

## RiO5 METHOD (11)

IRSN-LMRE/MESURE/ALPHA/MO4010.9.1

Sabine Charmasson

Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire IRS[N], France

[sabine.charmasson@irsn.fr](mailto:sabine.charmasson@irsn.fr)

This is a laboratory operating protocol developed by the Environmental Radioactivity Metrology Laboratory (Laboratoire de Métrologie de la Radioactivité dans l'Environnement-LMRE) at IRSN/PSE-ENV/SAME- Orsay France

(Head laboratory [christophe.ardois@irsn.fr](mailto:christophe.ardois@irsn.fr)).

Contributor:

Catherine Cossonnet ([catherine.cossonnet@irsn.fr](mailto:catherine.cossonnet@irsn.fr))

### **$^{238}\text{Pu}$ , $^{239+240}\text{Pu}$ , $^{241}\text{Am}$ and $^{244}\text{Cm}$ —Alpha-spectrometry using extraction chromatography — sediment and biota**

#### **Disclaimer**

It is the responsibility of each analyst to follow established practices when handling and examining the samples referenced in this Rio5 Cookbook. Although the methods may have been tested by each laboratory identified as the source, each user must perform a validation procedure to ensure the validity of their results. Woods Hole Oceanographic Institution, its officers, directors and employees are not responsible for any of the data or the results that may be achieved from using the information in the Rio5 Cookbook and disclaim all liability for the same.

## Table of Contents

<b>1</b>	<b>SCOPE</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>EQUIPMENT CHEMICAL REAGENTS</b>	<b>1</b>
<b>2.1</b>	<b>EQUIPMENT</b>	<b>1</b>
<b>2.2</b>	<b>TRACERS</b>	<b>2</b>
<b>2.3</b>	<b>CHEMICAL REAGENTS</b>	<b>2</b>
<b>2.4</b>	<b>SOLUTIONS</b>	<b>2</b>
<b>3</b>	<b>PROCEDURE</b>	<b>3</b>
	<b>ANNEX 1. PREPARATION DES COLONNES/ <i>COLUMN PREPARATION</i></b>	<b>27</b>
	<b>ANNEX 2. PRESENCE D'INTERFERENCES SPECTRALES</b>	<b>29</b>
<b>4</b>	<b>REFERENCES</b>	<b>29</b>
<b>5</b>	<b>FLOW CHART</b>	<b>30</b>

## 1 SCOPE

This method both in French (original language) and *English (in italic characters)* specifies the minimum requirements and laboratory methods for the analysis of  $^{238}\text{Pu}$ ,  $^{239+240}\text{Pu}$ ,  $^{241}\text{Am}$  and  $^{244}\text{Cm}$  in sediment/soil and biota samples.

This procedure has two variants:

- procedure for iron-rich samples, for example : sediment (test portion (tp) between 100 g and 200 g or according to expected activity), soils (tp 100 g to 200 g), grassland, bryophytes, algae (tp 50 g)

- procedure for samples rich in phosphate ions, for example: fish, molluscs, crustaceans, dairy products, foodstuffs (tp 50 g)

After collection in the field, the samples are either frozen or keep fresh until return to the laboratory where they are dried at 80°C or freeze-dried) (they can be dried or freeze-dried directly on board) then ashed at 480°C (by increasing the furnace temperature step by step). Then the dissolution of the inorganic oxides is carried out followed by three co-precipitations allowing the actinides to be concentrated. A first load of the solution on column makes it possible to separate the fraction containing Pu from that containing Am and Cm. The two fractions are then treated according to different protocols. Various column loads make it possible to purify, on the one hand, the Pu fraction and, on the other hand, the Am-Cm fraction. Then, irrespective of the radionuclide to be measured, the purified fraction is electroplated and counted by alpha spectrometry.

## 2 EQUIPMENT CHEMICAL REAGENTS

### 2.1 Equipment

<ul style="list-style-type: none"> <li>• balances</li> <li>• étuve, four</li> <li>• bain de sable</li> <li>• agitateur magnétique</li> <li>• pH-mètre, titrateur</li> <li>• centrifugeuse</li> <li>• ensemble de filtration</li> <li>• appareil d'électrodéposition</li> <li>• ensemble de spectrométrie alpha</li> <li>• verrerie de laboratoire</li> <li>• Pipette Pasteur jetable</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>scales</i></li> <li>• <i>oven, furnace</i></li> <li>• <i>sand bath</i></li> <li>• <i>magnetic agitator</i></li> <li>• <i>pH meter, titrator</i></li> <li>• <i>centrifuge</i></li> <li>• <i>filter assembly</i></li> <li>• <i>Electrodeposition apparatus</i></li> <li>• <i>alpha spectrometry assembly</i></li> <li>• <i>laboratory glassware</i></li> <li>• <i>disposable Pasteur pipette</i></li> </ul>
---	---

See text of Procedure for other materials

L'utilisation des différents appareils est explicitée dans les modes opératoires donnés par les fabricants.

*The use of the different devices is explained in the associated manufacturer's procedures.*

La vaisselle sera annotée *ad minima* avec le numéro de l'échantillon.

*The laboratory glassware will be annotated ad minima with the sample number.*

## 2.2 Tracers

- Deux sources ( $^{242}\text{Pu}$  et  $^{243}\text{Am}$ ) sont utilisées pour la détermination du rendement chimique et préparées par dilution d'une solution mère certifiée.
- *Two sources ( $^{242}\text{Pu}$  and  $^{243}\text{Am}$ ) are used for the determination of chemical yield and prepared by dilution of a certified stock solution*

## 2.3 Chemical reagents

- $\text{H}_2\text{O}_2$
- hydrofluoric acid.
- oxalic acid
- concentrated ammonia  $\text{NH}_4\text{OH}$
- calcium chloride  $\text{CaCl}_2$
- $\text{HCl}$
- Ammonium chloride  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .
- $\text{MnCl}_2$
- $\text{KMnO}_4$ .
- Sodium nitrite  $\text{NaNO}_2$
- Nitric acid
- Aluminum nitrate
- Sodium bisulfate  $\text{HNaSO}_4$ ,
- concentrated ammonia  $\text{NH}_4\text{OH}$

L'ensemble des réactifs est donnée dans la procédure..

*See text of Procedure for other chemical reagents (e.g. resins).*

La qualité des réactifs est vérifiée par l'analyse de l'échantillon « BLANC ».

*The quality of the reagents is checked by the analysis of the "BLANK".*

## 2.4 Solutions

- Concentrated nitric acid or 8 M  $\text{HNO}_3$
- 27.5%  $\text{FeCl}_3$  iron chloride
- 1M  $\text{HNO}_3$  / 93%  $\text{CH}_3\text{OH}$
- 0.1M  $\text{HCl}$  / 0.5M  $\text{NH}_4\text{SCN}$  / 80%  $\text{CH}_3\text{OH}$
- Concentrated  $\text{HCl}$ , 9 M  $\text{HCl}$ , 12 M  $\text{HCl}$
- Aluminum nitrate 1M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$
- 0.1 M  $\text{MnCl}_2$
- 0.2 M  $\text{KMnO}_4$ .

See text of Procedure for other solutions.

### 3 PROCEDURE

Le mode opératoire est schématisé sur la figure F1 *The procedure is shown schematically on F1 :*

- après avoir pesé l'échantillon sous forme de cendres (étape A), la mise en solution des oxydes minéraux (étape B) est suivie de trois coprécipitations (étapes C/C', D/D', E) permettant de concentrer les actinides (étapes C et D pour les échantillons riches en fer, étapes C' et D' pour ceux riches en ions phosphate),

*after having weighed the ashed sample (step A), the dissolution of the inorganic oxides (step B) is followed by three co-precipitations (steps C / C', D / D', E) allowing the actinides to be concentrated (steps C and D for the iron-rich samples, steps C' and D' for those rich in phosphate ions,*

- un premier passage sur colonne permet de séparer la fraction contenant Pu de celle contenant Am et Cm (étape F),

*a first load of the solution on column makes it possible to separate the fraction containing Pu from that containing Am and Cm (step F),*

- les deux fractions sont ensuite traitées selon des protocoles différents. Divers passages sur colonne permettent de purifier d'une part la fraction Pu (étape G) et d'autre part, la fraction Am-Cm (étapes H, I, J, K),

*the two fractions are then treated according to different protocols. Various column loads make it possible to purify, on the one hand, the Pu fraction (step G) and, on the other hand, the Am-Cm fraction (steps H, I, J, K)*

- on procède ensuite, quel que soit le radionucléide à mesurer, à la préparation de la source par électrodéposition (étape L) et au comptage (étape M).

*then, irrespective of the radionuclide to be measured, the preparation of the source by electroplating (step L) and counting (step M) is carried out.*

Les précisions apportées sur la verrerie et les volumes sont données à titre indicatif et pour une prise d'essai maximale (200 g pour les sols et sédiments, 50 g pour les autres matrices). Le choix de la verrerie (taille et forme) est laissé à l'appréciation de l'opérateur.

*The precisions on the glassware and the volumes are given for information only and for a maximum test portion (200 g for the soils and sediments, 50 g for the other matrices). The choice of glassware (size and shape) is left to the discretion of the operator.*

Pour les faibles prises d'essai d'échantillons riches en fer (< 10 g), si, à l'étape C, la quantité d'oxalate de calcium n'est pas trop importante, on peut passer directement à l'étape F.

*For small test portions of iron-rich samples (<10 g), if in stage C the quantity of calcium oxalate is not too great, one can proceed directly to step F*

**Warning**

The original documents quote various internal documents relating in particular to the calibration, the maintenance of the equipment used as well as aspects of internal quality assurance in the laboratory. These documents are not published here and it is appropriate for each laboratory that uses these procedures to verify that it works in the state of the art.

**A. Préparation de l'échantillon (sous forme de cendres)**

***Sample Preparation (ashed sample)***

- A.1** Tarer un bécher de capacité suffisante et qui va être utilisé lors des étapes A et B. Imprimer son poids.  
*Tare a beaker of sufficient capacity and which will be used in steps A and B. Note the weight or print*
- A.2** Ajouter la prise d'essai de l'échantillon en cendres dans le bécher. Peser. Imprimer.  
*Add test portion of the sample ashes to the beaker. Note the weight or print*
- A.3** Sécher à l'étuve en couche mince une nuit entre 80-100 °C.  
*Dry in the oven in a thin layer overnight at 80-100 °C.*
- A.4** Mettre au dessiccateur. Peser.  
*Place in desiccator. Note the weight or print*
- A.5** Coller les rapports d'impression de la balance sur une feuille de suivi des pesées.  
*Paste the balance reports on a weighing tracking sheet (or note the various weight)*
- A.6** Mouiller les cendres avec de l'eau ultra-pure ou de l'acide nitrique dilué (obtention d'un gâteau).  
*Wet the ashes with ultra-pure water or dilute nitric acid (obtaining a cake).*

**Ajout des traceurs radioactifs <sup>242</sup>Pu et <sup>243</sup>Am**

***Addition of radioactive tracers <sup>242</sup>Pu and <sup>243</sup>Am (spiking)***

- A.7** Mettre des gants. *Put on gloves*
- A.8** Disposer le bécher contenant les cendres et le flacon contenant la solution de traçage sous la hotte.  
*Place the beaker containing the ashes and the vial containing the tracing solution under the hood.*
- A.9** Ouvrir le flacon de la solution de traçage avec précaution.  
*Open the vial of the tracer solution carefully.*

**Ajout d'une quantité de traceur supérieure à 0,5 mL**

***Addition of tracer volume greater than 0.5 mL (spiking)***

- A.10** Prendre à l'aide d'une pipette Pasteur jetable (dont le bout est effilé) environ 1 mL de la solution.  
*Take about 1 mL of the solution using a disposable Pasteur pipette (with the tip tapered).*
- A.11** Peser la pipette disposée dans un flacon réservé à cet effet. Imprimer la valeur. Tarer. Imprimer la valeur.  
*Weigh the pipette placed in a bottle reserved for this purpose. Print the value. Tare. Print the value.*
- A.12** Imprimer le numéro de l'échantillon. Verser sur les cendres la quantité en poids de traceur désirée sachant qu'une goutte pèse environ 40 mg (33 µL).  
*Print the sample number. Pour on the ashes the desired quantity by weight of tracer, knowing that a drop weighs approximately 40 mg (33 µL).*
- A.13** Remettre la pipette dans le flacon. Imprimer la valeur.  
*Put the pipette back into the bottle. Print the value.*
- A.14** Recommencer ces quatre dernières opérations pour chaque échantillon du groupe.  
*Repeat these last four operations for each group sample.*
- A.15** Verser le surplus de la solution dans son flacon. Jeter la pipette dans le bac à déchets radioactifs combustibles.  
*Pour the excess solution into the vial. Dispose of the pipette in the combustible radioactive waste bin.*
- A.16** Coller l'étiquette imprimée par la balance (ou noter le poids) sur une feuille de suivi des pesées  
*Paste the label printed by the scale (or note the weigh) onto the weighing tracking sheet.*

**Ajout par pesée d'une quantité connue de traceur (<0.5ml)**

**Add by weighing a known quantity of tracer (<0.5ml) (spiking)**

- A.17** Evaluer approximativement le volume nécessaire de traceur. Disposer à l'aide du pipetteur automatique équipé d'embout avec piston (évitant ainsi tout risque de contamination) le volume correspondant plus 40 µL dans un flacon compte-gouttes.  
*Evaluate approximately the required volume of tracer. Place the corresponding volume plus 40 µL in a dropper bottle with the aid of the automatic pipette equipped with a piston nozzle (thus avoiding any risk of contamination).*
- A.18** Peser le flacon avec son bouchon sur la balance. Imprimer le poids. Tarer. Imprimer./  
*Weigh the bottle with its cap on the scale. Print the weight. Tare. Print*
- A.19** Imprimer le numéro de l'échantillon. Verser sur les cendres la quantité en poids de traceur désirée sachant qu'une goutte pèse environ 40 mg (33 µL).

*Print the sample number. Pour on the ashes the desired quantity by weight of tracer, knowing that a drop weighs approximately 40 mg (33 µL).*

**A.20** Recommencer ces deux dernières opérations pour chaque échantillon du groupe.

*Repeat these last two operations for each sample in the group.*

**A.21** Verser le surplus de la solution dans son flacon. Jeter le flacon compte-gouttes dans le bac à déchets radioactifs combustibles.

