



**Norme  
internationale**

**ISO 6863**

**Technologie du combustible  
nucléaire — Préparation de  
traceurs pour les analyses par  
spectrométrie de masse avec  
dilution isotopique (IDMS)**

*Nuclear fuel technology — Preparation of spikes for isotope  
dilution mass spectrometry (IDMS)*

**Première édition  
2024-11**

[ISO 6863:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2bb24c06-07e8-463b-b0d6-0c7205104623/iso-6863-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2bb24c06-07e8-463b-b0d6-0c7205104623/iso-6863-2024>

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

[ISO 6863:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2bb24c06-07e8-463b-b0d6-0c7205104623/iso-6863-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2bb24c06-07e8-463b-b0d6-0c7205104623/iso-6863-2024>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2024

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

<b>Sommaire</b>	Page
<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1 Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3 Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4 Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5 Conception des traceurs</b> .....	<b>2</b>
5.1 Optimisation des traceurs .....	2
5.2 Incertitude liée aux traceurs .....	3
<b>6 Matériaux de référence et réactifs</b> .....	<b>3</b>
6.1 Matériaux de référence .....	3
6.1.1 Matériaux de référence d'uranium .....	4
6.1.2 Matériaux de référence de plutonium .....	4
6.1.3 Matériaux étalons secondaires .....	4
6.2 Autres réactifs chimiques .....	4
<b>7 Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>8 Préparation des traceurs</b> .....	<b>5</b>
8.1 Traceurs de grande taille séché (LSD) .....	5
8.1.1 Préparation d'une solution mère d'uranium .....	5
8.1.2 Préparation d'une solution mère de plutonium .....	6
8.1.3 Préparation d'une solution mère mixte .....	8
8.1.4 Prélèvement d'aliquotes de solution mixte .....	9
8.1.5 Séchage .....	9
8.1.6 Stabilisation d'un traceur de type LSD .....	10
8.2 Traceurs d'uranium .....	10
8.2.1 Traceurs d'uranium liquides .....	10
8.2.2 Traceurs d'uranium secs .....	10
8.3 Traceurs de plutonium .....	10
8.3.1 Traceurs de plutonium liquides .....	10
8.3.2 Traceurs de plutonium secs .....	11
8.4 Traceurs mixtes uranium – plutonium .....	11
<b>9 Validation des traceurs</b> .....	<b>12</b>
9.1 Généralités .....	12
9.2 Traceurs de type LSD .....	12
9.3 Traceurs d'uranium .....	12
9.4 Traceurs de plutonium .....	12
9.5 Traceurs mixtes uranium-plutonium .....	13
<b>10 Stockage des traceurs</b> .....	<b>13</b>
10.1 Stockage des traceurs en solution .....	13
10.2 Stockage des traceurs secs .....	13
10.3 Reconditionnement des traceurs secs .....	13
<b>Bibliographie</b> .....	<b>14</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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets). L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

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*.

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).

# Technologie du combustible nucléaire — Préparation de traceurs pour les analyses par spectrométrie de masse avec dilution isotopique (IDMS)

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode qui s'applique à la préparation et à la validation des matériaux étalons généralement appelés «traceurs de grande taille» avec une incertitude correspondant aux garanties internationales de sécurité dans le domaine nucléaire, utilisés pour mesurer la teneur en plutonium et/ou en uranium par spectrométrie de masse avec dilution isotopique. Cette méthodologie de mesure peut être appliquée aux solutions d'entrée de combustible irradié de traceurs Magnox et à eau légère (réacteurs à eau bouillante ou à eau pressurisée), dans les produits finis des usines de retraitement des combustibles usés, dans les matières premières et les produits issus d'un mélange d'oxyde de plutonium et d'oxyde d'uranium (MOX) et dans la fabrication de combustibles d'uranium.

## 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 8299, *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*

ISO 6863:2024

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2bb24c06-07e8-463b-b0d6-0c7205104623/iso-6863-2024>

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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 <https://www.electropedia.org/>

### 3.1 traceur en solution

solutions d'acide nitrique dont la teneur en uranium et/ou en plutonium et la composition isotopique ont été quantifiées avec précision

Note 1 à l'article: Un des matériaux de référence pour l'IDMS.

### 3.2 traceur sec

préparé par aliquotage de *traceurs en solution* (3.1) dans des récipients en verre avant séchage

Note 1 à l'article: Un des matériaux de référence pour l'IDMS.

