
**Détermination de la solubilité dans
l'acide nitrique du plutonium des
pastilles (U, Pu) O₂ de combustibles
d'oxydes mixtes non irradiés**

*Determination of solubility in nitric acid of plutonium in unirradiated
mixed oxide fuel pellets (U, Pu) O₂*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21483:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21483:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013>



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
1 Domaine d'application	1
2 Principe	1
3 Interférences	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	2
7 Mode opératoire	2
7.1 Préparation de l'échantillon.....	2
7.2 Mode opératoire de dissolution.....	2
7.3 Traitement du résidu.....	3
7.4 Détermination du plutonium.....	3
7.5 Nouvel essai de solubilité.....	3
8 Expression des résultats	3
8.1 Méthode de calcul.....	3
8.2 Incertitude de mesure totale du Pu.....	4
9 Rapport d'essai	4
Bibliographie	5

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21483:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013>

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, 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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, www.iso.org/patents.

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

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

Cette première édition de l'ISO 21483 annule et remplace l'ISO 12184:1994, qui a fait l'objet d'une révision technique.

ISO 21483:2013
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013>

Détermination de la solubilité dans l'acide nitrique du plutonium des pastilles (U, Pu) O₂ de combustibles d'oxydes mixtes non irradiés

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode analytique permettant de déterminer la solubilité dans l'acide nitrique du plutonium des pastilles de combustibles d'oxydes mixtes non irradiés (combustibles de réacteurs à eau légère). Les résultats obtenus renseignent sur le comportement à la dissolution des pastilles irradiées qui peut être attendu dans des conditions de retraitement industriel. De ce point de vue, les conditions spécifiques (par exemple la durée de l'essai) peuvent varier en fonction du besoin de s'adapter aux exigences d'une usine de retraitement spécifique. L'essai vise à déterminer la solubilité dans des conditions d'équilibre plutôt que la cinétique de dissolution et il autorise donc une seconde période de dissolution.

2 Principe

Un nombre donné de pastilles d'oxydes mixtes ayant une teneur en plutonium et une masse connues est dissous dans une solution d'acide nitrique en ébullition. La concentration initiale de l'acide nitrique, la teneur finale en U et en Pu ainsi que la durée d'ébullition sont soigneusement contrôlées. Le résidu non dissous est ensuite dissous quantitativement par ébullition dans un mélange d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique. La teneur en plutonium de ce résidu est déterminée par une méthode analytique appropriée. La solubilité est exprimée par le rapport entre la quantité de plutonium dissoute dans l'acide nitrique et la quantité de plutonium présente dans l'échantillon.

3 Interférences

L'appareil de dissolution (voir [Article 5](#)) et les réactifs ne doivent pas être contaminés par du fluorure car ce dernier peut entraîner une augmentation de la solubilité des pastilles dans l'acide nitrique.

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique et de l'eau distillée ou déminéralisée ou d'une pureté équivalente. Préparer les réactifs conformément aux instructions de sécurité du laboratoire local.

4.1 Acide nitrique concentré, d'une masse volumique, $\rho = 1,40$ g/ml ou plus.

4.2 Acide nitrique fortement concentré, solution [$c(\text{HNO}_3) = 10$ mol/l].

4.3 Acide nitrique faiblement concentré, solution [$c(\text{HNO}_3) = 0,5$ mol/l].

4.4 Acide fluorhydrique concentré, d'une masse volumique, $\rho = 1,13$ g/ml.

4.5 Mélange d'acides, tels que acide nitrique, solution [$c(\text{HNO}_3) = 14,4$ mol/l], acide fluorhydrique, solution [$c(\text{HF}) = 0,05$ mol/l].

4.6 Hydroxyde de sodium, solution [$c(\text{NaOH}) = 2$ mol/l] (facultatif).

5 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire et, notamment, ce qui suit.

5.1 Balance analytique, d'une exactitude d'au moins 0,1 mg.

5.2 Appareil de dissolution avec réfrigérant à reflux total, composé d'un ballon de dissolution (en verre borosilicaté ou en PEHD), d'un réchauffeur, d'un réfrigérant à reflux total et d'un tube d'entrée de gaz. La capacité volumique du ballon doit correspondre à la taille de l'échantillon choisie à [l'Article 6](#).

5.3 Appareil de dissolution sans réfrigérant à reflux total, composé d'un ballon de dissolution (en verre borosilicaté ou en PEHD), d'un réchauffeur, d'un réfrigérant et d'un flacon laveur de gaz. La capacité volumique du ballon doit correspondre à la taille de l'échantillon choisie à [l'Article 6](#).

5.4 Second appareil de dissolution (en PTFE ou en PEHD), pour la dissolution dans le mélange d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique. Cette seconde dissolution est réalisée avec le réfrigérant à reflux total ([Article 5](#)).

5.5 Appareil de filtration, composé d'un entonnoir sous vide et d'un filtre résistant à l'acide nitrique d'une porosité inférieure ou égale à 1 micron (par exemple membrane de 1 µm en nitrocellulose ou en polycarbonate).

