

---

---

**Énergie nucléaire — Technologie du  
combustible nucléaire — Détermination  
du plutonium dans les solutions d'acide  
nitrique par spectrophotométrie**

*Nuclear energy — Nuclear fuel technology — Determination of  
plutonium in nitric acid solutions by spectrophotometry*

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

[ISO 9463:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-c47782945df2/iso-9463-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-  
c47782945df2/iso-9463-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-c47782945df2/iso-9463-2009)



**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 9463:2009](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-c47782945df2/iso-9463-2009>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2009

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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<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>Conditions chimiques</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Mesurages</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>6</b>
<b>9</b> <b>Interférences</b> .....	<b>7</b>

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

[ISO 9463:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-c47782945df2/iso-9463-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-c47782945df2/iso-9463-2009>

## 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 9463 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 5, *Technologie du combustible nucléaire*. (standards.iteh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9463:1990), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-c47782945d12/iso-9463-2009>

## Introduction

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'analyse pour déterminer la concentration en plutonium dans les solutions d'acide nitrique de dissolution des combustibles issus des centrales nucléaires. Cette méthode convient aux analyses de contrôle aux différents stades du procédé d'une usine de retraitement.

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

[ISO 9463:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-c47782945df2/iso-9463-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-c47782945df2/iso-9463-2009>

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

ISO 9463:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4691c803-ae5d-489e-81d1-c47782945df2/iso-9463-2009>

# Énergie nucléaire — Technologie du combustible nucléaire — Détermination du plutonium dans les solutions d'acide nitrique par spectrophotométrie

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'analyse par spectrophotométrie qui permet de déterminer la concentration du plutonium dans les solutions d'acide nitrique dans les usines de retraitement. La méthode est applicable sans interférence en présence de nombreux cations, avec un écart-type de l'ordre de 5 % lorsque la teneur en plutonium dans l'échantillon est supérieure à  $0,5 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ .

## 2 Références normatives

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

## 3 Principe

Le plutonium est oxydé quantitativement à un état hexavalent soit par le cérium(IV), soit par l'oxyde argentique, dont l'excès est détruit par ajout d'acide sulfamique.

La densité optique au sommet du pic d'absorption de  $\text{PuO}_2^{2+}$  à 831 nm est alors mesurée avec un spectrophotomètre. Le résultat est obtenu par comparaison avec un étalonnage effectué dans les mêmes conditions (surtout avec la même teneur en nitrates).

## 4 Conditions chimiques

### 4.1 Stabilité du plutonium(VI)

Le plutonium(VI) est très stable dans les conditions opératoires du dosage, dans le domaine  $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} < c [\text{H}^+] < 5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ .

### 4.2 Vitesse d'oxydation du plutonium(IV) en plutonium(VI)

La vitesse d'oxydation par le cérium(IV) diminue quand l'acidité augmente. Avec la quantité de réactif préconisée dans la méthode, l'oxydation est complète en 5 min, en milieu acide nitrique à  $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  ou  $3 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ .

Avec l'oxyde argentique, la vitesse d'oxydation est très grande et nettement supérieure à celle obtenue avec le cérium(IV).

### 4.3 Destruction de l'excès d'oxydant

Avec le cérium(IV), le réactif en excès n'interfère pas et il n'est pas nécessaire de le détruire.

Avec l'oxyde argentique comme oxydant, il est nécessaire de détruire le réactif en excès par réaction avec un léger excès d'acide sulfamique ou en chauffant à environ  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ .

#### 4.4 Coefficient d'extinction molaire du plutonium(VI)

Le coefficient d'extinction molaire et, par conséquent, l'absorbance peuvent varier en fonction de différents paramètres, par exemple:

- la concentration en ions nitrate: la diminution du coefficient d'extinction molaire est plus rapide lorsque la concentration en nitrate est plus grande; au voisinage de  $3 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ , une augmentation de  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  de la teneur totale en nitrate provoque une diminution du coefficient d'extinction molaire d'environ 0,7 %;
- l'acidité: cette variation est en moyenne inférieure à 0,1 % quand l'acidité libre varie de  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ; l'influence de l'acidité libre est donc d'un ordre de grandeur plus faible que celle de la teneur en nitrate;
- la température: la diminution du coefficient d'extinction molaire est d'environ 0,5 % par degré Celsius.

