

---

---

**Technologie du combustible  
nucléaire — Détermination de la  
teneur en plutonium dans du dioxyde  
de plutonium de qualité nucléaire —  
Méthode gravimétrique**

*Nuclear fuel technology — Determination of plutonium content in  
plutonium dioxide of nuclear grade quality — Gravimetric method*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 8300:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/813b8fed-13aa-40ea-becca-aa971d7aa628/iso-8300-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/813b8fed-13aa-40ea-becca-aa971d7aa628/iso-8300-2013>



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

ISO 8300:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/813b8fed-13aa-40ea-beca-aa971d7aa628/iso-8300-2013>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Interférences</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>2</b>
5.1    Manipulation de l'échantillon au poste d'échantillonnage.....	2
5.2    Tarage des creusets.....	2
5.3    Fractionnement.....	2
5.4    Chauffage.....	2
5.5    Autres mesures.....	3
<b>6</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>3</b>
6.1    Calcul du facteur de conversion gravimétrique.....	3
6.2    Calcul de la correction due aux impuretés.....	3
6.3    Calcul de la teneur en plutonium.....	4
6.4    Répétabilité.....	4
6.5    Erreurs systématiques.....	4
<b>7</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>Annexe A (informative) Facteur de conversion gravimétrique pour les impuretés non volatiles</b> .....	<b>6</b>

ISO 8300:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/813b8fed-13aa-40ea-beea-aa971d7aa628/iso-8300-2013>

## 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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos – Informations supplémentaires  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/815b81ed-13aa-40ca-bcca-aa971d7aa628/iso-8300-2013>

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires, et radioprotection*, sous-comité SC 5, *Cycle du combustible nucléaire*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8300:1987), dont elle constitue une révision mineure.

## Introduction

La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale repose sur l'oxydation du plutonium suivie de sa pesée. Si la teneur en impuretés est mesurée, des corrections sont effectuées.

En respectant certaines conditions, l'écart-type global sur une détermination simple (détermination gravimétrique et correction due aux impuretés) peut être inférieur à 0,1 %.

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

[ISO 8300:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/813b8fed-13aa-40ea-beea-aa971d7aa628/iso-8300-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/813b8fed-13aa-40ea-beea-aa971d7aa628/iso-8300-2013>

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

[ISO 8300:2013](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/813b8fed-13aa-40ea-becca-aa971d7aa628/iso-8300-2013>

# Technologie du combustible nucléaire — Détermination de la teneur en plutonium dans du dioxyde de plutonium de qualité nucléaire — Méthode gravimétrique

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique permettant de déterminer, dans des conditions de fidélité et d'exactitude, la teneur en plutonium dans du dioxyde de plutonium ( $\text{PuO}_2$ ) de qualité nucléaire et contenant une fraction massique d'impuretés non volatiles inférieure à 0,65 %.

La méthode est utilisée pour vérifier par recoupement les résultats des analyses de bilan du dioxyde de plutonium.

## 2 Principe

La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale comprend les étapes suivantes:

- a) échantillonnage et pesée de l'échantillon sous atmosphère sèche;
- b) chauffage à l'air, à une température comprise entre 1 200 °C et 1 250 °C jusqu'à une masse constante, pour obtenir un dioxyde de plutonium stoechiométrique stable et non hygroscopique;
- c) pesée du dioxyde de plutonium;
- d) analyse des impuretés et correction pour les impuretés non volatiles;
- e) calcul de la concentration du plutonium;
- f) calcul de la teneur en plutonium en utilisant un facteur de conversion gravimétrique qui dépend en partie de la composition isotopique du plutonium.

Si cette dernière n'est pas connue, elle doit être mesurée, généralement par spectrométrie de masse.

## 3 Interférences

Toutes les impuretés qui ne sont pas volatiles à 1 200 °C entraînent une erreur positive sur le résultat de l'analyse. Leur teneur réelle doit être mesurée en utilisant des techniques appropriées, par exemple la spectrométrie d'émission ou d'absorption atomique.

Si la fraction massique de la totalité des impuretés non volatiles est inférieure ou égale à 0,1 %, l'incertitude globale de mesure dépend de la fidélité de la détermination de la teneur en impuretés.

## 4 Appareillage

**4.1 Poste de fractionnement**, comprenant une boîte à gants sous atmosphère sèche (point de rosée inférieur ou égal à -40 °C), équipée d'une balance analytique ayant une exactitude de  $\pm 0,1$  mg.

**4.2 Boîte de chauffage**, alimentée avec de l'air ambiant et équipée d'un four à moufle dont la température, réglable, peut atteindre 1 200 °C à 1 250 °C.