6 Échantillonnage

La taille de l'échantillon doit être suffisante pour être représentative du lot; des pastilles entières ou brisées sont acceptables pour cet essai. La taille minimale de l'échantillon peut être choisie en fonction de la composition des pastilles et de la limite de détection du laboratoire. Dans tous les cas, la taille minimale doit être supérieure ou égale à 1 pastille.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'échantillon

Peser les pastilles et les transférer quantitativement dans le ballon de dissolution ([5.2](#) et [5.3](#)). Pour obtenir une concentration en métaux lourds d'environ 1 mol/l, le volume total, V , en litres, de la solution d'acide nitrique ([4.2](#)) à utiliser est donné par:

$$V = \frac{m}{cM}$$

où

m est la somme des masses d'uranium et de plutonium dans l'échantillon, en grammes;

M est la masse atomique moyenne des métaux, en grammes par mole;

c est la concentration en uranium et en plutonium dans la solution, en moles par litre. ($c = 1$ mol/l). Cette valeur correspond à la pratique en matière de «dissolution de retraitement du combustible usé».

7.2 Mode opératoire de dissolution

Introduire le volume calculé de solution d'acide nitrique ([4.2](#)) dans le ballon contenant les pastilles échantillons. Porter à ébullition le contenu du ballon sous reflux pendant la durée spécifiée (par exemple 10 h ou 18 h). La durée requise pour l'essai de solubilité dépend du contrat commercial et de ce qui a

été convenu avec le client. L'ébullition doit commencer dans les 30 min qui suivent. Il convient que le refroidissement en dessous de 50 °C environ se termine dans les 30 min qui suivent. Pour éviter tout retard au niveau du refroidissement, de l'air comprimé peut être injecté dans la solution. La vapeur nitreuse qui se forme peut être piégée dans un flacon laveur de gaz rempli d'une solution d'hydroxyde de sodium (4.6).

7.3 Traitement du résidu

Transférer quantitativement la solution et le résidu non dissous dans l'appareil de filtration et filtrer la solution dans l'entonnoir sous vide. Rincer soigneusement le résidu sur le filtre avec la solution d'acide nitrique (4.3).

Si le résidu filtré contient des fragments de pastilles, ceci peut indiquer un problème de fabrication du matériau du MOX. Répéter l'essai en utilisant un filtre taré pour peser le résidu (7.5).

Placer le filtre et le résidu dans un ballon de dissolution (5.4) et ajouter environ 25 ml de mélange d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique (4.5). Chauffer l'acide jusqu'à son point d'ébullition et poursuivre l'ébullition sous reflux jusqu'à ce que le résidu soit complètement dissous et au moins pendant 2,5 h.

En règle générale, au bout de cette durée aucun résidu n'est plus présent après une dissolution dans un mélange de HNO₃/HF. S'il reste du résidu, alors il est possible d'ajouter de l'acide fluorhydrique (0,05 mol/l) pour obtenir la dissolution totale.

7.4 Détermination du plutonium

Compléter la solution résultant du traitement du résidu non dissous à un volume connu ou une masse connue. Prélever des échantillons et analyser leur teneur en plutonium selon une méthode appropriée. La méthode doit présenter une incertitude de 20 % au maximum, même en présence d'impuretés de concentrations plus élevées dans le matériau dissous. La méthode spectrophotométrique décrite dans l'ISO 9463 convient. D'autres méthodes, telles que la spectrométrie de masse (TIMS ou ICPMS), peuvent également être employées.

7.5 Nouvel essai de solubilité

Si des fragments de pastilles visibles sont observés dans le résidu lors du premier essai de dissolution (7.2), réaliser un autre essai sur un nouvel échantillon. Pour cet essai, la durée d'essai (de 18 h au maximum), la concentration d'acide nitrique (jusqu'à 10 mol/l) et la concentration en U + Pu (0,9 mol/l) doivent être définies avant de réaliser l'essai. Il convient de consigner les conditions de chaque essai et les résultats correspondants.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

La solubilité du plutonium, L , exprimée en fraction massique en pourcentage, est calculée selon l'équation suivante:

$$L = \left\{ 1 - \frac{m_2}{m_1 W_{Pu}} \right\} \times 100$$

où

m_1 est la masse de l'échantillon, en grammes;

m_2 est la masse de plutonium dans le résidu, en grammes;

W_{Pu} est la fraction massique de plutonium dans l'échantillon.

8.2 Incertitude de mesure totale du Pu

L'incertitude totale dépend de la fraction massique de plutonium, W_{Pu} , et de la méthode analytique utilisée pour déterminer la teneur en plutonium dans le résidu. Généralement, pour un matériau ayant une fraction massique supérieure à 5 % et pour une taille d'échantillon d'au moins 6 g, une incertitude totale de 20 % peut être obtenue.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) la date et le lieu de l'essai;
- c) l'identification et la masse de l'échantillon;
- d) la référence de la méthode analytique utilisée;
- e) la méthode de calcul des résultats, y compris la durée d'ébullition;
- f) les résultats et leurs unités;
- g) tout événement inhabituel observé pendant l'essai;
- h) l'augmentation potentielle de la durée de dissolution;
- i) toute opération considérée comme facultative.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013>

Bibliographie

- [1] ISO 9463, *Énergie nucléaire — Technologie du combustible nucléaire — Détermination du plutonium dans les solutions d'acide nitrique par spectrophotométrie*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21483:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99925e83-c3e5-4e47-b6b0-49bcc6d51545/iso-21483-2013>