*Pour the excess solution into the vial. Discard the dropper bottle into the radioactive waste bin.*

**A.22** Coller l'étiquette imprimée par la balance sur la feuille de suivi des pesées.

*Paste the label printed by the scale (or note the weigh) onto the weighing tracking sheet.*

## **B. Mise en solution/Dissolution**

**Cette étape consiste à mettre en solution les minéraux présents sous forme d'oxydes dans la matrice. Cette opération ne permet pas de dissoudre la silice qui constitue la majeure partie de la fraction insoluble (étapes B1 à B16). Cependant, une faible fraction de silice peut être entraînée lors du lavage des cendres. Cette silice gênante pour la suite du mode opératoire doit être éliminée (étapes B17 à B24).**

*This step consists of dissolving the minerals present as oxides in the matrix. This operation does not make it possible to dissolve the silica which constitutes the major part of the insoluble fraction (steps B1 to B16). However, a small fraction of silica can be entrained during the washing of the ashes. This embarrassing silica for the rest of the procedure must be eliminated (steps B17 to B24).*

**Pour certaines études particulières (végétaux, produits alimentaires) il peut s'avérer nécessaire de dissoudre par l'acide fluorhydrique la totalité de la fraction insoluble (étapes B25 à B32).**

*For some specific studies (plants, foodstuffs) it may be necessary to dissolve the entire insoluble fraction with hydrofluoric acid (steps B25 to B32)*

Les volumes de réactifs indiqués correspondent aux volumes moyens. La quantité de réactif est aussi reliée à la quantité de la prise d'essai initiale.

*The volumes of reagents indicated correspond to the average volumes. The amount of reagent is also related to the amount of the initial test fraction.*

### **Attaque à l'acide nitrique/ Dissolution in Nitric acid**

**B.1** Ajouter les volumes d'acide nitrique concentré suivants

*Add the following concentrated nitric acid volumes:*

- 200 mL pour les sols/200 mL for soils
- 400 mL pour les sédiments/ 400 mL for sediment
- 50 mL pour 50 g de cendre d'une autre matrice/50 mL for 50 g of ash from

*another matrix*

**Introduire délicatement par fraction de 10 mL les 50 à 100 premiers mL** pour éviter les projections sur les parois. Entre chaque ajout de HNO<sub>3</sub>, couvrir d'un verre de montre.

*Gently introduce the first 50 to 100 mL in 10 mL fractions to avoid splashes on the walls. Between each addition of HNO<sub>3</sub>, cover with a watch glass.*

**B.2** Ajouter 50 mL (pour sols, sédiments) / 20 mL (pour autres matrices) de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> par fraction de 10 mL et laisser agir jusqu'à la fin de l'effervescence. Entre chaque ajout de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, couvrir d'un verre de montre.

*Add 50 mL (for sols, sediments) / 20 mL (for other matrices) of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> per 10 mL fraction and leave to act until the end of the effervescence. Between each addition of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, cover with a watch glass.*

**B.3** Chauffer à température douce (80 °C) pendant au moins 8 heures en ajoutant H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> régulièrement par fraction de 10 à 30 mL. Agiter régulièrement. Si la couleur rouille de l'échantillon persiste ajouter 50 à 100 mL de HCl concentré.

*Heat at a mild temperature (80 °C) for at least 8 hours, adding H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> evenly in 10 to 30 mL fractions. Shake regularly. If the rust color of the sample persists add 50 to 100 mL of concentrated HCl.*

**B.4** Laisser refroidir. *Let cool.*

**B.5** Centrifuger. *Centrifuge*

**B.6** Transvaser le surnageant dans un bécher de 1 L [600 mL], réduire le volume jusqu'à limite de cristallisation.

*Transfer the supernatant into a 1 L [600 mL] beaker, reduce the volume to crystallization limit.*

**B.7** Attaquer à nouveau le culot avec HNO<sub>3</sub> 8M ou concentré

*Dissolve the pellet with 8M or concentrate HNO<sub>3</sub>:*

- 200 mL pour les sols/ *200 mL for soils*

- 400 mL pour les sédiments/ *400 mL for sediment*

- 50 mL pour 50 g de cendres d'une autre matrice. *50 mL for 50 g of ash from another matrix*

**B.8** Chauffer doucement (à 80 °C) pendant 8 heures. Agiter et ajouter régulièrement quelques dizaines de mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

*Heat gently (at 80 °C) for 8 hours. Agitate and add regularly a few tens of mL of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.*

**B.9** Laisser refroidir. *Let cool*

**B.10** Centrifuger. *Centrifuge*

**B.11** Ajouter le surnageant obtenu au surnageant précédent conservé dans le bécher de 1 L [600 mL].

*Add the supernatant obtained to the previous supernatant stored in the 1 L beaker*

[600 mL].

**B.12** Laver la fraction insoluble avec 200 mL d'eau ultra-pure.

*Wash the insoluble fraction with 200 mL of ultra-pure water.*

**B.13** Centrifuger et joindre le surnageant aux autres déjà conservés.

*Centrifuge and join the supernatant to the others already preserved.*

**B.14** La fraction insoluble est jetée.

*The insoluble fraction is discarded.*

### **Récupération et attaque de la silice entraînée/ Recovery and dissolution of silica**

**B.15** Réduire le volume du surnageant jusqu'à floculation de la silice, soit environ jusqu'à 100-300 mL.

*Reduce the volume of the supernatant until flocculation of the silica, ie down to 100-300 mL*

**B.16** Centrifuger. *Centrifuge*

**B.17** Réserver le surnageant dans un bécher.

*Reserve the supernatant in a beaker.*

**B.18** Laver le culot de centrifugation, avec 50 à 100 mL d'eau ultra-pure.

*Wash the centrifugation pellet with 50 to 100 mL of ultra-pure water.*

**B.19** Dans un bécher téflon, transvaser le culot de centrifugation en remettant en suspension la silice dans 5 à 10 mL de HNO<sub>3</sub> 8 M ou concentré.

*In a Teflon beaker, transfer the centrifugation pellet by resuspending the silica in 5 to 10 mL of 8 M or concentrated HNO<sub>3</sub>.*

**B.20** Porter à sec sur bain de sable (intercaler une plaque inox pour que le bécher ne fonde pas).

*Bring to dryness on a sand bath (insert a stainless steel plate so that the beaker does not melt).*

**B.21** Ajouter quelques dizaines de mL de HF et amener à sec.

*Add a few tens of mL of HF and bring to dryness.*

**B.22** Renouveler l'opération précédente 2 à 3 fois.

*Renew the previous step 2 to 3 times.*

**B.23** Reprendre le résidu par 20 mL de HNO<sub>3</sub> concentré et 5 à 20 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Si un résidu subsiste, filtrer sur filtre d'acétate de cellulose et jeter le résidu.

*Dissolve the residue with 20 mL of concentrated HNO<sub>3</sub> and 5 to 20 mL of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. If residue remains, filter through cellulose acetate filter and discard the residue.*

**B.24** Verser la solution de reprise ou le filtrat dans le bécher.

*Pour the recovery solution or the filtrate into the beaker.*

**Attaque de la fraction insoluble dans le cas d'une demande particulière pour certaines études (plantes, denrées alimentaires)**

***Dissolution of the « insoluble fraction » in the case of particular applications for certain studies (plants, foodstuffs).***

**C. Précipitation de l'oxalate de calcium (échantillon riche en fer)**

- B.25** Verser la fraction insoluble dans un bécher téflon.  
*Pour the insoluble fraction into a Teflon beaker.*
- B.26** Ajouter délicatement 20 à 30 mL de HF.  
*Gently add 20 to 30 mL of HF. Gently add 20 to 30 mL of HF. Gently add 20 to 30 mL of HF.*
- B.27** Ramener à sec sur bain de sable en disposant le bécher sur une plaque inox (afin d'éviter qu'il ne fonde).  
*Bring to dryness on a sand bath by placing the beaker on a stainless steel plate (to prevent it from melting)*
- B.28** Renouveler l'attaque. *Renew the dissolution.*
- B.29** Dissoudre le résidu dans HNO<sub>3</sub> concentré et H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> facilite la mise en solution des agrégats, procéder par petits ajouts successifs, la réaction pouvant être vive).  
*Dissolve the residue in concentrated HNO<sub>3</sub> and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> facilitates the solution of the aggregates, proceed in small successive additions, the reaction being able to be strong).*
- B.30** Si un résidu d'alumine est observé, dissoudre les oxydes minéraux avec HNO<sub>3</sub> et H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et filtrer. Rincer le bécher avec 30 mL de HNO<sub>3</sub>. Jeter le filtre et le résidu.  
*If an alumina residue is observed, dissolve the inorganic oxides with HNO<sub>3</sub> and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and filter. Rinse the beaker with 30 mL HNO<sub>3</sub>. Discard the filter and residue.*
- B.31** Réunir le filtrat et le rinçage au surnageant conservé dans le bécher de 3 L.  
*Combine the filtrate and the rinsing with the supernatant stored in the 3 L beaker.*