### 3.3

#### **traceur de grande taille séché (LSD) traceur de type LSD (Large-Sized Dried)**

les traceurs secs contenant à la fois de l'uranium et du plutonium en milligrammes ont été conçus à l'origine pour analyser des solutions d'entrée très concentrées

Note 1 à l'article: Un des matériaux de référence pour l'IDMS.

Note 2 à l'article: Les traceurs de type LSD peuvent simplifier le processus de préparation des échantillons avec une seule étape de dopage dans l'échantillon, qui contient également de l'uranium et du plutonium, et réduire l'incertitude des mesures avec un facteur de dilution inférieur par rapport aux traceurs de plus petite taille.

## 4 Principe

Le mesurage de la teneur en éléments à l'aide d'une spectrométrie de masse à thermo-ionisation (TIMS) est effectué à partir d'un échantillon et d'un mélange d'échantillon et de traceur, constituant un isotope enrichi de l'élément à analyser. Il détermine la teneur en éléments en calculant la différence dans la composition isotopique avant et après mélange avec le traceur. Cette méthode de mesurage de la teneur en éléments est appelée dilution isotopique par spectrométrie de masse (IDMS).

Les compositions isotopiques de l'échantillon et du traceur doivent être significativement différentes. Par conséquent, il est souhaitable que les traceurs soient composés d'isotopes qui ne sont pas présents ou présents en quantité minimale dans l'échantillon non dopé. Il est nécessaire que la composition isotopique et la teneur en traceurs soient connues ou mesurées avec précision et qu'elles présentent des incertitudes réduites en raison de leur impact sur l'incertitude des résultats finaux, la teneur en éléments.

Des composés chimiquement purs d'isotopes de plutonium ou d'uranium distincts sont dissous pour préparer des solutions mères de traceurs, en général, dans 3 mol/l à 7 mol/l d'acide nitrique pour obtenir une teneur optimisée en fonction de leur conception afin d'obtenir des résultats fiables. Des aliquotes de solutions mères de traceurs à base de plutonium et d'uranium peuvent être mélangées afin de préparer des traceurs mixtes. Les traceurs obtenus avec ces aliquotes sont utilisés en l'état ou après séchage pour l'IDMS.

## 5 Conception des traceurs

Compte tenu de l'incertitude à prendre en compte dans la détermination de la fiabilité des techniques d'analyse de matériaux de combustible nucléaire pour des raisons de sécurité, la méthode par valeur cible internationale ou ITV (International Target Value)<sup>[1]</sup> est adoptée dans le cadre de l'IDMS. Il est souhaitable que les traceurs soient utilisés pour l'IDMS après avoir été optimisés pour l'échantillon à analyser. Différentes valeurs cibles sont définies en fonction de l'environnement à mesurer et des traceurs utilisés. Les traceurs doivent être conçus de sorte que le mesurage par IDMS puisse atteindre les valeurs cibles internationales (ITV) appropriées.

Il existe deux types de traceurs: les traceurs en solution et les traceurs secs. En principe, ces deux types de traceurs conviennent. En général, choisir le traceur à préparer en fonction des besoins de l'utilisateur.

### 5.1 Optimisation des traceurs

En IDMS, lorsque la composition isotopique dans l'échantillon inconnu et dans le traceur est significativement différente, on obtient une plus grande précision des mesures. Par ailleurs, la composition isotopique de matériaux de référence certifiés disponibles pour la préparation des traceurs est limitée. Par conséquent, il est important de concevoir la composition de plutonium et/ou d'uranium des traceurs en évaluant à l'avance la composition isotopique et la quantité d'éléments des traceurs pour pouvoir obtenir une précision suffisante. Les phrases ci-après décrivent des exemples de calcul permettant d'optimiser les traceurs.

La [Formule \(1\)](#) suivante peut être obtenue en différenciant partiellement l'équation théorique de l'IDMS avec un rapport de masse échantillon-traceur,  $p$ <sup>[2]</sup>:

$$\begin{aligned} \left[ \frac{\sigma(p)}{p} \right]^2 &= \frac{1}{p^2} \cdot \frac{(1+p)^2 (1+\gamma KR_T)^2}{(R_S - R_T)^2 (1+\gamma KR_S)^2} \cdot \varepsilon^2 R_S^2 + \frac{(1+p)^2 (1+\gamma KR_S)^2}{(R_S - R_T)^2 (1+\gamma KR_T)^2} \cdot \varepsilon^2 R_T^2 \\ &+ \frac{1}{p^2} \cdot \frac{[pR_T(1+\gamma KR_S) + R_S(1+\gamma KR_T)]^2 [p(1+\gamma KR_S) + (1+\gamma KR_T)]^2}{(R_S - R_T)^2 (1+\gamma KR_T)^2 (1+\gamma KR_S)^2} \cdot \varepsilon^2 \\ &+ \frac{\gamma^2 (R_T - R_S)^2}{(1+\gamma KR_T)^2 (1+\gamma KR_S)^2} \cdot \sigma_K^2 \end{aligned} \quad (1)$$

où

$\sigma(p)$  est l'écart-type de  $p$ ;

$R_S$  est le rapport isotopique de l'échantillon;

$R_T$  est le rapport isotopique du traceur;

$\gamma$  est le rapport de masse absolue entre le second et le premier isotope principal;

$K$  est le facteur de discrimination de masse;

$\varepsilon$  est l'écart-type des mesures du rapport isotopique.

Remplacer  $p$  par le rapport entre le nombre d'atomes de l'échantillon et du traceur,  $q$ , avec  $\gamma$  égal à l'unité. Si  $K$  est égal à 1, la [Formule \(1\)](#) est décrite comme la [Formule \(2\)](#) suivante:

$$\begin{aligned} \left[ \frac{\sigma(q)}{q} \right]^2 &= \frac{1}{q^2} \cdot \frac{(1+q)^2 (1+R_T)^2}{(R_S - R_T)^2 (1+R_S)^2} \cdot \varepsilon^2 R_S^2 + \frac{(1+q)^2 (1+R_S)^2}{(R_S - R_T)^2 (1+R_T)^2} \cdot \varepsilon^2 R_T^2 \\ &+ \frac{1}{q^2} \cdot \frac{[qR_T(1+R_S) + R_S(1+R_T)]^2 [q(1+R_S) + (1+R_T)]^2}{(R_S - R_T)^2 (1+R_T)^2 (1+R_S)^2} \cdot \varepsilon^2 \end{aligned} \quad (2)$$

Où, la valeur « $[\sigma(q)/q]^2/\varepsilon^2$ » indique la taille de l'erreur en fonction du rapport de mélange traceur-échantillon qui permet de calculer le rapport traceur-échantillon et/ou le rapport isotopique pouvant être optimisé.

## 5.2 Incertitude liée aux traceurs

L'incertitude liée aux traceurs peut être combinée à partir du matériau de référence certifié (MRC), de la balance analytique, ainsi que de l'équipement et de l'outil de traçage utilisés pour l'analyse des instruments à des fins de caractérisation ou d'étalonnage. Il convient de combiner ces incertitudes individuelles et de les indiquer sous forme d'incertitude élargie lorsque le facteur de couverture  $k = 2$ . L'incertitude peut être calculée conformément au Guide ISO/IEC 98-3<sup>[3]</sup>.

## 6 Matériaux de référence et réactifs

Sauf indication contraire, les réactifs énumérés ci-dessous sont préparés à partir de réactifs de qualité analytique.

### 6.1 Matériaux de référence

Des exemples de matériaux de référence pour la préparation des traceurs sont indiqués ci-dessous.

### 6.1.1 Matériaux de référence d'uranium

- a) Métal d'uranium naturel, MRC de pureté dont la teneur élémentaire est certifiée à  $\pm 0,05$  % ( $k = 2$ ) ou mieux, NBL-CRM-112A (par exemple NBS-960D), EC-101, CETAMA-MU2.
- b) Autre métal d'uranium, poudre ou pastille d'uranium, MRC de pureté dont la teneur élémentaire est certifiée à  $\pm 0,05$  % ( $k = 2$ ) ou mieux, par exemple NBL-CRM-116A (métal UHE), CRM-125A (pastille  $UO_2$ ) et CRM-129 (poudre  $U_3O_8$ ). La solution MRC peut être également disponible en tant que source. L'abondance de l'isotope principal d'uranium doit être supérieure ou égale à 80 %.

### 6.1.2 Matériaux de référence de plutonium

Métal de plutonium, MRC dont la teneur élémentaire est certifiée à  $\pm 0,05$  % ( $k = 2$ ) ou mieux, par exemple NBL-CRM-126 ou 126A, EC-201 ou CETAMA-MP2. L'abondance de l'isotope principal de plutonium doit être supérieure ou égale à 80 %.

### 6.1.3 Matériaux étalons secondaires

Pour le plutonium et l'uranium, des matériaux étalons secondaires en solution ou à l'état solide, traçables à l'aide des matériaux de référence certifiés (MRC) ou vérifiés au moyen d'une intercomparaison en laboratoire peuvent également être utilisés. Il convient que les valeurs soient certifiées à  $\pm 0,05$  % ( $k = 2$ ) ou mieux.

## 6.2 Autres réactifs chimiques

Les réactifs répertoriés ci-dessous sont de qualité analytique et d'autres réactifs pourraient également être utilisés si leurs résultats sont confirmés comme équivalents.

**6.2.1 Solutions d'acide nitrique**,  $c(HNO_3) = 1$  mol/l, 3 mol/l, 4 mol/l, 7 mol/l, 8 mol/l et autres.

**6.2.2 Solutions d'acide chlorhydrique**,  $c(HCl) = 0,1$  mol/l, 3 mol/l, 4 mol/l, 12 mol/l et autres sont applicables pour la dissolution et l'attaque chimique du métal d'uranium et/ou de plutonium.

**6.2.3 Solution d'acide fluorhydrique**,  $c(HF) = 27$  mol/l. Le HF peut être mélangé avec la solution d'acide nitrique avant utilisation.

**AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique est très corrosif. Des mesures de sécurité sont nécessaires.**

**6.2.4 Solution de carbonate de potassium**,  $c(K_2CO_3) = 1,45$  mol/l.

**6.2.5 Eau**, de qualité 1 au minimum selon l'ISO 3696.

**6.2.6 Éthanol.**

**6.2.7 Acétone.**

## 7 Appareillage

**7.1 Appareillage de spectrométrie de masse**, doit être conforme à l'ISO 8299.

**7.2 Boîtes à gants**, pour manipuler l'uranium et le plutonium en toute sécurité.

**7.3 Balance analytique**, capable de peser avec précision les éléments à 0,1 mg près dans une cellule blindée ou une boîte à gants. Si la masse est supérieure ou égale à 100 g, une précision de 1 mg est suffisante. Évaluer l'incertitude en fonction de le Guide ISO/IEC 98-3<sup>[3]</sup> avant utilisation.



**7.4 Ioniseur**, installation recommandée pour supprimer l'électricité statique du récipient, dans une chambre de balance analytique, une chaîne blindée ou une boîte à gants.

**7.5 Pipette**, à volume ajustable avec des embouts de pipette jetables, installée dans une chaîne blindée ou une boîte à gants.

**7.6 Plaque chauffante**, capable de chauffer à une température d'au moins 150 °C dans une boîte à gants pour concentrer les solutions ou dissoudre les matériaux de référence étalons. Il est recommandé de l'utiliser en parallèle avec un système de condensation de la vapeur. Un bloc chauffant est également recommandé pour obtenir un reflux suffisant dans la fiole.

**7.7 Pile sèche**, d'une capacité de 6 A h minimum pour l'électropolissage du métal de plutonium<sup>[4]</sup>.

**7.8 Fil de platine et creuset en platine**, pour l'électropolissage du métal de plutonium<sup>[4]</sup>.

**7.9 Flacon**, utilisé comme conteneur pour le stockage de la solution lors de l'aliquotage.

**7.10 Matériel de laboratoire courant**, constitué de récipients en plastique jetables, de flacons, de verres de montre, de béchers, de fioles, etc.

NOTE Il est recommandé de nettoyer les éléments en verre avant utilisation.

## 8 Préparation des traceurs

Il existe plusieurs types de traceurs applicables pour réaliser une IDMS. Voici les principaux traceurs utilisés pour l'analyse du plutonium et/ou de l'uranium dans les échantillons.

### 8.1 Traceurs de grande taille séché (LSD)

La méthode générale de préparation des traceurs de type LSD est la suivante:

a) les MRC d'uranium (6.1.1) et de plutonium (6.1.2) sont dissous pour préparer les solutions mères respectives;

NOTE Des matériaux étalons secondaires (6.1.3) traçables aux MRC peuvent également être utilisés comme matière première pour les traceurs de type LSD. Des recommandations pour la préparation des matériaux de référence secondaires se trouvent dans l'ASTM C1128<sup>[5]</sup>.

b) mélanger les solutions mères à la teneur en uranium et à la teneur en plutonium souhaitées et préparer la solution mère mixte;

NOTE Le rapport uranium-plutonium peut être optimisé selon 5.1.

