

---

---

**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*

(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 9463:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/15957a54-a6b7-4662-9f3a-cd1e04e9be79/iso-9463-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/15957a54-a6b7-4662-9f3a-cd1e04e9be79/iso-9463-2019>



iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 9463:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/15957a54-a6b7-4662-9f3a-cd1e04e9be79/iso-9463-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/15957a54-a6b7-4662-9f3a-cd1e04e9be79/iso-9463-2019>



**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  
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>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>Conditions chimiques</b> .....	<b>1</b>
5.1    Stabilité du Pu(VI).....	1
5.2    Vitesse d'oxydation du Pu(IV) en Pu(VI).....	2
5.3    Destruction de l'excès d'oxydant.....	2
5.4    Comparaison du Ce(IV) et de l'Ag(II).....	2
5.5    Coefficient d'extinction molaire du Pu(VI).....	2
<b>6</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>3</b>
6.1    Généralités.....	3
6.2    Réactifs communs aux méthodes utilisant comme oxydant l'oxyde argentique ou le cérium.....	3
6.3    Réactifs pour la méthode utilisant l'oxyde argentique comme oxydant.....	3
6.4    Réactifs pour la méthode utilisant le Ce(IV) comme oxydant.....	4
<b>7</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire d'analyse</b> .....	<b>4</b>
8.1    Préparation des différentes solutions.....	5
8.1.1    Solution étalon de plutonium.....	5
8.1.2    Solutions échantillons.....	6
8.2    Réglages du spectrophotomètre.....	7
8.3    Mesurages.....	7
8.3.1    Mesurage du fond.....	7
8.3.2    Mesurages sur la solution d'étalonnage.....	7
8.3.3    Mesurages sur la solution échantillon.....	8
<b>9</b> <b>Expression du résultat</b> .....	<b>8</b>
9.1    Calcul de la concentration en plutonium dans l'échantillon.....	8
9.2    Reproductibilité.....	8
9.3    Limite de détection.....	9
<b>10</b> <b>Interférences</b> .....	<b>9</b>
10.1    Anions.....	9
10.2    Cations.....	10
<b>Annexe A (informative) Préparation d'oxyde argentique (II) (AgO)</b> .....	<b>11</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>12</b>

## 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*. 9463-2019

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 9463:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique. Le changement principal par rapport à l'édition précédente consiste en l'utilisation de poudre d'oxyde argentique (II) pour l'ajustement de la valence du plutonium.

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).

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

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'analyse par spectrophotométrie, destinée à déterminer la concentration en plutonium dans des solutions d'acide nitrique, le spectrophotomètre étant mis en œuvre dans des chaînes blindées et des boîtes à gants permettant l'analyse de solutions de hautes activités. La méthode est habituellement applicable, sans interférence, même en présence de nombreux cations, pour une concentration en plutonium supérieure à  $0,5 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$  dans l'échantillon d'origine avec une incertitude, avec un facteur d'élargissement  $k = 1$ , de moins de 5 %.

La méthode est destinée aux contrôles à différents stades du processus dans une usine de retraitement de combustible nucléaire ou dans d'autres installations nucléaires.

## 2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

## 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

Le plutonium est oxydé quantitativement à l'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 du plutonium (VI) ( $\text{PuO}_2^{2+}$ ) à une longueur d'onde de 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 nitrate).

## 5 Conditions chimiques

### 5.1 Stabilité du Pu(VI)

Le Pu(VI) est très stable dans les conditions opératoires de la méthode, dans le domaine  $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} < c(\text{H}^+) < 5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ .

## 5.2 Vitesse d'oxydation du Pu(IV) en Pu(VI)

La vitesse d'oxydation par le Ce(IV) diminue quand l'acidité augmente. Avec la quantité de réactif préconisée dans la méthode, l'oxydation est complète en 2 min ou plus, dans le milieu acide nitrique à 2 mol·l<sup>-1</sup> ou 3 mol·l<sup>-1</sup>.

Par exemple, l'oxydation du Pu(IV) en milieu acide nitrique à 4 mol·l<sup>-1</sup> est terminée en 10 min à 15 min lorsque le rapport initial Ce/Pu est supérieur à 20[2].

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

En outre, le potentiel d'oxydo-réduction de l'Ag<sup>2+</sup>/Ag<sup>+</sup> est plus élevé que celui du Ce<sup>4+</sup>/Ce<sup>3+</sup> et est mieux adapté à la présence de traces organiques en solution.

En revanche, le cérium présente l'avantage d'être stable dans l'acide sulfurique, ce qui permet de l'ajouter en quantité quantitative dans la solution à analyser.

## 5.3 Destruction de l'excès d'oxydant

Avec le cérium, le réactif et sa forme réduite, Ce(III), en excès n'interfèrent pas (pas d'absorption au-dessus de 450 nm), et il n'est pas nécessaire de le détruire[2].

Avec l'oxyde argentique comme oxydant, le réactif en excès doit être détruit par réaction avec un léger excès d'acide sulfamique ou par augmentation de la température[2].

## 5.4 Comparaison du Ce(IV) et de l'Ag(II)

Pour ce qui est de l'oxydation du Pu(IV) en Pu(VI), la réactivité et l'utilisation du Ce(IV) et de l'Ag(II) sont comparées dans le [Tableau 1](#), afin d'aider l'analyste à choisir le réactif le plus approprié pour l'oxydation.

**Tableau 1 — Comparaison du Ce(IV) et de l'Ag(II)**

Oxydant	Ag(II)	Ce(IV)
Introduction des réactifs	-	+
Interférences spectrales	-	+
Pouvoir oxydant	++	+
Cinétique d'oxydation	++	-
Destruction de l'excès d'oxydant <sup>a</sup>	Acide sulfamique ou augmentation de la température	Pas nécessaire
Température d'utilisation	Température ambiante	

## 5.5 Coefficient d'extinction molaire du Pu(VI)

Le coefficient nominal d'extinction molaire<sup>1)</sup>, c'est-à-dire le coefficient d'atténuation molaire du Pu(VI) dans une solution d'acide nitrique varie entre 400 l·mol<sup>-1</sup>·cm<sup>-1</sup> et 500 l·mol<sup>-1</sup>·cm<sup>-1</sup>[3], avec une largeur totale à mi-hauteur (FWHM) très étroite, d'environ 4 nm.

1) Le coefficient d'extinction molaire est l'absorbance de la lumière par une espèce chimique à une longueur d'onde donnée et pour un parcours optique de 1 cm. Il s'agit d'une propriété intrinsèque de l'espèce. L'unité SI du coefficient d'atténuation molaire est le mètre carré par mole (m<sup>2</sup>·mol<sup>-1</sup>), mais dans la pratique, on utilise généralement le mol<sup>-1</sup>·cm<sup>-2</sup> ou le l·mol<sup>-1</sup>·cm<sup>-1</sup>.