***Precipitation of calcium oxalate (Iron-rich sample)***

- C.1** Dissoudre à chaud dans 500 mL [200 mL] d'eau ultra-pure, le même poids d'acide oxalique que de cendres.  
*Dissolve the same weight of oxalic acid and ashes in 500 mL [200 mL] of ultra-pure water while heating.*
- C.2** Ajouter un barreau magnétique dans le bécher de 3 L (B31) et y verser la solution d'acide oxalique.  
*Add a magnetic bar into the 3 L beaker (B31) and pour in the oxalic acid solution.*
- C.3** Etendre le volume de la solution à 1 400 mL avec de l'eau ultra-pure.  
*Extend the volume of the solution to 1400 mL with ultra-pure water.*
- C.4** Etalonner le titrateur. *Calibrate the titrator.*
- C.5** Ajuster le pH à 1,5 avec NH<sub>4</sub>OH concentré. Si le pH de la solution est initialement inférieur à - 0,3, ajouter de l'ammoniac concentré sans le titrateur pour augmenter le pH jusqu'à environ 0,5. Vers pH = 1, il y a apparition d'un précipité blanc. Si le

précipité n'est pas visible, ajouter 5 à 10 mL de la solution de  $\text{CaCl}_2$  ( $100 \text{ mg.mL}^{-1}$ ).

*Adjust the pH to 1.5 with concentrated  $\text{NH}_4\text{OH}$ . If the pH of the solution is initially less than -0.3, add concentrated ammonia without the titrator to increase the pH to about 0.5. Towards  $\text{pH} = 1$ , a white precipitate appears. If the precipitate is not visible, add 5 to 10 mL of the  $\text{CaCl}_2$  solution ( $100 \text{ mg.mL}^{-1}$ ).*

- C.6** Agiter la solution pendant 1 heure en chauffant à 70 - 80 °C.  
*Stir the solution for 1 hour while heating to 70 - 80 °C.*
- C.7** Laisser décanter. *Allow to settle.*
- C.8** Soutirer le surnageant et le réserver dans un flacon.  
*Remove the supernatant and place in a flask.*
- C.9** Centrifuger. *centrifuge*
- C.10** Réunir les surnageants des étapes C.8 e C.9 dans le bécher de 3 L.  
*Combine the supernatants of steps C.8 and C.9 in the 3 L beaker.*
- C.11** Dissoudre dans 50 mL d'eau ultra-pure 50 g [20 g] d'acide oxalique. Verser dans le bécher de 3 L.  
*Dissolve 50 g [20 g] of oxalic acid in 50 ml of ultrapure water. Pour into the beaker of 3 L.*
- C.12** Ajouter 5 mL à 10 mL de  $\text{CaCl}_2$  (Solution à  $100 \text{ mg.mL}^{-1}$  en  $\text{Ca}^{2+}$ ).  
*Add 5 mL to 10 mL of  $\text{CaCl}_2$  ( $100 \text{ mg.mL}^{-1}$   $\text{Ca}^{2+}$  solution)*
- C.13** Ajuster le pH à 1,5 avec  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentré à l'aide du titrateur.  
*Adjust the pH to 1.5 with concentrated  $\text{NH}_4\text{OH}$  using a titrator*
- C.14** Chauffer à 70 - 80 °C et agiter pendant 1/2 heure.  
*Heat to 70 - 80 °C and shake for 1/2 hour*
- C.15** Laisser décanter. *Leave to settle.*
- C.16** Soutirer le surnageant. *Withdraw the supernatant.*
- C.17** Centrifuger dans le même pot que celui utilisé à l'étape C.9 qui contient déjà le premier précipité.  
*Centrifuge in the same pot as used in step C.9 which already contains the first precipitate.*
- C.18** Soutirer le surnageant et le joindre au surnageant de l'étape C.16.  
*Remove the supernatant and add to the supernatant of step C.16*
- C.19** Rincer le précipité avec une solution aqueuse d'acide oxalique ajustée à pH 1,5 jusqu'à disparition de la couleur vert pomme. Remettre en suspension le précipité avec un agitateur plastique à bout plat. L'oxalate de calcium doit être blanc.  
*Rinse the precipitate with an aqueous solution of oxalic acid adjusted to pH 1.5 until disappearance of the apple green color. Resuspend the precipitate with a plastic stirrer. Calcium oxalate should be white.*
- C.20** Sécher à l'étuve le précipité pendant au moins 24 h. Après séchage, transvaser le

précipité dans un bécher de capacité suffisante (minimum 1 L) préalablement taré.

*Dry the precipitate in an oven for at least 24 hours. After drying, transfer the precipitate into a beaker of sufficient capacity (minimum 1 L) previously tared*

- C.21** Recouvrir d'un verre de montre. Calciner à 550°C (augmentation de la température par palliers)

*Cover with a watch glass. Calcinate at 550°C (with increase of temperature step by step)*

- C.22** A la sortie du four, laisser refroidir les échantillons se retrouvant sous forme de carbonate. Les peser. Reporter la valeur sur la feuille de suivi des pesées.

*Right out of the oven, let the samples cool down in the form of carbonate. Weigh them. Post the value on the Weighing Tracking Sheet.*

## **D. Précipitation de l'hydroxyde ferrique (Echantillon riche en fer)/**

### ***Precipitation of ferric hydroxide (iron-rich sample)***

- D.1** Mouiller le carbonate (C.22) avec de l'eau ultra-pure.

*Wet the carbonate (C.22) with ultrapure water.*

- D.2** Reprendre le précipité par fraction de 10 mL de HCl concentré ou 9 M jusqu'à dissolution complète. Une effervescence se produit. Recouvrir d'un verre de montre.

*Dissolve the precipitate in a fraction of 10 mL of concentrated or 9 M HCl until complete dissolution. An effervescence occurs. Cover with a watch glass.*

- D.3** Ajouter 10 à 20 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et chauffer jusqu'à fin de l'effervescence.

*Add 10 to 20 mL of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and heat until the end of the effervescence.*

- D.4** Si une couleur noire persiste, filtrer l'échantillon sur filtre d'acétate de cellulose et le calciner. Reprendre le résidu de calcination avec 20 mL de HCl 9 M et le transvaser dans le bécher.

*If a black color persists, filter the sample on a cellulose acetate filter and calcine it. Dissolve the calcination residue with 20 mL of 9M HCl and transfer to the beaker.*

- D.5** Etendre avec de l'eau ultra-pure le volume de la solution au  $\frac{3}{4}$  de la hauteur du bécher.

*Adjust with ultrapure water the volume of the solution at  $\frac{3}{4}$  the height of the beaker*

- D.6** Ajouter 10 à 20 g de NH<sub>4</sub>Cl.