### 5 Réactifs

#### 5.1 Généralités

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

Cette procédure utilise  $3 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  d'acide nitrique, puisque cela permet l'utilisation du cérium(IV) ou de l'oxyde argentique en tant qu'oxydant et convient pour la plupart des applications. Il est acceptable d'utiliser comme oxydants du cérium(IV), à une acidité basse, et de l'oxyde argentique, à une acidité plus forte, à condition que la concentration d'acide nitrique utilisé pour l'étalonnage soit ajustée de la même manière.

#### 5.2 Réactifs communs aux méthodes utilisant comme oxydant l'oxyde argentique ou le cérium

ISO 9463:2009

5.2.1 Acide nitrique,  $c(\text{HNO}_3) = (3 \pm 0,05 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1})$ .

5.2.2 Eau, de qualité 3 tel que définie dans l'ISO 3696:1987.

5.2.3 Plutonium, solution de référence de plutonium en milieu nitrique, de concentration en plutonium et en nitrate voisines de celles de l'échantillon analysé.

#### 5.3 Méthode utilisant l'oxyde argentique comme oxydant

5.3.1 Acide sulfamique,  $c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}) = 0,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ , en solution dans l'eau  $w(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}) = 48,5 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ .

5.3.2 Oxyde argentique (AgO).

Ce réactif peut être préparé de différentes manières, dont la suivante.

- Dans une fiole conique ou un bêcher en pyrex, très propre, dissoudre 72 g d'hydroxyde de sodium (5.3.3) dans 1 litre d'eau (5.2.2) et porter à  $85 \text{ }^\circ\text{C}$ .
- Ajouter, en agitant, 75 g de persulfate de potassium ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ) (5.3.4) à la solution chaude.

**AVERTISSEMENT 1 — Ne jamais utiliser de persulfate d'ammonium à cause des risques d'explosion.**

- Ajouter ensuite, en agitant, 51 g de nitrate d'argent (5.3.5) préalablement dissous dans le moins d'eau (5.2.2) possible (environ 40 ml). Porter le mélange à  $90 \text{ }^\circ\text{C}$ , puis agiter durant 15 min.
- Laisser refroidir, puis filtrer sur verre fritté n°4.

- Laver avec la solution d'hydroxyde de sodium à  $0,25 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  ( $10 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ ) jusqu'à élimination complète des ions sulfate, vérifiée par un essai de précipitation au baryum sur la solution effluente; le volume nécessaire est en général compris entre 0,5 l et 1 l.
- Laver à l'eau jusqu'à neutralité.
- Sécher ensuite à l'air comprimé à température ambiante, en remuant doucement de temps à autre pour réduire les agglomérats à l'état pulvérulent; si nécessaire, utiliser un tamis.

**AVERTISSEMENT 2 — Ne jamais sécher à une température supérieure à 35 °C à cause des risques d'explosion.**

- Sécher à température ambiante dans un dessiccateur, durant un jour, puis stocker dans des flacons brunis bouchés hermétiquement.

**5.3.3 Hydroxyde de sodium, (NaOH).**

**5.3.4 Persulfate de potassium, ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ).**

**5.3.5 Nitrate d'argent, [ $\text{Ag}(\text{NO}_3)_2$ ].**

## 5.4 Méthode utilisant le cérium(IV) comme oxydant

**5.4.1 Cérium(IV),  $c(\text{Ce}^{4+}) = 0,4 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  en milieu nitrate.**

Ce réactif peut être préparé de différentes manières, dont la suivante.

- Dissoudre 219,3 g de nitrate de cérium et d'ammonium [ $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ ] (5.4.2) dans 600 ml d'acide nitrique à  $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  (5.4.3) et compléter à 1 l avec de l'eau (5.2.2).

**5.4.2 Nitrate de cérium et d'ammonium, [ $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ ].**

**5.4.3 Acide nitrique,  $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ .**

## 6 Appareillage

Matériel courant utilisé dans un laboratoire nucléaire.

**6.1 Spectrophotomètre**, de haute performance, à double faisceau, à réseau, ou équivalent, conçu pour effectuer des mesurages sur des solutions hautement actives en émetteurs bêta-gamma confinées en enceinte étanche, et présentant, dans la mesure du possible, les caractéristiques suivantes:

- a) fluctuations inférieures à 0,001 en absorbance;
- b) ligne de base stable;
- c) domaine spectral utile au moins jusqu'à 1 100 nm.

## 7 Mesurages

Afin de réaliser ce mode opératoire, donné à titre d'exemple, il est possible, si nécessaire, de modifier les différentes concentrations et/ou volumes, en particulier la concentration et/ou le volume de la solution de référence, le volume de la fiole, etc.