**4.3 Cruchons d'échantillonnage en acier inoxydable.**

4.4 Creusets en platine.

4.5 Dessiccateurs.

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Manipulation de l'échantillon au poste d'échantillonnage

5.1.1 Transférer au moins 10 g du matériau à analyser dans un cruchon (4.3).

5.1.2 Boucher hermétiquement le cruchon.

5.1.3 Transférer rapidement le cruchon au poste de fractionnement (4.1).

### 5.2 Tarage des creusets

5.2.1 Chauffer un creuset (4.4) propre pendant 1 h à une température comprise entre 1 200 °C et 1 250 °C. Laisser refroidir pendant 20 min dans les dessiccateurs (4.5) et 5 min dans le poste de fractionnement (4.1), puis peser à  $\pm 0,1$  mg près. Recommencer le cycle de chauffage jusqu'à l'obtention d'une masse constante, à  $\pm 0,1$  mg près.

5.2.2 Enregistrer la masse constante,  $m_1$ , avec une exactitude de  $\pm 0,1$  mg.

### 5.3 Fractionnement

5.3.1 Le plus rapidement possible après réception du cruchon contenant l'échantillon, transférer environ 1,5 g de l'échantillon dans le creuset taré.

5.3.2 Mesurer et enregistrer la masse brute du creuset,  $m_2$ , avec une précision de  $\pm 0,1$  mg.

5.3.3 En cas de fractionnement de l'échantillon en plusieurs échantillons secondaires, conserver l'échantillon dans le poste de fractionnement pour le peser à nouveau une fois tous les échantillons secondaires prélevés.

5.3.4 En cas de variation de la masse inférieure à 0,1 mg, transférer les échantillons secondaires dans la boîte de chauffage (4.2). Dans le cas contraire, éliminer les échantillons secondaires, ajuster l'hygrométrie de la boîte de fractionnement (4.1) et répéter l'échantillonnage et le mode opératoire.

### 5.4 Chauffage

5.4.1 Chauffer l'échantillon de 1,5 g pendant 1 h à une température comprise entre 1 200 °C et 1 250 °C.

5.4.2 Refroidir pendant 20 min dans les dessiccateurs et peser à  $\pm 0,1$  mg près.

5.4.3 Répéter 5.4.1 et 5.4.2 jusqu'à ce que la masse reste constante à  $\pm 0,1$  mg près.

5.4.4 Enregistrer la nouvelle masse brute,  $m_3$ , avec une exactitude de  $\pm 0,1$  mg.



## 5.5 Autres mesures

**5.5.1** Effectuer une analyse isotopique du plutonium pour calculer sa masse atomique relative moyenne,  $A_r(\text{Pu})$ .

**5.5.2** Effectuer une analyse des impuretés non volatiles à 1 200 °C.

## 6 Expression des résultats

### 6.1 Calcul du facteur de conversion gravimétrique

Calculer le facteur de conversion gravimétrique à l'aide de la Formule (1).

$$C_{\text{Pu}} = \frac{A_r(\text{Pu})}{A_r(\text{Pu}) + 2A_r(\text{O})} \quad (1)$$

où

$A_r(\text{O}) = 15,9994$  est la masse atomique relative de l'oxygène;

$A_r(\text{Pu})$  est la masse atomique relative moyenne du plutonium calculée à l'aide de la Formule (2).

$$A_r(\text{Pu}) = \frac{1}{\frac{m_{238}}{238,050} + \frac{m_{239}}{239,052} + \frac{m_{240}}{240,054} + \frac{m_{241}}{241,057} + \frac{m_{242}}{242,059} + \frac{m_{244}}{244,064}} \quad (2)$$

où  $m_{238}, m_{239}, \dots$  sont les fractions massiques des isotopes  $^{238}\text{Pu}, ^{239}\text{Pu}, \dots$  dans les échantillons.

### 6.2 Calcul de la correction due aux impuretés

Exprimer les résultats des analyses d'impuretés en microgrammes de chaque élément par gramme de l'échantillon initial,  $I_n$ .

Calculer la masse totale des impuretés,  $I_0$ , en grammes, dans l'échantillon chauffé, à l'aide de la Formule (3).

$$I_0 = 10^{-6} \times (m_2 - m_1) \times \sum_n (I_n C_n) \quad (3)$$

où

$m_2 - m_1$  est la masse de l'échantillon avant le chauffage;

$m_2$  est la masse brute avant chauffage, en grammes (échantillon non chauffé plus creuset en platine);

$m_1$  est la masse du creuset en platine, en grammes;

$I_n$  est la masse de l'élément impurété  $n$ , en microgrammes par gramme de l'échantillon initial;

$C_n$  est le facteur de conversion gravimétrique de l'élément  $n$  (voir [Annexe A](#)).

**NOTE** Selon le contexte d'utilisation des résultats, la masse ( $m_2 - m_1$ ) peut nécessiter des corrections de poussée de l'air.