*Add 10 to 20 g of NH<sub>4</sub>Cl.*

- D.7** Ajuster le pH à 8,5 avec NH<sub>4</sub>OH concentré avec le titrateur préalablement étalonné. Un précipité colloïdal marron rouille se forme. Si le précipité n'est pas visible, ajouter 0,5 à 0,7 mL d'entraîneur FeCl<sub>3</sub> 27,5 %.

*Adjust to pH 8.5 with concentrated NH<sub>4</sub>OH using the previously calibrated titrator. A rusty brown colloidal precipitate is formed. If the precipitate is not visible, add 0.5 to*

*0.7 mL of FeCl<sub>3</sub> 27.5% carrier.*

- D.8** Agiter pendant 1 h. *Shake for 1 hour.*
- D.9** Laisser décanter. Soutirer le surnageant et le réserver.  
*Leave to settle. Withdraw the supernatant and set it aside.*
- D.10** Centrifuger. *Centrifuge.*
- D.11** Réunir les surnageants dans le bécher utilisé précédemment. Réserver le précipité.  
*Group the supernatants in the previously used beaker. Set the precipitate aside.*
- D.12** Ajouter 0,5 mL de FeCl<sub>3</sub> 27,5 % aux surnageants réunis. Ajuster le pH à 8,5 avec NH<sub>4</sub>OH concentré.  
*Add 0.5 mL of 27.5% FeCl<sub>3</sub> to the combined supernatants. Adjust the pH to 8.5 with concentrated NH<sub>4</sub>OH.*
- D.13** Agiter 1/2 heure. *Shake for ½ hour.*
- D.14** Laisser décanter. Soutirer le surnageant.  
*Leave to settle. Withdraw the supernatant.*
- D.15** Centrifuger. Réunir les surnageants, les conserver.  
*Centrifuge. Combine the supernatants, keep them.*

**C'. Précipitation de l'oxyde de manganèse (Echantillon riche en ions phosphate)**

***Precipitation of manganese oxide (sample rich in phosphate ions)***

- C'.1** La présence de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> va empêcher la formation du précipité, dans ce cas chauffer afin d'éliminer complètement H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> de la solution.  
*The presence of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> will prevent the formation of the precipitate, in this case heat to completely remove H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> from the solution.*
- C'.2** Ajouter un barreau magnétique dans le bécher de 3 L et étendre le volume de la solution à 1 500 mL avec de l'eau ultra-pure.  
*Add a magnetic rod to the 3 L beaker and extend the volume of the solution to 1500 mL with ultra-pure water.*
- C'.3** Chauffer la solution à environ 60 – 80 °C.  
*Heat the solution to about 60-80 °C.*
- C'.4** Etalonner le titrateur. **Ne traiter qu'un seul échantillon à la fois.**  
*Calibrate the titrator. **Treat only one sample at a time.***
- C'.5** Ajuster le pH à 8 avec NH<sub>4</sub>OH concentré. Vers pH = 3 - 4, il y a apparition d'un précipité blanc de phosphate de calcium.  
*Adjust the pH to 8 with concentrated NH<sub>4</sub>OH. Close to pH = 3 - 4, a white precipitate of calcium phosphate appears.*

- C'.6** Ajouter 5 mL de  $\text{MnCl}_2$  0,1 M et 1 à 2 mL de  $\text{KMnO}_4$  0,2 M. Après apparition du précipité brun de  $\text{MnO}_2$ , la solution est ramenée à pH acide (vers 1,5 - 2) jusqu'à ce qu'elle soit limpide. Si le précipité brun n'apparaît pas avant acidification, la solution peut encore contenir  $\text{H}_2\text{O}_2$ : chauffer la solution et reprendre la précipitation sans ajouter de  $\text{MnCl}_2$ .

*Add 5 mL of 0.1 M  $\text{MnCl}_2$  and 1-2 mL of 0.2 M  $\text{KMnO}_4$ . After the brown precipitate of  $\text{MnO}_2$  appears, the solution is brought back to acidic pH (about 1.5 - 2) until it is clear. If the brown precipitate does not appear before acidification, the solution may still contain  $\text{H}_2\text{O}_2$ : heat the solution and continue the precipitation without adding  $\text{MnCl}_2$ .*

Le pH est ajusté manuellement avec  $\text{NH}_4\text{OH}$  à pH 3,5 (voire jusqu'à 4 si la quantité d'ions phosphate est faible) jusqu'à limite de précipitation du phosphate (voile blanc).

*The pH is manually adjusted with  $\text{NH}_4\text{OH}$  to pH 3.5 (or up to 4 if the amount of phosphate ions is low) up to the phosphate precipitation limit (white veil).*

- C'.7** Agiter la solution pendant 1 heure. *Shake the solution for 1 hour.*
- C'.8** Laisser décanter. Soutirer le surnageant et le réserver.  
*Leave to settle. Withdraw the supernatant and let it be aside.*
- C'.9** Centrifuger. *Centrifuge.*
- C'.10** Réunir les surnageants dans le bécher utilisé précédemment. Réserver le précipité.  
*Combine the supernatants in the previously used beaker. Set the precipitate aside.*
- C'.11** Renouveler les étapes C'.5 et C'.6 sur le surnageant.  
*Repeat steps C'.5 and C'.6 on the supernatant.*
- C'.12** Agiter ½ heure. *Shake for ½ hour.*
- C'.13** Laisser décanter. Soutirer le surnageant.  
*Leave to settle. Withdraw the supernatant.*
- C'.14** Centrifuger. Réunir les précipités et jeter les surnageants.  
*Centrifuge. Combine the precipitates and throw away the supernatants.*

**D'. 3<sup>ème</sup> précipitation de l'oxyde de manganèse (Echantillon riche en ions phosphate)**

***3<sup>rd</sup> precipitation of manganese oxide (sample rich in phosphate ions)***

Si trop de phosphate a été co-entraîné, reprendre les précipités à partir de l'étape C'.6 sans ajouter de  $\text{MnCl}_2$ .

*If too much phosphate has been co-precipitated, restart the precipitation from step C'.6 without adding  $\text{MnCl}_2$ .*

- D'.1** Dissoudre les précipités avec  $\text{HNO}_3$  et quelques mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

*Dissolve the precipitates with  $\text{HNO}_3$  and a few mL of  $\text{H}_2\text{O}_2$ .*

- D'.2** Chauffer jusqu'à la fin de l'effervescence de  $\text{H}_2\text{O}_2$  afin de l'éliminer complètement de la solution (sinon le précipité ne se formera pas).

*Heat until the end of the effervescence of  $\text{H}_2\text{O}_2$  to eliminate it completely from the solution (otherwise the precipitate will not form).*

- D'.3** Transvaser dans un bécher de 2 L et ajuster le volume de la solution à 1 500 mL avec de l'eau ultra-pure.

*Transfer to a 2 L beaker and adjust the volume of the solution to 1500 mL with ultrapure water.*

- D'.4** Chauffer la solution à environ 60 – 80 °C.

*Heat the solution to about 60-80 °C*

- D'.5** Etalonner le titrateur. *Calibrate the titrator*

- D'.6** Ajuster le pH à 8 avec  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentré. Vers pH = 3 - 4, il y a apparition d'un précipité blanc de phosphate de calcium.

*Adjust the pH to 8 with concentrated  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Close to pH = 3 - 4, a white precipitate of calcium phosphate appears.*

- D'.7** Ajouter 2 à 3 mL de  $\text{KMnO}_4$  0,2 M. Après apparition du précipité brun de  $\text{MnO}_2$ , la solution est ramenée à pH acide (vers 1,5 - 2) jusqu'à ce qu'elle soit limpide. Le pH est ajusté manuellement avec  $\text{NH}_4\text{OH}$  à pH 3,5 (voire jusqu'à 4 si la quantité d'ions phosphate est faible) jusqu'à limite de précipitation du phosphate (voile blanc).

