

---

---

**Technologie du combustible  
nucléaire — Détermination de  
la teneur isotopique et de la  
concentration d'uranium et du  
plutonium dans les matières  
nucléaires en solution d'acide nitrique  
par spectrométrie de masse à thermo-  
ionisation**

*(standard)*

*Nuclear fuel technology — Determination of the isotopic and  
elemental uranium and plutonium concentrations of nuclear  
materials in nitric acid solutions by thermal-ionization mass  
spectrometry*



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

ISO 8299:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/baa0c317-643a-46d3-942f-0fb468cdc57c/iso-8299-2019>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

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>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>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Matériaux de référence et réactifs</b> .....	<b>3</b>
5.1    Traceurs et matériaux de référence.....	3
5.2    Autres réactifs chimiques.....	4
5.3    Résine, applicable pour la séparation/purification du plutonium et de l'uranium.....	4
5.3.1    Généralités.....	4
5.3.2    Préparation des résines.....	5
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>6</b>
<b>7</b> <b>Appareillage de spectrométrie de masse</b> .....	<b>6</b>
<b>8</b> <b>Préparation des échantillons</b> .....	<b>7</b>
8.1    Sous-échantillonnage et traçage.....	7
8.1.1    Échantillons de pastilles ou de poudre.....	7
8.1.2    Échantillons de solution concentrée de combustible nucléaire (telle qu'une solution de retraitement).....	8
8.1.3    Échantillons de solution de nitrate de plutonium (telle que la solution produite par une usine de retraitement).....	8
8.1.4    Échantillons de nitrate séchés.....	9
8.2    Ajustement de la valence chimique.....	9
8.2.1    Ajustement de la valence à l'aide d'une solution ferreuse.....	9
8.2.2    Ajustement de la valence à l'aide de peroxyde d'hydrogène.....	9
8.3    Séparation/Purification de l'échantillon.....	10
8.3.1    Échange d'ions à l'aide de résine échangeuse d'anions.....	10
8.3.2    Purification à l'aide de résines de séparation par extraction (voir <a href="#">5.3.2.2</a> ).....	11
8.4    Répétition des traitements.....	11
<b>9</b> <b>Préparation des filaments</b> .....	<b>11</b>
9.1    Dégazage des filaments.....	11
9.2    Dépose de l'échantillon.....	11
9.2.1    Dépose normale de l'échantillon.....	11
9.2.2    Technique de chargement au graphite.....	12
9.2.3    Chargement de perles de résine sur des filaments individuels pour les échantillons de Pu.....	12
9.3    Montage des filaments (préparation des assemblages de filaments).....	12
<b>10</b> <b>Étalonnage de l'instrument</b> .....	<b>12</b>
10.1    Étalonnage de la masse.....	12
10.2    Étalonnage du gain pour les multidétecteurs Faraday.....	12
10.3    Étalonnage des détecteurs Faraday.....	13
10.4    Étalonnage de la discrimination de masse.....	13
<b>11</b> <b>Mesurages spectrométriques de la masse isotopique</b> .....	<b>14</b>
11.1    Mesurages par évaporation totale à l'aide d'un assemblage de filaments individuels ou doubles et d'un système de multi-collecteurs de type «cage de Faraday».....	14
11.2    Méthode par correction du biais utilisant un assemblage de filaments doubles et un système de multi-collecteurs de type «cage de Faraday».....	14
<b>12</b> <b>Calcul des résultats</b> .....	<b>15</b>
12.1    Calcul des intensités de courant ionique.....	15
12.2    Calcul de la moyenne, de la moyenne pondérée et de l'écart-type d'un ensemble de rapports $x_p$ ( $i = 1 \dots N$ ).....	15

12.3	Correction de la discrimination de masse.....	15
12.4	Calcul du pourcentage d'abondance atomique $A_i$ .....	16
12.5	Calcul du pourcentage de masse isotopique $W_j$ .....	16
12.6	Calcul de la concentration .....	16
12.7	Correction de la décroissance de l'isotope .....	17
<b>13</b>	<b>Blancs</b> .....	<b>18</b>
<b>14</b>	<b>Contrôle qualité</b> .....	<b>18</b>
<b>15</b>	<b>Incertitude de mesure</b> .....	<b>18</b>
15.1	Analyse élémentaire.....	19
15.2	Analyse isotopique.....	19
<b>16</b>	<b>Interférences</b> .....	<b>20</b>
<b>Annexe A (normative) Préparation et étalonnage des solutions de traçage</b> .....		<b>21</b>
<b>Bibliographie</b> .....		<b>28</b>

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

ISO 8299:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/baa0c317-643a-46d3-942f-0fb468cdc57c/iso-8299-2019>

## 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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires, et radioprotection*, sous-comité SC 5, *Installations nucléaires, procédés et technologies*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 8299:2005), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- la procédure de préparation de la résine utilisée pour la séparation et la purification des échantillons a été ajoutée en [5.3](#);
- la procédure de préparation des échantillons à partir de pastilles, de poudre et d'autres formes de matériaux ajoutés à la solution a été ajoutée en [8.1](#);
- l'incertitude de mesure est traitée à l'[Article 15](#) au lieu de la répétabilité et de l'exactitude.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

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

ISO 8299:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/baa0c317-643a-46d3-942f-0fb468cdc57c/iso-8299-2019>

# Technologie du combustible nucléaire — Détermination de la teneur isotopique et de la concentration d'uranium et du plutonium dans les matières nucléaires en solution d'acide nitrique par spectrométrie de masse à thermo-ionisation

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination de la teneur isotopique et de la concentration d'uranium et du plutonium dans les matières nucléaires en solution d'acide nitrique par spectrométrie de masse à thermo-ionisation.

La méthode s'applique à la composition isotopique de l'uranium et du plutonium et au mesurage de la concentration des combustibles usés dans les réacteurs Magnox et à eau légère (réacteurs à eau bouillante ou à eau pressurisée), dans les produits sortants des usines de retraitement des combustibles usés, ainsi que dans les matières premières et les produits de fabrication de combustibles MOX et UOX. La méthode est applicable à d'autres combustibles, mais la séparation chimique et la solution de traçage sont adaptées à chaque type de combustible, le cas échéant.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 10980, *Vérification du titre des solutions de référence utilisées pour la mesure des concentrations*

## 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

## 4 Principe

La méthode décrite s'appuie sur les mesurages du rapport isotopique par spectrométrie de masse à thermo-ionisation (TIMS). L'analyse TIMS nécessite une séparation isotopique des différents éléments ayant une masse identique ou similaire à celle des isotopes des éléments mesurés, par exemple l' $^{238}\text{U}$  et l' $^{241}\text{Am}$  influencent respectivement la détermination des pourcentages  $^{238}\text{Pu}$  et  $^{241}\text{Pu}$ . La méthode de séparation sur colonne des éléments (interférents) Pu et U est décrite à l'[Article 8](#). D'autres méthodes de séparation peuvent être utilisées à condition qu'elles permettent d'obtenir une séparation de qualité similaire. L'extraction par chromatographie sur colonne décrite dans l'ISO 15366 (toutes les parties) est un exemple d'alternative adaptée.

La méthode décrite se compose de deux mesurages TIMS séparés:

a) mesurage isotopique

Un mesurage est effectué afin de déterminer la composition isotopique de l'élément dans l'échantillon. L'abondance de l'isotope  $^{238}\text{Pu}$  est déterminée en combinant la spectrométrie de masse conformément à la présente méthode et la spectrométrie alpha conformément aux indications de l'ISO 11483, si l'interférence de l'isobare  $^{238}\text{U}$  n'est pas éliminée par séparation chimique;

b) mesurage de la concentration des éléments

Un deuxième mesurage est effectué sur un échantillon et un mélange tracé composé d'un isotope artificiellement enrichi de l'élément à analyser. La concentration de l'élément de l'échantillon est déterminée en calculant la différence de composition isotopique avant et après ajout du mélange tracé de l'échantillon. Cette méthode de mesure de la concentration d'un élément est appelée dilution isotopique et spectrométrie de masse (IDMS). Le traçage peut être réalisé en utilisant un traceur isotopique qui est présent, très peu présent, ou absent dans l'échantillon non tracé. L'utilisation de traceurs d' $^{233}\text{U}$  ou d' $^{244}\text{Pu}$  peut éliminer la nécessité d'un mesurage isotopique dans l'échantillon non tracé pour déterminer la concentration en uranium et en plutonium. Toutefois, il est normalement intéressant de mesurer à la fois la composition isotopique et la concentration en éléments. Il est également plus courant d'utiliser un traceur moins coûteux obtenu à partir d' $^{239}\text{Pu}$ , d' $^{240}\text{Pu}$ , d' $^{242}\text{Pu}$  ou d' $^{235}\text{U}$ . La méthode IDMS nécessite des mesurages précis des masses de l'échantillon et du traceur dans le mélange. Il est nécessaire que la composition isotopique et la concentration du traceur soient connues ou mesurées avec exactitude et qu'elles présentent des incertitudes réduites. Les calculs de l'IDMS sont décrits en 12.6.

