

ISO/TC 85/SC 5

Date: 2019-01

ISO 18256-2:2019(F)

ISO/TC 85/SC 5

Secrétariat: BSI

Style Definition	... [24]
Style Definition	... [23]
Style Definition	... [22]
Style Definition	... [21]
Style Definition	... [20]
Style Definition	... [19]
Style Definition	... [18]
Style Definition	... [17]
Style Definition	... [16]
Style Definition	... [15]
Style Definition	... [14]
Style Definition	... [13]
Style Definition	... [12]
Style Definition	... [11]
Style Definition	... [10]
Style Definition	... [9]
Style Definition	... [8]
Style Definition	... [7]
Style Definition	... [6]
Style Definition	... [5]
Style Definition	... [4]
Style Definition	... [3]
Style Definition	... [2]
Formatted	... [25]
Formatted	... [26]
Formatted	... [27]
Deleted:	
Formatted	... [28]
Formatted	... [29]
Deleted:	
Formatted	... [30]
Formatted	... [31]
Formatted	... [32]
Formatted	... [33]
Formatted	... [34]
Formatted	... [35]
Deleted:	
Formatted	... [36]
Formatted	... [37]
Deleted:	
Deleted:	
Formatted	... [38]
Formatted	... [39]
Deleted: ¶	
Formatted	... [40]
Deleted:	
Formatted	... [41]
Formatted	... [1]

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)

Nuclear fuel technology — Dissolution of plutonium dioxide-containing materials — Part 2: Dissolution of MOX pellets and powders

ICS: 28.120.30

ISO 18256-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f82a04e-ce52-41e1-ab76-661718256-2-2019>

Type du document: Norme internationale
 Sous-type du document:
 Stade du document: (60) Publication
 Langue du document: F

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8, CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18256-2:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f82a04e-ce52-41e1-ab76-6617218256-2-2019>

Deleted: ¶



Formatted: Don't adjust space between Latin and Asian text, Don't adjust space between Asian text and numbers, Tab stops: 481.15 pt, Left

Formatted: Font: 11 pt, French (Switzerland)

Formatted: Font: Cambria, 11 pt, French (Switzerland)

Formatted

Formatted: std_publisher, French (Switzerland)

Deleted:

Formatted: French (Switzerland)

Formatted: std_docNumber, French (Switzerland)

Formatted: French (Switzerland)

Formatted: Don't adjust space between Latin and Asian text, Don't adjust space between Asian text and numbers

Formatted: English (U.K.)

Formatted: Space After: 12 pt, Don't adjust space between Latin and Asian text, Don't adjust space between Asian text and numbers

Deleted: •

Formatted: English (U.K.)

Deleted: www.iso.org ¶

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	4
6.1 Mode opératoire pour des matériaux courants contenant du plutonium	4
6.2 Ajustement de la solution (facultatif)	5
7 Contrôle qualité	7
Bibliographie	8

Formatted: Font: 14 pt

Formatted: Font: 14 pt

Formatted: Don't adjust space between Latin and Asian text, Don't adjust space between Asian text and numbers, Tab stops: 20 pt, Left

Formatted: English (U.K.)

Formatted: English (U.K.)

Deleted: Error! Hyperlink reference not valid.¶

Introduction . 5¶

Error! Hyperlink reference not valid.¶

2 Références normatives . 1¶

Error! Hyperlink reference not valid.¶

4 Résumé de la méthode . 1¶

Error! Hyperlink reference not valid.¶

5.1 Appareillage . 2¶

Error! Hyperlink reference not valid.¶

6 Dissolution de l'échantillon . 4¶

Error! Hyperlink reference not valid.¶

6.2 Ajustement de la solution (facultatif) . 5¶

Error! Hyperlink reference not valid.¶

Bibliographie . 8¶

Formatted: English (U.K.)

Formatted: TOC 1, Don't adjust space between Latin and Asian text, Don't adjust space between Asian text and numbers

ISO 18256-2:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f82a04e-ce52-41e1-ab76-661726262405/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.

Deleted:

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).

Deleted: 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).

Deleted: 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.

Deleted:

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.

Deleted: 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.

Formatted: Default Paragraph Font, Font: French (France)

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.

Deleted: 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>

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.