*Add 2 to 3 mL of 0.2 M  $\text{KMnO}_4$ . After the brown precipitate of  $\text{MnO}_2$  appears, the solution is brought back to acidic pH (about 1.5 - 2) until it is clear. The pH is manually adjusted with  $\text{NH}_4\text{OH}$  to pH 3.5 (or up to 4 if the amount of phosphate ions is low) up to the phosphate precipitation limit (white veil).*

- D'.8** Agiter la solution pendant 1 heure. Shake the solution for 1 hour.

- D'.9** Laisser décanter. Soutirer le surnageant.

*Leave to settle. Withdraw the supernatant.*

- D'.10** Centrifuger. Réunir les surnageants et les jeter. Centrifuge.

*Combine the supernatants and throw them away.*

## **E. Précipitation de l'oxalate de calcium**

### ***Precipitation of calcium oxalate***

- E.1** Annoter un bécher de 1 000 mL [600 mL]. Ajouter un barreau magnétique.

*Annotate a 1000 mL [600 mL] beaker. Add a magnetic stirrer.*

- E.2** Y dissoudre à chaud 20 g d'acide oxalique dans 200 mL d'eau.

*Dissolve 20g of oxalic acid in 200 ml of water while heating.*

- E.3** Reprendre les précipités (D.15 ou C'.14 ou D'.10) avec  $\text{HNO}_3$  concentré. Ajouter 5 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  pour faciliter la dissolution (éventuellement chauffer l'échantillon si mauvaise dissolution). Verser la solution dans le bécher annoté. Rincer les tubes à centrifuger avec  $\text{HNO}_3$  8M.

*Dissolve the precipitates (D.15 or C'.14 or D'10) with concentrated HNO<sub>3</sub>. Add 5 mL of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> to facilitate dissolution (possibly heat the sample if poor dissolution). Pour the solution into the annotated beaker. Rinse the centrifuge tubes with 8M HNO<sub>3</sub>.*

**E.4** Etalonner le titrateur. *Calibrate the titrator.*

**E.5** Ajuster le pH à 1,5 avec NH<sub>4</sub>OH concentré. Vers pH = 1, il y a apparition d'un précipité blanc. Si le précipité n'est pas visible, ajouter 3,5 mL de la solution de CaCl<sub>2</sub> (100 mg.mL<sup>-1</sup>).

*Adjust the pH to 1.5 with concentrated NH<sub>4</sub>OH. Close to pH = 1, a white precipitate appears. If the precipitate is not visible, add 3.5 mL of the CaCl<sub>2</sub> solution (100 mg.mL<sup>-1</sup>).*

**E.6** Agiter la solution pendant ½ heure en chauffant à 70 - 80 °C. Prolonger d'une ½ heure le chauffage.

*Stir the solution for ½ hour while heating at 70 - 80 °C. Extend the heating by ½ hour.*

**E.7** Laisser refroidir, décanter.

*Allow to cool and settle.*

**E.8** Centrifuger. *Centrifuge.*

**E.9** Jeter le surnageant.

*Throw away the supernatant.*

**E.10** Rincer le culot de centrifugation avec 50 mL d'une solution aqueuse d'acide oxalique ajustée à pH 1,5.

*Rinse the centrifugation pellet with 50 mL of an aqueous solution of oxalic acid adjusted to pH 1.5.*

**E.11** Redissoudre le culot avec 10 à 30 mL de HNO<sub>3</sub> concentré et 5 à 15 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Verser dans un ballon de 100 mL et laisser bouillir à reflux (avec un verre de montre) pendant 2 heures jusqu'à disparition des vapeurs rousses.

*Redissolve the pellet with 10 to 30 mL of concentrated HNO<sub>3</sub> and 5 to 15 mL of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Pour into a 100 mL flask and boil at reflux (with a watch glass) for 2 hours until the red fumes disappear.*

**E.12** Enlever le verre de montre et porter à sec.

*Remove the watch glass and bring to dryness*

**E.13** Reprendre le résidu sec dans 40 mL de HNO<sub>3</sub> 8 M.

*Redissolve the dry residue in 40 ml of 8M HNO<sub>3</sub>.*

## **F. Séparation Pu / Am : 1<sup>er</sup> passage sur colonne**

### ***Separation Pu/Am : 1st load on column***

**Lors des passages sur colonnes, toutes les solutions en pied de colonne sont conservées jusqu'au résultat de comptage de l'échantillon.**

***During column loads, all the solutions collected at the bottom of the column are retained until the result of counting the sample.***

- F.1** Ajouter 1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dans le ballon. Chauffer sur bain de sable pour chasser l'excès de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.  
*Add 1 mL of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> to the flask. Heat on a sand bath to remove excess H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.*
- F.2** Ajouter 200 à 300 mg de NaNO<sub>2</sub> en sortant le ballon du bain de sable. Recouvrir d'un verre de montre.  
*Add 200 to 300 mg NaNO<sub>2</sub> by taking the flask out of the sand bath. Cover with a watch glass.*
- F.3** Laisser refroidir la solution (V solution = 40 mL).  
*Allow the solution to cool (V solution = 40 mL).*  
Si présence d'un résidu, filtrer sur filtre en fibres de verre et récupérer le filtrat dans un ballon annoté. Rincer le filtre avec 2 x 10 mL de HNO<sub>3</sub> 8M. Le jeter. (V solution = 60 mL)  
*If a residue is present, filter through a glass fiber filter and recover the filtrate in an annotated flask. Rinse the filter with 2 x 10 mL of 8M HNO<sub>3</sub>. Throw it. (V solution = 60 mL)*
- F.4** Couvrir d'un verre de montre et laisser reposer une nuit la solution.  
*Cover with a watch glass and let the solution rest for one night.*
- F.5** Préparer une colonne de diamètre intérieur 10 mm avec **6,4 g de résine AG1-X8** (voir annexe A1 *Préparation des colonnes*).  
*Prepare a column of 10 mm inside diameter with 6.4 g of AG1-X8 resin (see Annex A1 Preparation of columns).*
- F.6** Conditionner la colonne avec 30 mL de HNO<sub>3</sub> 8M et mettre un embout petit débit.  
*Condition the column with 30 mL of 8M HNO<sub>3</sub> and put a small flow tip with tap.*
- F.7** Verser l'échantillon dans l'ampoule à décanter située en haut de la colonne (le volume total de l'échantillon doit être de 60 mL. Si à l'étape F.3 il n'y avait pas de présence de résidu, ajouter 20 mL HNO<sub>3</sub> 8M). Placer un erlen de 125 mL en sortie de colonne.  
*Pour the sample into the separating funnel located at the top of the column (the total volume of the sample should be 60 mL) If in step F.3 there was no residue present, add 20 mL HNO<sub>3</sub> (8M). Place a 125mL Erlenmeyer flask at the column outlet.*
- F.9** Porter à sec l'erlen contenant la fraction Am-Cm à température douce (60 °C) sur le bain de sable.  
*Bring to dryness the Erlenmeyer flask containing the Am-Cm fraction at a gentle temperature (60 °C) on the sand bath.*
- F.10** Disposer un flacon d'un volume minimal de 250 mL de récupération sous la colonne.  
*Place a flask with a minimum recovery volume of 250 ml under the column.*
- F.11** Laver la colonne avec 100 mL ou 2 x 50 mL de HCl 9M.  
*Wash the column with 100 mL or 2 x 50 mL of 9M HCl*

- F.12** Stocker les solutions de lavage. Puis, remplacer le flacon de récupération en bas de colonne par une fiole cylindro-conique de 125 mL.

*Store the washing solutions. Then, replace the recovery flask at the bottom of the column with a 125 mL cylindro-conical flask.*

- F.13** Peser 579,6 mg de  $\text{NH}_4\text{I}$  par échantillon, les dissoudre dans 1 mL d'eau ultra-pure, ajouter 39 mL de HCl 12M<sup>1</sup>.

*Weigh 579.6 mg of  $\text{NH}_4\text{I}$  per sample, dissolve in 1 mL of ultrapure water, add 39 mL of 12M HCl<sup>1</sup>.*

- F.14** Eluer Pu avec les 40 mL de la solution HCl/ $\text{NH}_4\text{I}$  0,1M préparée comme décrit précédemment.

*Elute Pu with 40 mL of the 0.1M HCl /  $\text{NH}_4\text{I}$  solution prepared as previously described.*

- F.15** Recommencer l'opération (étapes F.13 à F.14).

*Repeat the operation (steps F.13 to F.14).*

- F.16** Rincer les parois de l'ampoule à décanter et de la colonne avec 5 mL de HCl 12M.

*Rinse the walls of the separating funnel and the column with 5 mL of 12M HCl.*

- F.17** Ajouter 5 mL de  $\text{HNO}_3$  concentré dans l'éluat de colonne et disposer la fiole cylindro-conique sur le bain de sable. Ramener à sec à température douce (60 °C).

*Add 5 mL of concentrated  $\text{HNO}_3$  to the column eluate and place the cylindro-conical flask on the sand bath. Bring to dryness at a gentle temperature (60 °C).*

**Poursuivre le traitement de la fraction Pu, par les étapes G, L et M et le traitement de la fraction Am-Cm par les étapes H, I, J, K, L et M.**

*Continue the treatment of the Pu fraction, by the steps G, L and M and the treatment of the Am-Cm fraction by the steps H, I, J, K, L and M.*

## **G. Purification de la fraction Pu : 2<sup>nd</sup> passage sur colonne**

### ***Purification of the Pu fraction : 2<sup>nd</sup> load on column***

- G.1** Attaquer le résidu de la fiole cylindro-conique (étape F.17) avec  $\text{HNO}_3$  concentré

<sup>1</sup> Pour un groupe de 4 échantillons, peser 2,90 g de  $\text{NH}_4\text{I}$ . Les dissoudre dans environ 2 mL d'eau ultra-pure. Transvaser dans une éprouvette graduée de 10 mL et compléter à 5 mL. Transvaser la solution dans un bécher de 5 mL. Pour une élution de 40 mL, introduire 1 mL de cette solution dans un bécher de 50 mL et ajouter 39 mL de HCl 12M. Verser dans l'ampoule à décanter.

*For a group of 4 samples, weigh 2.90 g of  $\text{NH}_4\text{I}$ . Dissolve in about 2 mL of ultrapure water. Transfer to a 10 mL graduated cylinder and make up to 5 mL. Transfer the solution to a 5 mL beaker. To elute 40 mL, add 1 mL of this solution to a 50 mL beaker and add 39 mL of 12M HCl. Pour into the separating funnel.*

et quelques gouttes de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

*Dissolve the residue from the cylindro-conical flask (step F.17) with concentrated HNO<sub>3</sub> and a few drops of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.*

**G.2** Amener à sec et reprendre le résidu sec avec 10 mL de HNO<sub>3</sub> 8M.

*Bring to dryness and take up the dry residue with 10 mL of 8M HNO<sub>3</sub>*

**G.3** Ajouter 0,1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 130 V. Couvrir d'un verre de montre et chauffer jusqu'à la fin de l'effervescence pour chasser l'excès de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

*Add 0.1 mL of 130 V H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Cover with a watch glass and heat until the end of the effervescence to flush out excess H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.*

Si des vapeurs violettes apparaissent ou si une coloration rose-violet de la solution persiste, il y a encore de l'iode : ajouter H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> par fraction de 0,1 mL en chauffant à reflux jusqu'à disparition totale de la couleur.

*If purple vapors appear or if a pink-violet color of the solution persists, there is still iodine: add H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> by fraction of 0.1 mL by heating at reflux until complete disappearance of the color.*

**G.4** Ajouter environ 100 à 200 mg de NaNO<sub>2</sub>. Laisser reposer au moins ½ h.

*Add about 100 to 200 mg of NaNO<sub>2</sub>. Let stand at least ½ h.*

**G.5** Préparer une colonne de diamètre intérieur 8 mm avec **1,5 g** de résine **AG1X8** (voir annexe A1 Préparation des colonnes).

*Prepare a column of 8 mm inside diameter with **1.5 g** of **AG1X8** resin (see Appendix A1 Preparation of columns).*

**G.6** Disposer un flacon de récupération en sortie de colonne.

*Put a recovery flask at the end of the column.*

**G.7** Conditionner la colonne avec 25 mL HNO<sub>3</sub> 8 M. Jeter le pied de colonne.

*Condition the column with 25 mL HNO<sub>3</sub> 8 M. (Discard the collected solution)*

**G.8** Placer l'embout petit débit. Ralentir le débit au niveau de l'ampoule, 1 goutte par s.

*Place the small flow tip with tap. Slow the flow at the bulb, 1 drop per sec.*

**G.9** Verser l'échantillon dans l'ampoule à décanter et le faire passer sur la colonne.

*Pour the sample into the separating funnel and pass it on the column.*

**G.10** Faire passer ensuite 3 x 10 mL de HNO<sub>3</sub> 8M sur la colonne en rinçant la fiole cylindro-conique ayant contenu initialement l'échantillon.

*Then pass 3 x 10 mL of 8M HNO<sub>3</sub> on the column by flushing the cylindro-conical flask that initially contained the sample.*

**G.11** Laver la colonne avec 24 mL de HCl 12M.

*Wash the column with 24 mL of 12M HCl.*

- G.12** Remplacer le flacon de récupération en bas de colonne par une fiole cylindro-conique de 50 mL  
*Replace the recovery flask at the bottom of the column with a 50 mL cylindrical flask.*
- G.13** Peser 231,8 mg de NH<sub>4</sub>I par échantillon. Les dissoudre dans 1 mL d'eau ultra-pure, ajuster le volume de la solution à 16 mL avec HCl 12M<sup>2</sup>.  
*Weigh 231.8 mg of NH<sub>4</sub>I per sample. Dissolve in 1 mL of ultrapure water, adjust the volume of the solution to 16 mL with 12M HCl<sup>2</sup>.*  
Eluer Pu avec les 16 mL de la solution HCl/NH<sub>4</sub>I 0,1M.  
*Elute Pu with 16 mL of 0.1M HCl / NH<sub>4</sub>I solution.*
- G.14** Rincer les parois de l'ensemble colonne/ampoule avec 5 mL de HCl 12M et récupérer dans la fiole.  
*Rinse the column / ampoule assembly with 5 mL of 12M HCl and recover in the flask.*
- G.15** Ajouter dans l'éluat 5 mL de HNO<sub>3</sub> concentré. Déposer la fiole cylindro-conique sur le bain de sable et réduire l'échantillon à sec.  
*Add 5 mL of concentrated HNO<sub>3</sub> to the eluate. Place the cylindrical flask on the sand bath and reduce the sample to dryness.*
- G.16** Si un résidu persiste, attaquer avec HNO<sub>3</sub> concentré et quelques gouttes de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> jusqu'à complète dissolution et ramener à sec.  
*If a residue persists, dissolve with concentrated HNO<sub>3</sub> and a few drops of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> until complete dissolution and bring back to dryness.*
- G.17** Reprendre avec quelques mL de HNO<sub>3</sub> concentré et ajouter 2,5 mL de NaHSO<sub>4</sub> à 5 %. Ramener à sec.  
*Dissolve with a few mL of concentrated HNO<sub>3</sub> and add 2.5 mL of 5% NaHSO<sub>4</sub>. Bring back to dryness.*