La méthode IDMS inclut les étapes suivantes:

- dilution massique de l'échantillon si nécessaire;
- aliquotage et ajout de traceur massique; [ISO 8299:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/baa0c317-643a-46d3-942f)
- ajustement de la valence et échange chimique d'isotopes aboutissant à un mélange isotopique équilibré;
- purification/séparation chimique;
- dépose de l'échantillon et oxydation sur filaments;
- mesurages du rapport isotopique par TIMS sur les fractions tracée et non tracée.

Cette procédure décrit les deux méthodes de mesure par TIMS:

- évaporation totale (TE), mesurages par multi-collecteurs de type «cage de Faraday». Cette méthode consomme entièrement l'échantillon. Le faisceau d'ions de l'élément est entièrement recueilli. Cette méthode présente plusieurs avantages. Elle permet de mesurer précisément de petites quantités d'échantillons, de calculer facilement le facteur de discrimination de masse et est facilement adoptée pour les mesurages automatiques. La méthode par évaporation totale (TE) repose presque entièrement sur des mesurages séparés des étalons pour calculer l'incertitude et la fidélité des mesures;
- méthode par correction du biais (mesurages conventionnels par multi-collecteurs de type «cage de Faraday»). Dans la méthode par correction du biais, les différents isotopes sont collectés pendant une période limitée de l'évaporation de l'échantillon. Les données sont collectées en blocs, contenant généralement 10 à 20 ensembles (balayages) de mesures. Avec la méthode par correction du biais, il est possible de calculer la fidélité des mesurages du rapport au sein de chaque bloc et entre les blocs, puis d'utiliser les données de fidélité interne pour évaluer la qualité des mesurages filament par filament.



## 5 Matériaux de référence et réactifs

Sauf indication contraire, les solutions énumérées ci-dessous sont préparées à partir de réactifs de qualité analytique.

### 5.1 Traceurs et matériaux de référence

Les matériaux et solutions de référence utilisés pour confirmer la performance des instruments et les traceurs pour la dilution d'isotopes sont présentés ci-dessous.

#### 5.1.1 Solution titrée d'uranium, préparée par l'une des méthodes suivantes:

- à partir de métal d'uranium naturel dont la concentration élémentaire est certifiée à 0,05 % ( $k = 2$ ) ou mieux, par exemple NBL-CRM-112A (ex NBS-960D), EC-101, CETAMA-MU-2;
- à partir d'un autre métal d'uranium, d'une poudre ou d'une pastille d'uranium dont la concentration élémentaire est certifiée à 0,05 % ( $k = 2$ ) ou mieux, par exemple NBL-CRM-116-A (métal UHE), CRM-125-A (pastille de  $UO_2$ ) et CRM-129 (poudre de  $U_3O_8$ ).

#### 5.1.2 Solution titrée de plutonium, préparée par l'une des méthodes suivantes:

- métal de plutonium dont la concentration élémentaire est certifiée à 0,05 % ( $k = 2$ ) ou mieux, par exemple NBL-CRM-126 ou 126-A, EC-201, CETAMA-MP2 ou NBS-949, avec une abondance isotopique en  $^{239}Pu$  de 90 % ou plus, certifiée à 0,05 % ( $k = 2$ ) ou mieux; les mêmes exigences d'abondance isotopique s'appliquent si de  $^{240}Pu$ , de  $^{242}Pu$  ou de  $^{244}Pu$  est utilisé en tant que traceur isotopique;
- solution titrée de plutonium enrichie en isotope  $^{240}Pu$ ,  $^{242}Pu$  ou  $^{244}Pu$  si de  $^{239}Pu$  enrichi à 97 % est utilisé comme traceur.

