
**Technologie du combustible
nucléaire — Détermination du
plutonium dans les solutions de
nitrate de plutonium pur — Méthode
gravimétrique**

*Nuclear fuel technology — Determination of plutonium in pure
plutonium nitrate solutions — Gravimetric method*

(standards.iteh.ai)

[ISO 8425:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4f4b6de-babf-4575-aedb-5d81c771de79/iso-8425-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4f4b6de-babf-4575-aedb-5d81c771de79/iso-8425-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8425:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4f4b6de-babf-4575-aedb-5d81c771de79/iso-8425-2013>



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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

	Page
Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Interférences	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Mode opératoire	2
8 Expression des résultats	3
8.1 Méthode de calcul.....	3
8.2 Répétabilité.....	4
8.3 Erreurs systématiques.....	5
9 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Facteurs de conversion gravimétrique pour les impuretés non volatiles	6

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8425:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4f4b6de-babf-4575-aedb-5d81c771de79/iso-8425-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4f4b6de-babf-4575-aedb-5d81c771de79/iso-8425-2013>

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).

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/patents).

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/f4f4b6de-babf-4575-aedb-5d81c771de79/iso-8425-2013>

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 8425:1987).

Introduction

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour déterminer, dans des conditions de fidélité et d'exactitude, la concentration en plutonium dans des solutions de nitrate de plutonium pur et des solutions de référence.

Cette méthode repose sur l'oxydation du plutonium suivie de sa pesée.

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 8425:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4f4b6de-babf-4575-aedb-5d81c771de79/iso-8425-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4f4b6de-babf-4575-aedb-5d81c771de79/iso-8425-2013>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8425:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f4f4b6de-babf-4575-aedb-5d81c771de79/iso-8425-2013>

Technologie du combustible nucléaire — Détermination du plutonium dans les solutions de nitrate de plutonium pur — Méthode gravimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique pour déterminer, dans des conditions de fidélité et d'exactitude, la concentration en plutonium dans des solutions de nitrate de plutonium pur et des solutions de référence, contenant entre 100 g et 300 g de plutonium par litre, en milieu acide nitrique.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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

Le principe de la présente méthode est le suivant:

- traitement à l'acide sulfurique d'un prélèvement de masse connue de la solution de nitrate de plutonium et évaporation à sec;
- décomposition du sulfate de plutonium ainsi formé en oxyde par chauffage à l'air;
- chauffage à l'air de l'oxyde à une température comprise entre 1 200 °C et 1 250 °C et pesée sous forme de dioxyde de plutonium stoechiométrique stable et non hygroscopique;
- 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.

4 Interférences

Toutes les impuretés non volatiles interfèrent. Si la fraction massique des impuretés est supérieure à 0,05 %, une correction doit être appliquée. 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. Il n'y a pas d'interférence jusqu'à au moins 1 000 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ de phosphore (présent en tant que phosphate) car celui-ci est perdu pendant le traitement à l'acide sulfurique. Il convient que la teneur en chlorures et que la teneur en fluorures de l'échantillon n'excèdent pas 25 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$.

5 Réactifs

5.1 Eau désionisée, de qualité 1 au minimum, conformément à l'ISO 3696.

5.2 Acide sulfurique, en solution de fraction volumique 50 %.

Tout en agitant, ajouter avec précaution 500 ml d'acide sulfurique de qualité analytique ($\rho = 1,84 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$) à 500 ml d'eau froide distillée ou désionisée (5.1). Laisser refroidir.

6 Appareillage

Équipement courant de laboratoire d'analyse du plutonium.

6.1 Creusets en platine, d'une capacité d'environ 8 ml.

6.2 Burettes à peser, en polyéthylène.

6.3 Four, dans une boîte à gants sous atmosphère d'air, permettant d'obtenir des températures comprises entre 300 °C et 1 250 °C.

6.4 Semi-microbalance, installée dans une boîte à gants sous atmosphère d'air, permettant de peser 25 g avec une exactitude de $\pm 0,1 \text{ mg}$; il convient que la balance et les poids soient certifiés ou étalonnés à $\pm 0,05 \text{ mg}$ près.

