NORME INTERNATIONALE

ISO 12183

Troisième édition
2016-08-15

Technologie du combustible nucléaire — Dosage du plutonium par coulométrie à potentiel imposé

Nuclear fuel technology — Controlled-potential coulometric assay of plutonium

Numéro de référence
ISO 12183:2016(F)

© ISO 2016



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, 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

Sommaire

Page

Avant-propos ... **iv**

1 Domaine d'application ... **1**

2 Références normatives ... **1**

3 Termes et définitions ... **1**

4 Principe ... **1**

5 Réactifs ... **2**

6 Appareillage ... **2**

7 Mise en œuvre ... **8**
7.1 Mesure du plutonium ... 8
7.1.1 Pesée de l'échantillon d'essai, avec une incertitude de ± 0,01 %, K = 1. ... 8
7.1.2 Préparation de l'échantillon d'essai ... 9
7.1.3 Traitement préliminaire de l'électrode ... 9
7.1.4 Étalonnage électrique du système d'intégration de courant ... 11
7.1.5 Détermination du potentiel formel ... 11
7.1.6 Détermination du blanc coulométrique ... 12
7.1.7 Mesure du plutonium ... 13
7.2 Analyse d'échantillons d'essai successifs ... 14

8 Expression des résultats ... **14**
8.1 Calcul du facteur d'étalonnage électrique ... 14
8.2 Calcul du blanc ... 15
8.3 Fraction de plutonium électrolysé ... 16
8.4 Teneur en plutonium ... 16
8.5 Contrôle qualité ... 17

9 Caractéristiques de la méthode ... **17**
9.1 Répétabilité ... 17
9.2 Intervalle de confiance ... 17
9.3 Temps d'analyse ... 17

10 Interférences ... **17**

11 Variantes et optimisation de la procédure ... **21**
11.1 Mesures de comptabilité et préparation des matériaux de référence ... 21
11.2 Mesures de contrôle de procédé ... 21
11.3 Conception de la cellule de mesure ... 22
11.4 Options pour les électrolytes et électrodes ... 22
11.5 Taille de l'échantillon d'essai ... 23
11.6 Corrections de courant de fond ... 23
11.7 Correction du fer ... 24
11.8 Ajustement du potentiel de contrôle ... 24
11.9 Méthodes d'étalonnage ... 25

Annexe A (normative) **Purification par séparation par échange anionique** ... **26**

Annexe B (normative) **Détermination du potentiel formel, E_0** ... **28**

Bibliographie ... **29**

© ISO 2016 – Tous droits réservés

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 appelée 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 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 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.html

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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 12183:2005) qui a fait l'objet d'une révision technique.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Technologie du combustible nucléaire — Dosage du plutonium par coulométrie à potentiel imposé

1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode analytique pour le dosage électrochimique de plutonium pur dans des solutions nitriques de qualité nucléaire, avec une incertitude ne dépassant pas ± 0,2 % dans un intervalle de confiance de 0,95 pour une simple détermination (facteur d'élargissement, K = 2). La méthode est adaptée aux solutions aqueuses contenant plus de 0,5 g/L de plutonium et à des échantillons d'essai contenant entre 4 mg et 15 mg de plutonium. L'application de cette technique aux solutions contenant moins de 0,5 g/L et d'échantillons d'essai contenant moins de 4 mg de plutonium exige que l'utilisateur démontre expérimentalement que les objectifs relatifs à la qualité des données applicables soient atteints.

Pour certaines applications, une purification des échantillons d'essai par échange anionique est nécessaire avant la mesure pour éliminer les substances interférentes présentes en quantités significatives. Se reporter à l'Article 10 qui traite des interférences et des actions correctives. La purification est aussi nécessaire dans les situations où la pureté de l'échantillon d'essai n'est pas connue ou quand elle peut fluctuer de façon imprévisible dans le procédé de fabrication.

L'Article 11 traite des changements dans l'application de la méthode et de la méthodologie qui peuvent être appliquées et des considérations importantes pour sélectionner les paramètres de mesure, tout en restant à l'intérieur du domaine d'application du présent document.

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:

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse http://www.iso.org/obp

4 Principe

Les étapes essentielles et leurs objectifs sont décrits ci-après:

— les échantillons d'essai sont préparés par pesée et portés à sec en présence d'acide sulfurique pour obtenir un sel de sulfate anhydre de plutonium solide et stable chimiquement, exempt de chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, hydroxylamine et de composés organiques volatils;

— si cela est nécessaire pour éliminer les interférences, dissoudre les échantillons d'essai et les purifier par échange anionique, puis mettre à sec la solution de plutonium élué en présence d'acide sulfurique pour obtenir la forme chimique sèche de sulfate de plutonium;

— mesurer un blanc de l'électrolyte à base d'acide nitrique et calculer la correction de courant de fond à appliquer à l'électrolyse de l'échantillon d'essai due au courant de charge, faradique et résiduel[1];

© ISO 2016 – Tous droits réservés