



SEMINAIRE 60 ans de la CETAMA
France, Nîmes – 19-21 octobre 2021

N° 03-05

Communications orales – Résumé

Production of reference material EQRAIN (U+Pu) at LAMMAN – Primary analytical methods application in nuclear field

Marielle CROZET^{1*}, Sébastien PICART^{1*}

¹CEA, DES, ISEC, DMRC, CETAMA, Univ. Montpellier, Marcoule, France

* marielle.crozet@cea.fr ; sebastien.picart@cea.fr

Depuis 1997, le Comité d'établissement des méthodes d'analyse (CETAMA) du CEA met régulièrement en œuvre des comparaisons interlaboratoires, intitulées Evaluation de la Qualité des Résultats d'Analyse dans l'Industrie Nucléaire (EQRAIN). Les comparaisons interlaboratoires EQRAIN U et EQRAIN Pu évaluent notamment la compétence à mesurer une fraction massique d'uranium (U) ou de plutonium (Pu) respectivement. Les laboratoires du réseau Cetama ont exprimé le besoin d'un nouveau matériau de référence mixte U & Pu. Par conséquent, en 2017, le Laboratoire de Métrologie des Matières Nucléaires (LAMMAN) de la CETAMA a produit un nouveau matériau de référence EQRAIN (U+Pu) avec des fractions massiques de U et de Pu garanties. Depuis 2017, deux matériaux EQRAIN (U+Pu) ont été produits, avec une fraction massique de U proche de 100 g/kg et avec une fraction massique de Pu proche de 1 g/kg pour la première production et proche de 5 g/kg pour la seconde. La production de ces matériaux s'effectue en plusieurs étapes : 1/ fabrication et conditionnement, 2/ évaluation de l'hétérogénéité, 3/ évaluation de la stabilité, 4/ caractérisation des grandeurs d'intérêt (fractions massiques de U et de Pu), 5/ validation de la valeur de référence provisoire par des méthodes de haute exactitude et 6/ détermination de la densité et de l'acidité (valeurs indicatives) du matériau. Parmi les méthodes de haute exactitude utilisées pour valider la valeur de référence provisoire pour le Pu figure la coulométrie à potentiel contrôlé, méthode dite primaire. Elle est exploitée et développée au LAMMAN depuis plus de vingt ans. Initialement dédiée à la mesure de fraction massique de Pu dans des solutions pures de nitrate de Pu (avec une incertitude inférieure à 0,1% (k=2) [1,2]), elle a été validée récemment pour la mesure de la fraction massique de Pu en solutions mixtes U & Pu à partir du premier étalon mixte fabriqué au laboratoire [3]. Pour un ratio U/Pu de 100/1 et une fraction massique de Pu proche de 1 g/kg, une incertitude de mesure de 0,14% (k=2) a été obtenue sur une série de 4 mesurages. Cette méthode de coulométrie du Pu a donc été mise en œuvre pour la vérification de la valeur de référence provisoire du deuxième étalon mixte U & Pu et les résultats ont été satisfaisants.

[1] A. Ruas, N. Leguay, R. Sueur, N. Vedel, V. Dalier, P. Moisy, High accuracy plutonium mass determination by controlled-potential coulometry, *Radiochimica Acta*, 2014, p. 691.

[2] S. Picart, M. Crozet, G. Canciani, Y. Davrain, L. Faure, D. Roudil, Accurate determination of plutonium by Controlled Potential Coulometry: uncertainty evaluation by the Monte Carlo Method approach, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 324(2) (2020) 747-758.

[3] G. Canciani, Y. Davrain, M. Crozet, D. Roudil, S. Picart, Controlled Potential Coulometry for the accurate determination of plutonium in the presence of uranium: The role of sulfate complexation, *Talanta* 222 (2021) 121490.