de poudre.

### 5.3 Récipients de dissolution et appareillage de traitement

Il convient de choisir l'appareillage consommable utilisé pour les mesurages de manière à garantir la stabilité des analytes et la compatibilité avec les produits chimiques utilisés, ainsi que pour prévenir la contamination des échantillons et du processus. La liste suivante fournit une indication des types de consommables requis. Les commentaires mentionnés s'appliquent à tous les appareils utilisés, par exemple pour la préparation des étalons, les procédés d'étalonnage, la préparation des échantillons et les mesurages qui s'ensuivent. Il convient de prendre en compte l'évaluation de l'aptitude de l'équipement lors de la validation de l'étalon.

- Il est recommandé d'utiliser des fioles jaugées Nalgene®<sup>1)</sup> ou en matériaux inertes.
- Des récipients résistants aux solvants sont requis pour réaliser l'extraction par solvant décrite dans la présente Norme internationale.
- Il convient que toutes les fioles/tubes à centrifuger, béciers en polytétrafluoroéthylène (PTFE) et flacons d'échantillonnage utilisés au cours de cette opération soient trempés, pendant au moins 72 h avant leur utilisation, dans un mélange nettoyant tel qu'une solution nettoyante à base d'acide nitrique/acide fluorhydrique (4.2.3). Il convient d'effectuer des essais appropriés pour valider le procédé à adopter. Cela est nécessaire pour éliminer le risque de contamination des échantillons par des impuretés dans ces produits consommables.
- Il convient d'éviter d'utiliser des appareils en verre compte tenu du risque d'interférences potentielles de lixiviation du verre, tel que le bore, le silicium et les lanthanides. Certains appareils en quartz conviennent à l'analyse des impuretés décrite dans la présente Norme internationale.
- S'il s'agit d'analyser des analytes dont le niveau est extrêmement faible, il convient d'évaluer l'impact de l'appareillage à base de matière plastique afin de garantir la stabilité de l'analyte compte tenu du risque d'adsorption sur cet appareillage.

## 6 Mode opératoire

ISO 26062:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/873d060a-8214-4805-9efb-2960993a1647/iso-26062-2010>

### 6.1 Interférences

La détermination des éléments par ICP-MS est soumise à des interférences provoquées par un certain nombre de sources. Bien que des détails d'ordre général soient disponibles dans les manuels standard traitant de l'ICP-MS et dans les revues scientifiques et soient fournis par les fabricants d'instruments, le potentiel d'interférence doit être évalué pour chaque opération. L'impact des interférences est résumé en 6.1.1 à 6.1.3.

#### 6.1.1 Interférence isobarique

Les interférences isobariques sont produites par deux sources:

- interférences isobariques dues à d'autres éléments;
- interférences isobariques moléculaires dues à d'autres espèces du plasma.

Les interférences isobariques sont dues à des ions produits par des isobares d'autres éléments, par exemple interférences sur le  $^{114}\text{Cd}$  dues au  $^{114}\text{Sn}$ . Les interférences isobariques sont identifiables à partir de l'étude de la composition isotopique des éléments en question et des éléments adjacents dans le tableau périodique des éléments. Ces interférences peuvent être supprimées de plusieurs manières, telles que:

- préparation des échantillons pour éliminer l'élément interférant avant d'effectuer les mesurages;

1) Nalgene® est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.