NOTE En guise d'alternative aux méthodes a) à b), des solutions mères mixtes peuvent également être préparées en ajoutant une référence à l'autre solution mère et en procédant à la dissolution.

c) prélever des aliquotes à partir d'une solution mère mixte dans des flacons et les sécher.

Les détails de chaque étape sont décrits dans les alinéas suivants.

#### 8.1.1 Préparation d'une solution mère d'uranium

Ouvrir une unité d'un matériau de référence certifié d'uranium tel que ceux mentionnés en 6.1.1, et l'utiliser conformément au certificat. À défaut d'indication dans le certificat ou si les réactifs spécifiés dans le certificat ne sont pas disponibles, suivre les étapes ci-dessous.

Des matériaux de référence secondaires peuvent être également utilisés pour préparer la solution mère, tels que ceux mentionnés en [6.1.3](#). Les utiliser conformément au certificat.

- a) Rincer le métal d'uranium avec de l'eau ([6.2.5](#)) et le soumettre à une attaque chimique dans une solution d'acide nitrique de 7 mol/l à 8 mol/l ([6.2.1](#)) ou dans une solution d'acide chlorhydrique à 3 mol/l ([6.2.2](#)) jusqu'à ce que la surface du métal prenne un éclat métallique uniforme et brillant. Chauffer à une température d'environ 125 °C sur une plaque chauffante si nécessaire.
- b) Rincer rapidement avec de l'eau ([6.2.5](#)), puis avec de l'éthanol ([6.2.6](#)) ou de l'acétone ([6.2.7](#)) et sécher rapidement à l'air ou dans un dessiccateur à vide à température ambiante.
- c) Transférer le métal d'uranium dans un récipient taré pour la dissolution. Un flacon conique est recommandé.
- d) Mesurer immédiatement la masse brute du récipient à 0,1 mg près et calculer la masse,  $m_1$ , du métal d'uranium recueilli dans le récipient.
- e) Ajouter une solution d'acide nitrique de 7 mol/l à 8 mol/l ([6.2.1](#)) en quantité suffisante pour recouvrir le métal dans le récipient.
- f) Boucher le flacon avec une tête à reflux ou un verre de montre et procéder à une dissolution douce sur une plaque chauffante.
- g) Lorsque la dissolution cesse, il est recommandé d'ajouter une solution d'acide nitrique de 7 mol/l à 8 mol/l ([6.2.1](#)) par petites quantités afin de maintenir une réaction douce.
- h) Une fois la dissolution terminée, laver la tête à reflux ou le verre de montre dans une solution d'acide nitrique de 7 mol/l à 8 mol/l ([6.2.1](#)) et récupérer tout le liquide dans le récipient.
- i) Patienter jusqu'à ce que la solution atteigne l'équilibre thermique.
- j) Diluer dans de l'eau ([6.2.5](#)) et/ou une solution d'acide nitrique ([6.2.1](#)) pour obtenir le volume de solution souhaité.
- k) Refermer bien et agiter le récipient pour homogénéiser la solution d'uranium.
- l) Mesurer la masse brute du récipient avec le bouchon à 0,1 mg près et calculer la masse nette de la solution d'uranium,  $m_2$ . La fraction massique d'uranium,  $\omega_U$ , en milligrammes par gramme, dans la solution mère, est calculée selon la [Formule \(3\)](#):

$$\omega_U = \frac{m_1}{m_2} \cdot P_S \quad (3)$$

où  $P_S$  est la pureté, exprimée en fraction massique de l'élément d'uranium (grammes d'uranium par gramme de matériau) du matériau de référence certifié indiqué sur le certificat.

- m) Tant que la solution mère n'est pas utilisée, boucher le récipient et le placer dans un endroit stable.

## 8.1.2 Préparation d'une solution mère de plutonium

Ouvrir une unité d'un matériau de référence certifié de plutonium tel que ceux mentionnés en [6.1.2](#), et l'utiliser conformément au certificat. À défaut d'indication dans le certificat ou si les réactifs spécifiés dans le certificat ne sont pas disponibles, suivre les étapes ci-dessous.

Des matériaux de référence secondaires, tels que ceux mentionnés en [6.1.3](#), peuvent également être utilisés pour préparer la solution mère. Les utiliser conformément au certificat.

### 8.1.2.1 À partir de matériaux de référence répartis en unités de masse certifiée

- a) Consigner sa masse,  $m'_1$ , en milligrammes.
- b) Transférer le métal de plutonium dans un récipient taré et sec. Un flacon conique est recommandé.