
**Technologie du combustible
nucléaire — Dissolution des
matériaux contenant du dioxyde de
plutonium —**

Partie 2:

**Dissolution de pastilles et poudres de
MOX (ou mélanges d'oxydes)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Nuclear fuel technology — Dissolution of plutonium dioxide-
containing materials —*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/482704e-c672-41e1-bb76-661726262d63/iso-18256-2-2019>
Part 2: Dissolution of MOX pellets and powders



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18256-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f82a04e-ce52-41e1-ab76-661726262d63/iso-18256-2-2019>



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
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Résumé de la méthode	1
5 Appareillage et réactifs	2
5.1 Appareillage.....	2
5.2 Réactifs.....	3
6 Dissolution de l'échantillon	3
6.1 Mode opératoire pour des échantillons contenant du plutonium.....	3
6.2 Ajustement de la solution (facultatif).....	5
7 Contrôle qualité	6
Bibliographie	8

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 18256-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f82a04e-ce52-41e1-ab76-661726262d63/iso-18256-2-2019>

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).

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).

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.

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/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*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 18256 se trouve sur le site Web de l'ISO.

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.

Introduction

Le présent document décrit une méthode de dissolution d'échantillons composés de pastilles ou poudres de MOX (mélange d'oxydes) pour fournir des solutions appropriées afin de permettre l'analyse ultérieure de la concentration des éléments et de la composition isotopique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18256-2:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f82a04e-ce52-41e1-ab76-661726262d63/iso-18256-2-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f82a04e-ce52-41e1-ab76-661726262d63/iso-18256-2-2019>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18256-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f82a04e-ce52-41e1-ab76-661726262d63/iso-18256-2-2019>

Technologie du combustible nucléaire — Dissolution des matériaux contenant du dioxyde de plutonium —

Partie 2:

Dissolution de pastilles et poudres de MOX (ou mélanges d'oxydes)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie un mode opératoire pour la dissolution d'échantillons composés de pastilles ou poudres de MOX (mélange d'oxydes) pour fournir des solutions appropriées afin de permettre l'analyse ultérieure de la concentration des éléments et de la composition isotopique.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

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 Résumé de la méthode

La facilité de dissolution dépend des facteurs suivants qui influent sur la fabrication des échantillons de MOX à dissoudre:

- la méthode de fabrication du combustible (c'est-à-dire oxydes mélangés mécaniquement, oxydes coprécipités, oxydes dénitrés par micro-ondes ou oxydes sol-gel);
- le degré de frittage.

Différentes méthodes de dissolution sont donc appliquées en fonction du type d'échantillon de MOX à dissoudre.

Le risque radiologique du plutonium et la nécessité de réduire autant que possible les déchets doivent être pris en compte lors du choix de la masse de l'échantillon à dissoudre. Une masse de MOX de 0,1 g à 10 g est normalement suffisante pour la plupart des analyses. Certaines analyses peuvent cependant nécessiter davantage de matière.

Il est recommandé d'utiliser uniquement des méthodes de dissolution gravimétrique pour obtenir la meilleure exactitude d'analyse possible. Pour une analyse moins critique, une dissolution volumétrique peut cependant convenir.

Pour des poudres de la taille d'un grain, l'échantillon est transféré dans une fiole ou un flacon préalablement pesé(e) en verre, en polyéthylène haute densité (PEHD) ou en polytétrafluoroéthylène

(PTFE), dans un récipient Nalgene^{TM1}) ou dans tout autre type de conteneur, mais le choix du récipient n'est pas sans conséquences.

- Lorsqu'un récipient de dissolution en verre est utilisé, le fluorure ajouté attaquera le verre (ce qui affectera l'exactitude de la tare préalablement pesée), mais cette méthode présente l'avantage d'éliminer le fluorure de la solution grâce à la libération de SiF₄ volatil. La réduction de la teneur en fluorure ainsi obtenue dans la solution finale empêche la formation de fluorure de plutonium insoluble (en particulier en dessous de 8 M), qui biaiserait négativement la teneur de l'élément plutonium à hauteur de 0,1 % [voire plus si d'importantes quantités d'acide fluorhydrique (HF) sont utilisées]. La tare du récipient en verre attaqué peut être rétablie en pesant de nouveau le récipient après un nettoyage et un séchage soigneux.
- Les récipients de dissolution en (PEHD), PTFE ou de marque Nalgene^{TM1}) ne sont pas attaqués par l'acide fluorhydrique et donc la tare n'est pas affectée. Avec ces matériaux, en revanche, les ions fluorure présents dans la solution de dissolution entraînent une précipitation de fluorure de plutonium insoluble lorsque l'état d'oxydation du plutonium est ramené de IV à III (par exemple, en ajustant ultérieurement le volume à l'aide d'un acide de faible molarité).

Un mélange de dissolution aqueux comprenant de l'acide nitrique (environ 8 mol/l à 14 mol/l) et des ions fluorure en quantité catalytique provenant soit d'acide fluorhydrique (environ 0,05 mol/l à 0,1 mol/l) ou de difluorure d'ammonium (environ 2 g/l) est ajouté, après quoi le récipient contenant le mélange de dissolution taré est refermé au moyen d'un bouchon à reflux (ou d'un verre de montre). Le récipient est disposé sur une plaque chauffante et est chauffé jusqu'à dissolution complète. La solution est alors prête pour être analysée selon la méthode appropriée afin de déterminer la concentration de plutonium ou d'uranium par gramme de solution. La solution peut être utilisée pour d'autres analyses, par exemple la détermination des abondances isotopiques ou des impuretés dans le plutonium ou l'uranium.

(standards.iteh.ai)

5 Appareillage et réactifs

AVERTISSEMENT — En raison du risque radiologique du plutonium, cette substance doit être manipulée dans des boîtes à gants ou dans des chaînes blindées et des précautions extrêmes doivent être prises pour éviter tout risque de contact direct, d'inhalation ou d'ingestion.

5.1 Appareillage

Équipement de laboratoire classique pour un laboratoire où sont manipulés des matériaux contenant du plutonium, comprenant en particulier:

5.1.1 Une balance analytique, offrant une capacité allant jusqu'à 1 200 g et une exactitude de 0,001 g.

5.1.2 Des récipients de dissolution, fioles ou flacons de dissolution munis d'un bouchon vissé doublé de PTFE.

Il convient d'adapter le volume de la fiole à celui de la solution pour obtenir la concentration nécessaire aux fins d'analyse ultérieure. L'utilisation d'un bouchon vissé doublé de PTFE est recommandée pour les échantillons qui seront conservés pendant de longues périodes.

5.1.3 Un bouchon à reflux en verre ou en PTFE, ou un verre de montre.

5.1.4 Un condensateur à reflux.

1) NalgeneTM est la marque commerciale d'un produit approprié disponible sur le marché. 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 aux mêmes résultats.

5.1.5 Une plaque chauffante nucléarisée, équipée d'un dispositif de contrôle de la température et d'une hotte d'aspiration des vapeurs.

5.1.6 Des pinces revêtues de PTFE.

5.2 Réactifs

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue.

ATTENTION — Préparer les réactifs conformément aux consignes de sécurité du laboratoire. L'acide nitrique et l'acide fluorhydrique sont des substances extrêmement corrosives qui peuvent provoquer de graves brûlures. L'acide fluorhydrique étant particulièrement dangereux, les précautions de sécurité et instructions de travail applicables doivent être disponibles et comprises.

5.2.1 Eau, conforme à la classe 3 de l'ISO 3696 est recommandée.

5.2.2 Acide nitrique concentré, $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$, $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/l}$ (masse volumique $\rho_{20 \text{ °C}} \sim 1,39 \text{ g/cm}^3$).

5.2.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = C_2 \text{ mol/l}$ préparé par dilution d'acide nitrique concentré (5.2.2) avec de l'eau (5.2.1).

5.2.4 Acide fluorhydrique, $w(\text{HF}) = 40 \%$, $c(\text{HF}) = 22 \text{ mol/l}$ conservé dans un flacon compte-gouttes en polyéthylène.

5.2.5 Difluorure d'ammonium, NH_4HF_2 .

5.2.6 Solution composée d'un mélange d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique, $c(\text{HNO}_3) = 14 \text{ mol/l}$ ou 7 mol/l à 8 mol/l , $c(\text{HF}) = 0,05 \text{ mol/l}$ à $0,1 \text{ mol/l}$.

L'exemple ci-dessous décrit une méthode appropriée pour la préparation de la solution.

Dans un flacon en polyéthylène de 200 ml:

- ajouter environ 1 ml d'acide fluorhydrique (5.2.4);
- ajuster le volume du flacon avec de l'acide nitrique concentré (5.2.2) ou avec de l'acide nitrique 7 mol/l à 8 mol/l (5.2.3);
- homogénéiser.

Ne jamais ajouter d'HF concentré dans une solution de nitrate de plutonium car cela peut entraîner une précipitation de fluorure de plutonium qui risque de ne pas pouvoir être redissous.

5.2.7 Solution composée d'un mélange d'acide nitrique et de difluorure d'ammonium, $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/l}$, $c(\text{NH}_4\text{HF}_2) = 2 \text{ g/l}$, $c(\text{HF}) = 0,07 \text{ mol/l}$.

Ce réactif est préparé par dissolution de difluorure d'ammonium (5.2.5) dans de l'acide nitrique concentré (5.2.2).

6 Dissolution de l'échantillon

6.1 Mode opératoire pour des échantillons contenant du plutonium

- a) Étalonner la balance et vérifier l'étalonnage à l'aide de poids étalons appropriés.