Pour les solutions titrées d'uranium et de plutonium, d'autres solutions étalons traçables à l'aide de ces matériaux de référence certifiés (MRC) ou vérifiées au moyen d'une intercomparaison en laboratoire peuvent également être utilisées. Voir l'[Annexe A](#) et l'ISO 10980 pour la préparation et la validation de ces solutions.

#### 5.1.3 Traceur d'uranium certifié en composition isotopique et chimique, par exemple IRMM-040, IRMM-041, IRMM-042, NBL-CRM-111A (ex NBS-995), NBL-CRM-135 ou NBL-CRM-U930D.

**5.1.4 Traceur de plutonium certifié en composition isotopique et chimique**, par exemple IRMM-041, IRMM-043, IRMM-044, IRMM-049, NBL-CRM-130 (nitrate de  $^{242}Pu$ ), NBL-CRM-131 (nitrate de  $^{244}Pu$ , ex NBS-996), NBL-CRM-144 (mélange de nitrates de  $^{240}Pu$ , de  $^{242}Pu$ , et de  $^{244}Pu$ ), NBL-CRM-126 (métal d' $^{239}Pu$  enrichi à 97 %), NBL-CRM-126A (métal d' $^{239}Pu$  enrichi à 93 %) ou CETAMA-MP2 (métal d' $^{239}Pu$  enrichi à 97 %).

**5.1.5 Solution de traçage d'uranium/plutonium mixte certifiée en composition isotopique et chimique**, par exemple IRMM-046 (mélange de traceur d' $^{233}U/^{242}Pu$ ). Également, solution de nitrate contenant 0,2 mg/g à 0,3 mg/g d' $^{235}U$  et 1 µg/g à 2 µg/g d' $^{242}Pu$ , préparée à partir de matériaux de référence tels que NBL-CRM-135 ou NBL-CRM-U930D et IRMM-049 ou NBL-CRM-130.

**5.1.6 Traceur de type LSD (Large-Size Dried) certifié en composition isotopique et chimique, et séché**, par exemple la série IRMM-1027, contenant environ 50 mg d' $^{235}U$  enrichi à 20 % et 1 mg ou 2 mg d' $^{239}Pu$  enrichi à 90 % ou plus.

**5.1.7 Traceur d'uranium/plutonium mixte**, contenant 0,2 mg/g - 0,3 mg/g d' $^{235}U$  et 1 µg/g - 2 µg/g d' $^{242}Pu$  dans l'acide nitrique, 7 mol/l, préparé à partir de matériaux certifiés tels que NBL-CRM-135 ou NBL-CRM-U930-D, et IRMM-049 ou NBL-CRM-130.

NOTE Si les traceurs certifiés 5.1.3, 5.1.4, 5.1.5, 5.1.6 ou 5.1.7 ne sont pas disponibles, un traceur de type LSD préparé en interne en mélangeant des MRC d'uranium [par exemple NBL-CRM-112A (uranium naturel) et/ou NBL-CRM-116 ou 116A] et des MRC de plutonium (NBL-CRM-126 ou 126A ou CETAMA-MP2) ou à partir de solutions de référence (voir 5.1.1 et 5.1.2) peut également être utilisé.

Les traceurs souhaités peuvent être préparés et étalonnés conformément à l'ISO 10980. Des procédures appropriées sont décrites à l'Annexe A.

Les traceurs séchés, les traceurs en solution et les traceurs de type LSD sont ci-après désignés par le terme «traceurs».

**5.1.8 Matériaux de référence isotopiques certifiés**, couvrant la gamme isotopique étudiée, et certifiés à 0,1 % ou mieux pour les principaux rapports isotopiques, tels que IRMM-290, NBL-CRM-128, NBL-CRM-136, NBL-CRM-137 (ex NBS-947), NBL-CRM-144, NBL-CRM-122, CEA-MIRF-01, AEAT-UK-Pu3 pour le plutonium, et IRMM-072, EC-NRM-199, NBL-CRM-010, NBL-CRM-030, NBL-CRM-117, NBL-CRM-U005A à NBL-CRM-U930-D, IRMM-183 à IRMM-187, CEA-MIRF-02, AEAT-UK-U2 pour l'uranium.

## 5.2 Autres réactifs chimiques

En principe, il convient de préparer les réactifs d'oxydoréduction immédiatement avant leur utilisation.

**5.2.1 Solutions d'acide nitrique**,  $c(\text{HNO}_3) = 0,3 \text{ mol/l}, 1 \text{ mol/l}, 3 \text{ mol/l}, 4 \text{ mol/l}, 7 \text{ mol/l}$  et autres.

**5.2.2 Sulfate ferreux**,  $c(\text{FeSO}_4) = 0,2 \text{ mol/l}$ , dans l'acide amidosulfurique,  $c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}) = 0,2 \text{ mol/l}$ , et acide sulfurique,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$ , récemment préparé.

**5.2.3 Nitrite de sodium**,  $c(\text{NaNO}_2) = 0,7 \text{ mol/l}$ , récemment préparé.

**5.2.4 Solution de peroxyde d'hydrogène**,  $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 10 \text{ mol/l}$ .

**5.2.5 Nitrate d'argent**,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$  ou adapté pour la méthode par précipitation.

**5.2.6 Acide ascorbique**,  $c(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 0,1 \text{ mol/l}$  dans l'acide nitrique 0,1 mol/l.

**5.2.7 Acide fluorhydrique**,  $c(\text{HF}) = 0,001 \text{ mol/l}, 0,05 \text{ mol/l}$  ou 27 mol/l. Le HF peut être mélangé avec la solution d'acide nitrique avant utilisation.

**5.2.8 Hydroxyde de sodium**,  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ .

**5.2.9 Sulfate d'ammonium**,  $c((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

## 5.3 Résine, applicable pour la séparation/purification du plutonium et de l'uranium

### 5.3.1 Généralités

La récupération complète (séparation à 100 %) du plutonium ou de l'uranium n'est pas nécessaire pour effectuer la mesure IDMS. Pour les échantillons d'oxydes mixtes, il est recommandé de corriger la composition isotopique de l' $^{238}\text{Pu}$  par spectrométrie alpha. Les résines suivantes, ou d'autres matériaux et procédures de préparation permettant d'obtenir des performances équivalentes, peuvent également être appliqués.

## 5.3.2 Préparation des résines

### 5.3.2.1 Résines échangeuses d'anions<sup>1)</sup>

Il convient que les résines dans de l'acide chlorhydrique soient reconditionnées dans de l'acide nitrique par l'une des procédures suivantes, ou toute autre procédure permettant d'obtenir une séparation de qualité similaire, puis stockées dans de l'eau distillée.

- a) 2 fois le volume équivalent du lit de résine en eau distillée;
- 2 fois le volume équivalent du lit de résine en acide nitrique à 0,3 mol/l (5.2.1);
- 2 fois le volume équivalent du lit de résine en acide nitrique à 4 mol/l (5.2.1);
- avec le volume équivalent du lit de résine en acide nitrique entre 7 mol/l et 8 mol/l (5.2.1) jusqu'à ce qu'un échantillon de la solution surnageante ne donne plus de précipité de chlorure après ajout de nitrate d'argent (5.2.5) ou confirmation à l'aide d'un papier d'essai Cl.
- b) Avec 20 fois le volume du lit de résine en hydroxyde de sodium à 1 mol/l (5.2.8) puis laver avec de l'eau distillée;
- 2 fois le volume du lit de résine en sulfate d'ammonium à 0,5 mol/l (5.2.9) puis laver avec de l'eau distillée;
- 10 fois le volume du lit de résine en acide nitrique à 1,3 mol/l (5.2.1) puis laver avec de l'eau distillée;
- 3 fois le volume du lit de résine en hydroxyde de sodium à 1 mol/l (5.2.8) puis laver avec de l'eau distillée;
- 3 fois le volume du lit de résine en acide nitrique à 1,3 mol/l (5.2.1) puis laver avec de l'eau distillée;
- 3 fois le volume du lit de résine en hydroxyde de sodium à 1 mol/l (5.2.8) puis laver avec de l'eau distillée;
- 3 fois le volume du lit de résine en acide nitrique à 1,3 mol/l (5.2.1) puis laver avec de l'eau distillée.
- c) 2 fois le volume équivalent du lit de résine en eau distillée;
- 2 fois le volume équivalent du lit de résine en hydroxyde de sodium à 1 mol/l (5.2.8);
- avec le volume équivalent du lit de résine en eau distillée;
- avec le volume équivalent du lit de résine en acide nitrique à 3 mol/l (5.2.1) jusqu'à ce qu'un échantillon de la solution surnageante ne donne plus de précipité de chlorure après ajout de nitrate d'argent (5.2.5) ou confirmation à l'aide d'un papier d'essai Cl.