Formatted: Font: 16 pt, Bold, Font color: Blue, (Asian) Japanese, (Other) French (Switzerland)

Deleted:

Formatted: Font: 16 pt, Bold, Font color: Blue, (Asian) Japanese, (Other) French (Switzerland)

Formatted: Font color: Blue, French (Switzerland)

Formatted: Tab stops: 21.6 pt, Left

Formatted: Line spacing: single

Formatted: Tab stops: 21.6 pt, Left

Formatted: Tab stops: 21.6 pt, Left

Deleted:

Deleted:

Deleted: <https://www.iso.org/obp>

Deleted:

Deleted: <http://www.electropedia.org/>

Formatted: Tab stops: 21.6 pt, Left

Formatted: Line spacing: single

Deleted:

Deleted:);

Formatted: Line spacing: single

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.

Deleted: ==Section Break (Next Page)==

- 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.

Formatted: Line spacing: single

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.

Formatted: Tab stops: 21.6 pt, Left

5.1 Appareillage

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

Formatted: Tab stops: 21.6 pt, Left

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

Deleted:

Deleted: Une balance

¹NalgeneTM 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.

Formatted: Font: 9 pt, French (Switzerland)

Formatted: French (Switzerland)

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

Deleted: Des récipients

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.

Formatted: Tab stops: Not at 36 pt

5.1.3 **Bouchon à reflux en verre** ou en PTFE, ou un verre de montre.

Deleted: Un bouchon

5.1.4 **Condensateur à reflux**.

Formatted: Font: Bold

Formatted: Font: Not Bold

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

Deleted: Un condensateur

Deleted: Une plaque

5.1.6 **Pinces revêtues de PTFE**.

Formatted: Font: Bold

Deleted: Des pinces

5.2 Réactifs

Formatted: Tab stops: 21.6 pt, Left

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.

Deleted: De l'eau

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

Deleted: De l'acide

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).

Deleted: De l'acide

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

Deleted: De l'acide

5.2.5 **Difluorure d'ammonium**, NH_4HF_2 .

Deleted: Du difluorure

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 $0,1 \text{ mol/l}$.

Deleted: Une solution

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

Dans un flacon en polyéthylène de 200 ml:

Deleted:

— ajouter environ 1 ml d'acide fluorhydrique (5.2.4):

Deleted:);

— 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):

Deleted:);

— 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

- Étalonner la balance et vérifier l'étalonnage à l'aide de poids étalons appropriés.
- Peser un récipient de dissolution étiqueté avec un capuchon étiqueté, m_1 .
- Transférer l'échantillon dans le récipient. Prendre toutes les précautions nécessaires lors du transfert de la poudre ou des pastilles broyées afin d'éviter la présence d'échantillon sur l'extérieur ou sur le goulot du récipient, car la présence de matière à l'extérieur du récipient entraînera une erreur de pesée et la poudre présente au niveau du goulot est difficile à récupérer.
- Les poudres sont également hygroscopiques et ont donc tendance à absorber l'humidité. Il convient de peser les poudres rapidement et avec assurance, en limitant autant que possible l'exposition à l'atmosphère de la cellule d'analyse. Il est préférable d'effectuer de telles manipulations dans une atmosphère inerte et sèche.
- Fermer le récipient et le peser de nouveau pour obtenir la masse brute, m_2 .
La masse de l'échantillon correspond à la différence $m_2 - m_1$.
- Calculer la quantité nécessaire de solution d'acide nitrique/acide fluorhydrique (5.2.6) ou de solution d'acide nitrique/difluorure d'ammonium (5.2.7), V_1 , qui est proportionnelle à la masse de l'échantillon, et l'ajouter à l'échantillon pesé (c'est-à-dire au moins environ $5 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$ de solution sont nécessaires pour 1 g d'échantillon solide). La quantité peut être plus élevée si besoin, par exemple en fonction de la concentration du Pu et de l'acidité requise pour l'analyse effectuée sur la solution de dissolution du Pu. Cependant, de plus grandes quantités d'acide augmenteront le degré d'attaque des récipients de dissolution en verre, ou peuvent provoquer la formation de plus grandes quantités de PuF_4 lorsque les récipients utilisés sont fabriqués dans un matériau autre que le verre.

Bien que le volume de la solution diminue sous l'effet de la chaleur, la concentration en uranium et plutonium pour un échantillon de MOX est estimée à l'aide de la Formule (1):

$$[\text{U}] + [\text{Pu}] = \frac{(m_2 - m_1) \times 0,88}{V_1} \times 1000 \quad (1)$$

où

$(m_2 - m_1)$ est la masse de l'échantillon, en g;

Deleted: Une solution

Formatted: Font: 11 pt, French (France)

Formatted: Tab stops: 21.6 pt, Left

Formatted: French (Switzerland)

Deleted:) :

Formatted: Table body (+), Justified

Deleted: