

**Determinación de la solubilidad en ácido nítrico de
plutonio en pastillas de combustible de óxidos mixtos
no irradiados (U, Pu) O2
(ISO 21483:2013)**

Esta norma ha sido elaborada por el comité técnico
CTN 73 *Energía nuclear, tecnologías nucleares y
protección radiológica*, cuya secretaría desempeña
UNE.

UNE-EN ISO 21483

Determinación de la solubilidad en ácido nítrico de plutonio en pastillas de combustible de óxidos mixtos no irradiados (U, Pu) O2 (ISO 21483:2013)

Determination of solubility in nitric acid of plutonium in unirradiated mixed oxide fuel pellets (U, Pu) O2 (ISO 21483:2013).

Détermination de la solubilité dans l'acide nitrique du plutonium des pastilles (U, Pu) O2 de combustibles d'oxydes mixtes non irradiés (ISO 21483:2013).

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN ISO 21483:2017, que a su vez adopta la Norma Internacional ISO 21483:2013.

Las observaciones a este documento han de dirigirse a:

Asociación Española de Normalización

Génova, 6
28004 MADRID-España
Tel.: 915 294 900
info@une.org
www.une.org
Depósito legal: M 33630:2018

© UNE 2018

Publicado por AENOR INTERNACIONAL S.A.U. bajo licencia de la Asociación Española de Normalización.

Reproducción prohibida

ICS 27.120.30

Versión en español

Determinación de la solubilidad en ácido nítrico de plutonio en pastillas de combustible de óxidos mixtos no irradiados (U, Pu) O2 (ISO 21483:2013)

Determination of solubility in nitric acid of plutonium in unirradiated mixed oxide fuel pellets (U, Pu) O2 (ISO 21483:2013).

Détermination de la solubilité dans l'acide nitrique du plutonium des pastilles (U, Pu) O2 de combustibles d'oxydes mixtes non irradiés (ISO 21483:2013).

Bestimmung der Löslichkeit in Salpetersäure von Plutonium in unbestrahlten (U, Pu) O2-Mischoxid-Pellets (ISO 21483:2013).

Esta norma europea ha sido aprobada por CEN el 2017-09-13.

Los miembros de CEN están sometidos al Reglamento Interior de CEN/CENELEC que define las condiciones dentro de las cuales debe adoptarse, sin modificación, la norma europea como norma nacional. Las correspondientes listas actualizadas y las referencias bibliográficas relativas a estas normas nacionales pueden obtenerse en el Centro de Gestión de CEN/CENELEC, o a través de sus miembros.

Esta norma europea existe en tres versiones oficiales (alemán, francés e inglés). Una versión en otra lengua realizada bajo la responsabilidad de un miembro de CEN en su idioma nacional, y notificada al Centro de Gestión de CEN/CENELEC, tiene el mismo rango que aquéllas.

Los miembros de CEN son los organismos nacionales de normalización de los países siguientes: Alemania, Antigua República Yugoslava de Macedonia, Austria, Bélgica, Bulgaria, Chipre, Croacia, Dinamarca, Eslovaquia, Eslovenia, España, Estonia, Finlandia, Francia, Grecia, Hungría, Irlanda, Islandia, Italia, Letonia, Lituania, Luxemburgo, Malta, Noruega, Países Bajos, Polonia, Portugal, Reino Unido, República Checa, Rumanía, Serbia, Suecia, Suiza y Turquía.



COMITÉ EUROPEO DE NORMALIZACIÓN
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
CENTRO DE GESTIÓN: Rue de la Science, 23, B-1040 Brussels, Belgium

© 2017 CEN. Derechos de reproducción reservados a los Miembros de CEN.

Índice

Prólogo europeo	5
Declaración.....	5
Prólogo	6
1 Objeto y campo de aplicación.....	7
2 Principio	7
3 Interferencias	7
4 Reactivos.....	7
4.1 Ácido nítrico concentrado	7
4.2 Ácido nítrico alto	7
4.3 Ácido nítrico bajo	7
4.4 Ácido fluorhídrico concentrado	7
4.5 Mezcla de ácido	8
4.6 Hidróxido de sodio.....	8
5 Aparataje	8
5.1 Balanza de precisión	8
5.2 Aparato de disolución con condensador de reflujo total.....	8
5.3 Aparato de disolución sin condensador de reflujo total.....	8
5.4 Segundo aparato de disolución (politetrafluoretileno, PTFE, polietileno de alta densidad, HDPE).....	8
5.5 Aparato de filtrado.....	8
6 Muestras	8
7 Procedimiento	9
7.1 Preparación de la muestra.....	9
7.2 Procedimiento de disolución	9
7.3 Tratamiento del residuo	9
7.4 Determinación del plutonio	10
7.5 Nuevo ensayo de solubilidad.....	10
8 Expresión de los resultados.....	10
8.1 Método de cálculo.....	10
8.2 Incertidumbre total de la medición Pu.....	10
9 Informe del ensayo	11
Bibliografía	12

Prólogo europeo

El texto de la Norma ISO 21483:2013 del Comité Técnico ISO/TC 85 *Energía nuclear, tecnologías nucleares y protección radiológica*, de la Organización Internacional de Normalización (ISO), ha sido adoptado como Norma EN ISO 21483:2017 por el Comité Técnico CEN/TC 430 *Energía nuclear, tecnologías nucleares y protección radiológica*, cuya Secretaría desempeña AFNOR.

Esta norma europea debe recibir el rango de norma nacional mediante la publicación de un texto idéntico a ella o mediante ratificación antes de finales de abril de 2018, y todas las normas nacionales técnicamente divergentes deben anularse antes de finales de abril de 2018.

Se llama la atención sobre la posibilidad de que algunos de los elementos de este documento estén sujetos a derechos de patente. CEN no es responsable de la identificación de dichos derechos de patente.

De acuerdo con el Reglamento Interior de CEN/CENELEC, están obligados a adoptar esta norma europea los organismos de normalización de los siguientes países: Alemania, Antigua República Yugoslava de Macedonia, Austria, Bélgica, Bulgaria, Chipre, Croacia, Dinamarca, Eslovaquia, Eslovenia, España, Estonia, Finlandia, Francia, Grecia, Hungría, Irlanda, Islandia, Italia, Letonia, Lituania, Luxemburgo, Malta, Noruega, Países Bajos, Polonia, Portugal, Reino Unido, República Checa, Rumanía, Serbia, Suecia, Suiza y Turquía.

Declaración

El texto de la Norma ISO 21483:2013 ha sido aprobado por CEN como Norma EN ISO 21483:2017 sin ninguna modificación.

Prólogo

ISO (Organización Internacional de Normalización) es una federación mundial de organismos nacionales de normalización (organismos miembros de ISO). El trabajo de elaboración de las Normas Internacionales se lleva a cabo normalmente a través de los comités técnicos de ISO. Cada organismo miembro interesado en una materia para la cual se haya establecido un comité técnico, tiene el derecho de estar representado en dicho comité. Las organizaciones internacionales, gubernamentales y no gubernamentales, vinculadas con ISO, también participan en el trabajo. ISO colabora estrechamente con la Comisión Electrotécnica Internacional (IEC) en todos los temas de normalización electrotécnica.

En la Parte 1 de las Directivas ISO/IEC se describen los procedimientos utilizados para desarrollar este documento y aquellos previstos para su mantenimiento posterior. En particular debería tomarse nota de los diferentes criterios de aprobación necesarios para los distintos tipos de documentos ISO. Este documento ha sido redactado de acuerdo con las reglas editoriales de la Parte 2 de las Directivas ISO/IEC (véase www.iso.org/directives).

Se llama la atención sobre la posibilidad de que algunos de los elementos de este documento puedan estar sujetos a derechos de patente. ISO no asume la responsabilidad por la identificación de alguno o todos los derechos de patente. Los detalles sobre cualquier derecho de patente identificado durante el desarrollo de este documento se indicarán en la Introducción y/o en la lista ISO de declaraciones de patente recibidas (véase www.iso.org/patents).

Cualquier nombre comercial utilizado en este documento es información que se proporciona para comodidad del usuario y no constituye una recomendación.

Este documento ha sido elaborado por el Comité Técnico ISO/TC 85, *Energía nuclear, tecnologías nucleares y protección radiológica*, Subcomité SC 5, *Ciclo del combustible nuclear*.

Esta primera edición de la Norma ISO 21483 anula y sustituye a la Norma ISO 12184:1994 que ha sido revisada técnicamente.

1 Objeto y campo de aplicación

Esta norma internacional especifica el método analítico para determinar la solubilidad en ácido nítrico del plutonio en pastillas de combustible de óxidos mixtos no irradiados (combustibles de reactor de agua ligera). Los resultados arrojan información sobre el comportamiento esperado de la disolución de las pastillas irradiadas bajo condiciones de reprocesado industrial. En este aspecto, las condiciones específicas (por ejemplo, tiempo del ensayo) puede variar dependiendo de la necesidad de igualarlo a los requisitos de un reprocesador específico. El ensayo pretende establecer la solubilidad bajo condiciones de equilibrio más que la cinética de la disolución y, por tanto, permite un segundo periodo de disolución.

2 Principio

Se disuelve un número específico de pastillas mixtas con un contenido y masa de plutonio conocido en una solución hirviendo de ácido nítrico. La concentración inicial de ácido nítrico, el contenido final de U, Pu y el tiempo de hervido se controlan cuidadosamente. El residuo no disuelto se disuelve entonces de manera cuantitativa hirviéndolo en una mezcla de ácido nítrico y ácido fluorhídrico. El contenido de plutonio del residuo se establece por medio de un método analítico apropiado. La solubilidad se expresa por el cociente de la cantidad de plutonio disuelto en ácido nítrico entre la cantidad de plutonio en la muestra.

3 Interferencias

El aparato de disolución (capítulo 5) y los reactivos no deben estar contaminados con fluoruro, ya que este puede causar un aumento de la solubilidad de las pastillas en ácido nítrico.

4 Reactivos

Se usan sólo reactivos de grado analítico y agua destilada o desmineralizada de pureza equivalente. Se preparan los reactivos de acuerdo con las instrucciones de seguridad del laboratorio local.

4.1 Ácido nítrico concentrado

$\rho = 1,40$ g/ml o más.

4.2 Ácido nítrico alto

Solución [$c(\text{HNO}_3) = 10$ mol/l].

4.3 Ácido nítrico bajo

Solución [$c(\text{HNO}_3) = 0,5$ mol/l].

4.4 Ácido fluorhídrico concentrado

$\rho = 1,13$ g/ml.

4.5 Mezcla de ácido

Ácido nítrico, solución [$c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/l}$] y ácido fluorhídrico, solución [$c(\text{HF}) = 0,5 \text{ mol/l}$].

4.6 Hidróxido de sodio

Solución [$c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$] (opcional).

5 Aparataje

Aparatos habituales de laboratorio y, en especial, los siguientes.

5.1 Balanza de precisión

Balanza con una precisión de 0,1 mg o mejor.

5.2 Aparato de disolución con condensador de reflujo total

Consta de un recipiente de disolución (vidrio borosilicato o polietileno de alta densidad HDPE son apropiados), calentador, condensador de reflujo total y tubo de entrada de gas. La capacidad de volumen del recipiente debe reflejar el tamaño de la muestra seleccionado en el capítulo 6.

5.3 Aparato de disolución sin condensador de reflujo total

Consta de un recipiente de disolución (vidrio borosilicato o polietileno de alta densidad HDPE son apropiados), calentador, condensador y botella de lavado de cristal. La capacidad de volumen del recipiente debe reflejar el tamaño de la muestra seleccionado en el capítulo 6.

5.4 Segundo aparato de disolución (politetrafluoretileno, PTFE, polietileno de alta densidad, HDPE)

Para la disolución con ácido nítrico/ mezcla de ácido fluorhídrico. Esta segunda disolución se realiza con el condensador de reflujo total (capítulo 5).

5.5 Aparato de filtrado

Aparato consistente en un embudo de vacío y un filtro resistente al ácido nítrico con un tamaño de poro inferior o igual a 1 micra (por ejemplo, filtro de nitrocelulosa o de membrana de policarbonato de 1 μm).

6 Muestras

El tamaño de la muestra debe ser lo suficientemente grande como para ser representativo del lote, tanto pastillas enteras como rotas se aceptan para este ensayo. El tamaño mínimo de la muestra se podría elegir como función de la composición de la pastilla y el límite de detección del laboratorio. De cualquier modo, el tamaño mínimo tiene que ser igual o mayor que 1 pastilla.

7 Procedimiento

7.1 Preparación de la muestra

Se pesan las pastillas y se transfieren cuantitativamente al recipiente de disolución (5.2 y 5.3). Para alcanzar una concentración de metal pesado de cerca de 1 mol/l, el volumen total V , en litros, de solución de ácido nítrico (4.2) para usar se da mediante

$$V = \frac{m}{cM}$$

donde

m es la suma de la masa de uranio y plutonio de la muestra en gramos;

M es el peso atómico medio de los metales, en gramos por mol;

c es la concentración de uranio y plutonio en la solución, en moles por litro ($c = 1$ mol/l). Este valor corresponde con la práctica de la "disolución reprocesada del combustible usado".

7.2 Procedimiento de disolución

Se introduce el volumen calculado de solución de ácido nítrico (4.2) en el frasco que contiene las pastillas de muestra. Se hierve el contenido del frasco bajo el reflujo durante el periodo específico (los ejemplos son 10 h y 18 h). El tiempo necesario para el ensayo de solubilidad depende del contrato comercial y lo acordado con el cliente. El hervido debe comenzar en 30 min. El enfriamiento a menos de unos 50 °C debería finalizar en 30 min. Para evitar retraso en el enfriamiento, se puede pasar la solución por aire comprimido. El vapor nitroso que surja se puede atrapar en una botella de lavado de cristal rellena con una solución de hidróxido de sodio (4.6).

7.3 Tratamiento del residuo

Se transfiere cuantitativamente la solución y el residuo no disuelto al aparato de filtro y se filtra la solución usando el embudo de vacío. Se enjuaga el residuo cuidadosamente en el filtro con la solución de ácido nítrico (4.3)

Si se ve que el residuo filtrado contiene fragmentos de pastilla, puede ser indicativo de un problema con el fabricante del material MOX. Se repite el ensayo usando un filtro tarado para pesar el residuo (7.5).

Se coloca el filtro y el residuo en un frasco de disolución (5.4) y se añaden unos 25 ml del ácido nítrico/ácido fluorhídrico (4.5). Se calienta el ácido a su punto de ebullición y se realiza la ebullición bajo reflujo hasta que el residuo esté completamente disuelto y al menos durante 2,5 h.

En general, después de este plazo, no quedan más residuos en la disolución HNO₃/HF. Si siguen quedando residuos, se puede añadir ácido fluorhídrico (0,05 mol/l) para obtener la disolución total.

7.4 Determinación del plutonio

Se forma la solución resultante del tratamiento del residuo no disuelto en una masa o volumen conocido. Se toman muestras y se analiza su contenido de plutonio mediante un método apropiado. El método debe tener una incertidumbre del 20% o menos, incluso en presencia de un mayor nivel de impurezas contenidas en el material disuelto. El método de la espectrometría descrito en la Norma ISO 9463 es adecuado. También se pueden utilizar otros métodos como la espectrometría de masa (TIMS o ICPMS).

7.5 Nuevo ensayo de solubilidad

Si se observan fragmentos de pastilla visibles en el residuo del primer ensayo de disolución (7.2), se realiza un nuevo ensayo con una muestra fresca. Para este ensayo, la duración del ensayo (hasta 18 h), concentración de ácido nítrico (hasta 10 mol/l) y concentración U+Pu (0,9 mol/l) deben quedar definidos antes de realizar el ensayo. Se debería informar de las condiciones de cada ensayo y sus resultados.

8 Expresión de los resultados

8.1 Método de cálculo

La solubilidad del plutonio, L , expresada como fracción de masa en porcentaje, se calcula de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$L = \left\{ 1 - \frac{m_2}{m_1 W_{\text{Pu}}} \right\} \times 100$$

donde

m_1 es la masa de la muestra, en gramos;

m_2 es la masa del plutonio en el residuo, en gramos;

W_{Pu} es la fracción de masa del plutonio en la muestra.

8.2 Incertidumbre total de la medición Pu

La incertidumbre total depende de la fracción de masa del plutonio W_{Pu} y del método analítico utilizado para establecer el contenido de plutonio en el residuo. Típicamente, para un material con una fracción de masa mayor de 5% y un tamaño de muestra de, al menos, 6 g, se puede lograr una incertidumbre total del 20%.

9 Informe del ensayo

El informe del ensayo debe incluir la siguiente información:

- a) una referencia esta norma internacional;
- b) lugar y fecha del ensayo realizado;
- c) identificación y masa de la muestra;
- d) la referencia del método analítico utilizado;
- e) el método de cálculo del resultado incluyendo tiempo de hervido;
- f) el resultado y sus unidades;
- g) cualquiera característica inusual observada durante el ensayo;
- h) aumento potencial del tiempo de disolución;
- i) cualquier operación considerada opcional.

Bibliografía

- [1] ISO 9463, *Nuclear energy. Nuclear fuel technology. Determination of plutonium in nitric acid solutions by spectrophotometry.*

Para información relacionada con el desarrollo de las normas contacte con:

Asociación Española de Normalización
Génova, 6
28004 MADRID-España
Tel.: 915 294 900
info@une.org
www.une.org

Para información relacionada con la venta y distribución de las normas contacte con:

AENOR INTERNACIONAL S.A.U.
Tel.: 914 326 000
normas@aenor.com
www.aenor.com



organismo de normalización español en:

