NORME INTERNATIONALE

ISO 15366-2

Première édition
2014-07-01

Technologie du combustible nucléaire — Séparation et purification chimiques de l'uranium et du plutonium dans les solutions d'acide nitrique par extraction chromatographique par solvant pour les mesures isotopiques et les analyses par dilution isotopique —

Partie 2: Échantillons ayant des teneurs en plutonium et en uranium de l'ordre du nanogramme et inférieures

Nuclear fuel technology — Chemical separation and purification of uranium and plutonium in nitric acid solutions for isotopic and isotopic dilution analysis by solvent extraction chromatography —

Part 2: Samples containing plutonium and uranium in the nanogram range and below

Numéro de référence
ISO 15366-2:2014(F)

© ISO 2014



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 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**

1 Domaine d'application **1**

2 Principe de la méthode **1**

3 Appareillage **2**

4 Réactifs **2**

5 Mode opératoire (voir Figure 1) **3**

6 Caractéristiques de la séparation **7**

7 Contrôle qualité **7**

8 Interférences **7**

Annexe A (normative) **Remplissage et conditionnement des mini-colonnes de chromatographie utilisées dans le mode opératoire de l'ISO 15366-2, avec un support de polyéthylène inerte enrobé d'oxyde de tri-*n*-octylphosphine (TOPO)** **9**

Bibliographie **12**

© ISO 2014 – 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 85, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires, et radioprotection*, sous-comité SC 5, *Cycle du combustible nucléaire*.

Cette première édition, conjointement avec la première édition de l'ISO 15366-1, annule et remplace la première édition de l'ISO 15366:1999, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 15366 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Séparation et purification chimiques de l'uranium et du plutonium dans les solutions d'acide nitrique par extraction chromatographique par solvant pour les mesures isotopiques et les analyses par dilution isotopique*:

— *Partie 1: Échantillons ayant des teneurs en plutonium de l'ordre du microgramme et en uranium de l'ordre du milligramme*

— *Partie 2: Échantillons ayant des teneurs en plutonium et en uranium de l'ordre du nanogramme et inférieures*

 © ISO 2014 – Tous droits réservés

Technologie du combustible nucléaire — Séparation et purification chimiques de l'uranium et du plutonium dans les solutions d'acide nitrique par extraction chromatographique par solvant pour les mesures isotopiques et les analyses par dilution isotopique —

Partie 2: Échantillons ayant des teneurs en plutonium et en uranium de l'ordre du nanogramme et inférieures

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 15366 spécifie des modes opératoires pour séparer et purifier chimiquement l'uranium et le plutonium contenus dans les solutions de dissolution de combustibles irradiés dans les réacteurs à eau légère ainsi que dans des échantillons d'effluents liquides hautement radioactifs provenant d'usines de retraitement des combustibles irradiés, en vue de leur analyse isotopique par la méthode de spectrométrie de masse (voir ISO 8299[1]) ou par la méthode de spectrométrie alpha (voir ISO 11483[2]). La présente partie de l'ISO 15366 décrit une technique de séparation légèrement différente de celle de l'ISO 15366-1, reposant sur la même chimie mais utilisant des colonnes plus petites, un matériau support différent et des étapes de purification spécifiques, applicable aux échantillons contenant des quantités de plutonium et d'uranium de l'ordre du nanogramme et inférieures. Les limites de détection se sont révélées être de 500 pg pour le plutonium et de 500 pg pour l'uranium. L'Annexe A décrit la préparation des colonnes et les matériaux de support de colonne.

Par rapport à l'ISO 15366-1, les quantités d'uranium et de plutonium étant moindres, une purification supplémentaire sur une résine échangeuse d'anions est réalisée.

2 Principe de la méthode

La séparation chimique de petites quantités de plutonium et d'uranium (> 500 pg) repose elle aussi sur une extraction par chromatographie sur colonne à l'aide d'oxyde de tri-*n*-octylphosphine (TOPO) utilisé en tant que solvant d'extraction[3][4]. L'ajustement nécessaire de la valence avant la séparation est réalisé au moyen de sulfate de fer(II) et de nitrite de sodium. Le processus d'extraction est réalisé dans de mini-colonnes jetables chargées d'une poudre de polyéthylène ou de gel de silice enrobée de TOPO. Dans le milieu acide nitrique à 3 mol·l^{-1}, le plutonium(IV) et l'uranium(VI) sont extraits de manière sélective par le TOPO alors que l'américium, les produits de fission et d'autres éléments interférents ne sont pas retenus. Le plutonium est élué après réduction à la valence III par de l'acide ascorbique[5]; l'uranium est élué avec une solution de carbamate d'ammonium avant d'être débarrassé des sels d'ammonium par le biais d'une séparation par échange d'ions[6] ou d'une réduction en fumée par de l'acide nitrique à 14 mol·l^{-1}.

Afin d'assurer une cinétique favorable aux réactions chimiques, il convient que les débits de l'écoulement dans la colonne (gravité) n'excèdent pas 0,4 ml·min^{-1}.

Il est recommandé de vérifier l'analyse en procédant à des mesurages parallèles de l'échantillon de contrôle et/ou des blancs.

Des blancs sont mesurés en parallèle pour vérifier l'absence de contamination externe et de contamination croisée significatives entre les échantillons.

© ISO 2014 – Tous droits réservés