6.5 Épiradiateur, dans une boîte à gants.

6.6 Dessiccateurs.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Mode opératoire

ISO 8425:2013

7.1 Chauffer un creuset (6.1) propre pendant 1 h à une température comprise entre 1 200 °C et 1 250 °C. Laisser refroidir pendant 20 min dans un dessiccateur, puis pendant 5 min dans la balance (6.4), avant de peser à $\pm 0,1 \text{ mg}$ près. Recommencer le cycle de chauffage jusqu'à l'obtention d'une masse constante, à $\pm 0,1 \text{ mg}$ près.

7.2 Verser dans le creuset 1 g à 2 g de solution échantillon contenant 0,2 g à 0,4 g de plutonium, préalablement pesés dans une burette à peser en polyéthylène (6.2). Enregistrer les masses (avec la solution échantillon, m_2 , sans la solution échantillon, m_3) à $\pm 0,1 \text{ mg}$ près.

Pour éviter les erreurs dues aux effets thermiques, la burette et la balance doivent être à la même température avant chaque pesée.

7.3 Ajouter 1,0 ml de la solution d'acide sulfurique (5.2) dans le creuset et agiter doucement pour mélanger.

7.4 Faire évaporer la solution sous un épiradiateur (6.5) en chauffant doucement jusqu'à ce que des fumées d'acide sulfurique se forment, puis chauffer plus fortement jusqu'à ce qu'un résidu sec soit obtenu et que les fumées aient pratiquement disparu.

NOTE Le nitrate de plutonium est transformé en sulfate de plutonium pour éviter les projections lors de l'évaporation à sec.

7.5 Sans attendre, transférer le creuset contenant le sulfate de plutonium sec dans le four (6.3) chauffé à environ 300 °C. Maintenir cette température pendant environ 15 min, puis augmenter la température de 5 °C à 10 °C par minute jusqu'à environ 850 °C, température à laquelle le sulfate de plutonium se décompose.

7.6 Augmenter la température jusqu'à ce qu'elle soit comprise entre 1 200 °C et 1 250 °C et laisser chauffer à cette température pendant 1 h.

NOTE Il est également possible d'effectuer les opérations décrites en 7.4, 7.5, et 7.6 dans un four à température programmée et à débit d'air contrôlé.

7.7 Laisser refroidir le creuset et l'oxyde dans un dessiccateur (6.6) pendant 15 min, puis dans la balance pendant 5 min, avant de peser à $\pm 0,1$ mg près.

7.8 Répéter le chauffage à une température comprise entre 1 200 °C et 1 250 °C pendant 1 h (7.6), refroidir et peser comme en 7.7. Répéter les opérations jusqu'à l'obtention d'une masse constante, m_4 , à $\pm 0,05$ mg près, puis enregistrer cette masse.

7.9 Effectuer une analyse isotopique du plutonium sur une prise d'essai distincte de l'échantillon pour calculer sa masse atomique relative moyenne, $A_r(\text{Pu})$.

7.10 Effectuer une analyse des impuretés non volatiles à 1 200 °C, généralement par une méthode de spectrométrie d'émission ou de masse, en exprimant les résultats de chaque impureté en microgrammes par gramme de solution.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

8.1.1 Calculer la masse de la solution échantillon, m_s , en grammes, à l'aide de la Formule (1).

$$m_s = m_2 - m_3 \quad (1)$$

où

m_2 est la masse, en grammes, de la burette à peser avec la solution échantillon;
 m_3 est la masse, en grammes, de la burette à peser sans la solution échantillon;

8.1.2 Calculer la masse de l'oxyde formé, m_0 , en grammes, à l'aide de la Formule (2).

$$m_0 = m_4 - m_1 \quad (2)$$

où

m_4 est la masse, en grammes, du creuset avec l'oxyde;
 m_1 est la masse, en grammes, du creuset vide.

Selon le contexte d'utilisation des résultats, les masses m_s et m_0 peuvent nécessiter des corrections normalisées en raison des effets de poussée de l'air.

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