### 5.3.2.2 Résines de séparation par extraction<sup>2)</sup>

- a) Conditionnement: immédiatement avant utilisation, ajouter l'équivalent d'environ 3 à 4 fois le volume de résine en acide nitrique à 3 mol/l (5.2.1) afin de conditionner la résine sous forme de nitrate. Une concentration d'acide nitrique différente peut être appliquée si une efficacité suffisante est confirmée.

1) Les résines échangeuses d'anions AG1 ou AG2 sont des exemples de produits appropriés fournis par Bio-rad. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de la part de l'ISO quant au produit désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent au même résultat.

2) Les résines TEVA d'Eichrom ou de Tristen sont des exemples de produits appropriés disponibles dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de la part de l'ISO quant au produit désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent au même résultat.

- b) Stockage: il convient de stocker les résines dans un b cher conique obtur  et de les utiliser dans les quelques jours qui suivent le conditionnement. Si elles sont rinc es   l'eau apr s le conditionnement ci-dessus, elles peuvent  tre stock es pendant un mois.

**AVERTISSEMENT** — Il convient de rincer la r sine   l'eau apr s l'avoir utilis e pour la s paration, ou apr s ajustement   l' tat nitrique sans l'avoir utilis e. Le stockage de la r sine pendant plus de quelques jours dans de l'acide nitrique peut entra ner une d composition explosive.

## 6 Appareillage

**6.1 Cellules blind es  quip es de manipulateurs ou de pinces**, pour effectuer   distance les pr parations chimiques sur des solutions hautement radioactives.

**6.2 Bo tes   gants**, pour manipuler des solutions de combustible us  dilu es ou de petits  chantillons de plutonium exempts de produits de fission.

**6.3 Balance analytique**, avec une incertitude de  $\pm 0,1$  mg, install e dans une cellule blind e ou une bo te   gants.

**6.4 Pipette et support**, avec embout de pipette jetable, install s dans une cellule blind e ou une bo te   gants.

**6.5 Plaque chauffante**, dans une bo te   gants pour ventiler les solutions dilu es ou dissoudre les traceurs. Il est recommand  de l'utiliser en parall le avec un syst me de condensation de la vapeur.

**6.6 Colonnes chromatographiques jetables**, de dimensions approximatives de 4 mm de diam tre int rieur, 45 mm de hauteur et une partie sup rieure d'une capacit  de 10 ml. Des colonnes de dimensions diff rentes peuvent  tre utilis es   condition que les volumes des  luants soient correctement adapt s.

**6.7 Mat riel de laboratoire courant**, compos  de pipettes et de r cipients en plastique jetables, de flacons, de b chers et de fioles.

## 7 Appareillage de spectrom trie de masse

**7.1 Spectrom tres de masse**, con us pour mesurer pr cis ment les compositions isotopiques pr sentant au minimum les caract ristiques suivantes.

### 7.1.1 Sp cifications g n rales

- |                                |   |
|--------------------------------|---|
| — Plage de masses:             | 10 amu   280 amu.   |
| — R solution:                  | > 380 %   5 % de la hauteur de pic; il convient de mesurer cette r solution aux masses d'235U et d'238U.  |
| — Plan it  sup rieure de pic:  | Moins de $10^{-4}$ de variation relative (300 ppm par masse) dans le signal pour une variation de $\pm 0,025$ unit s de masse avec un d tecteur   cage de Faraday; moins de $10^{-3}$ de variation relative avec un d tecteur   multiplicateur d' lectrons. |
| — Sensibilit    l'abondance:   | $< 5 \times 10^{-6}$   la masse 237 par rapport   la masse 238.   |
| — Sensibilit  et transmission: | > 1 ion collect  pour 5 000 atomes d'uranium sur le filament de l' chantillon.  |