**Poursuivre le traitement de la fraction Pu par l'étape L, étape de préparation de la source.**

***Continue processing of the Pu fraction by step L, source preparation step***

<sup>2</sup> Pour un groupe de 4 échantillons, peser 1,16 g de NH<sub>4</sub>I pour un volume de 5 mL (Pour un groupe de 6 échantillons peser 1,62 g pour un volume de 7 mL). Les dissoudre dans environ 2 mL d'eau ultra-pure. Transvaser dans une éprouvette graduée de 10 mL et compléter au volume (5 mL pour groupe de 4, 7 mL pour groupe de 7). Transvaser la solution dans un bécher de 10 mL. Introduire 1 mL de cette solution dans un bécher de 25 mL et ajouter 15 mL de HCl 12M.

*For a group of 4 samples, weigh 1.16 g of NH<sub>4</sub>I for a volume of 5 mL (For a group of 6 samples weigh 1.62 g for a volume of 7 mL). Dissolve them in about 2 mL of ultra-pure water. Transfer to a 10 mL graduated cylinder and make up to volume (5 mL for a group of 4, 7 mL for a group of 7). Transfer the solution to a 10 mL beaker. Introduce 1 mL of this solution into a 25 mL beaker and add 15 mL of 12M HCl.*

## H. Separation Am / Fe, U, Th : colonne double

### *Separation Am / Fe, U, Th : double column*

- H.1** Reprendre le résidu rouille (fraction Am-Cm, erlen F.9) avec 10 mL de HCl 9M.

*Take up the rust residue (Am-Cm fraction, Erlen F.9) with 10 mL of 9M HCl.*

- H.2** Ajouter 2 gouttes de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 130 V. Couvrir d'un verre de montre.

*Add 2 drops of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 130 V. Cover with a watch glass.*

- H.3** Chauffer quelques minutes (température douce 60 °C). Laisser refroidir sans le verre de montre.

*Heat for a few minutes (gentle temperature 60 °C). Cool without the watch glass.*

- H.4** Préparer une colonne double de diamètre intérieur 10 mm avec **6,5 g** de résine **AG1X8** et **2 g** de résine **AG50W** (voir annexe A1 Préparation des colonnes).

*Prepare a double column with an inside diameter of 10 mm with **6.5 g of AG1X8** resin and **2 g of AG50W** resin (see Annex A1 Preparation of columns).*

- H.5** Installer un flacon de récupération en sortie de colonne.

*Install a recovery flask at the outlet of the column.*

- H.6** Conditionner la colonne avec 30 mL HCl 9 M. Jeter le pied de colonne.

*Condition the column with 30 mL of 9M HCl. Discard the bottom of the column.*

- H.7** Placer un bécher de 250 mL sous la colonne. Placer un embout gros débit au bas de la colonne.

*Place a 250 mL beaker under the column. Place a high flow tip at the bottom of the column.*

- H.8** Verser l'échantillon dans l'ampoule à décanter et le faire percoler sur la colonne (Am-Cm pas fixés).

*Load the solution into the separatory funnel and allow it to percolate on the column (Am-Cm not fixed).*

- H.9** Rincer avec 2 × 10 mL puis 1 × 15 mL de HCl 9M en rinçant l'erlen contenant initialement l'échantillon et récupérer dans le bécher annoté.

*Rinse with 2 × 10 mL then 1 × 15 mL of 9M HCl by rinsing the Erlenmeyer flask initially containing the sample and collect into the beaker.*

## I. Précipitation à l'hydroxyde d'aluminium

### *Precipitation of aluminium hydroxide*

- I.1** Reprendre l'éluat en sortie de colonne (étape H.9).

*Take the eluate at the column outlet (step H.9)*

**I.2** Ajouter 5 mL de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  1M. Ajuster le volume de la solution à environ 150 mL avec de l'eau ultra pure.

*Add 5 mL of 1M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ . Adjust the volume of the solution to about 150 mL with ultra-pure water.*

**I.3** Etalonner le titrateur. *Calibrate the titrator.*

**I.4** Ajuster le pH à 8 avec  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentré.

*Adjust the pH to 8 with concentrated  $\text{NH}_4\text{OH}$ .*

**I.5** Agiter la solution pendant ½ heure. *Stir the solution for ½ hour.*

**I.6** Centrifuger. *Centrifuge.*

**I.7** Jeter le surnageant. *Discard the supernatant.*

**I.8** Dissoudre le culot avec 10 mL de  $\text{HNO}_3$  concentré et 2 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Mettre à reflux pendant 15 minutes. Verser dans un bécher de 100 mL et ramener à sec à température 70 – 80 °C.

*Dissolve the pellet with 10 mL of concentrated  $\text{HNO}_3$  and 2 mL of  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Reflux for 15 minutes. Pour into a 100 mL beaker and dry to 70 - 80 °C*

**Pour les échantillons contenant peu de métaux (herbes, faibles prises d'essai,...), poursuivre le traitement par les étapes J.1 à J.7 puis l'étape K.**

**Pour les échantillons riches en métaux (sédiments, sols,...), poursuivre le traitement par les étapes J.8 à J.14 puis l'étape K.**

*For samples containing few metals (herbs, small sample sizes, ...), continue the treatment with steps J.1 to J.7 and then step K. For samples rich in metals (sediments, soils, etc.), continue the treatment with steps J.8 to J.14 and then step K*

**J. Séparation Am / métaux Cu, Ni : Colonne TRU en milieu  $\text{HNO}_3$  2M,  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0,5M**

***Separation Am / métaux Cu, Ni : TRU Column in 2M  $\text{HNO}_3$ , 0,5M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  medium***

**Echantillons contenant peu de métaux    *Samples containing few metals***

**J.1** Reprendre le résidu avec 2,5 mL de  $\text{HNO}_3$  8M. Chauffer à reflux jusqu'à dissolution. Enlever de la source de chaleur et ajouter une pointe de spatule d'acide ascorbique.

*Dissolve the residue with 2.5 mL of 8M  $\text{HNO}_3$ . Heat to reflux until dissolved. Remove from the heat source and add a tip of spatula of ascorbic acid.*

**J.2** Ajouter 7,5 mL d'eau ultra-pure afin d'obtenir 10 mL de  $\text{HNO}_3$  2M- $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0,5M.

*Add 7.5 mL of ultrapure water to obtain 10 mL of 2M  $\text{HNO}_3$ - 0.5M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ .*

- J.3** Si le résidu persiste, filtrer l'échantillon avant passage sur colonne sur filtre en acétate de cellulose (ou système de préfiltre installé sur une seringue).

*If the residue persists, filter the sample on a cellulose acetate filter (or pre-filter system installed on a syringe) before passing it through the column.*

- J.4** Préparer une colonne jetable de diamètre intérieur 8 mm avec **0,70 g** de résine **TRU**. Pour une bonne manipulation, il est recommandé de mouiller la résine directement avec  $\text{HNO}_3$  2M avant de la transvaser dans la colonne (voir A1 Préparation des colonnes) et de mettre de la laine de verre au-dessus de la résine.

*Prepare a disposable 8 mm ID column with 0.70 g of TRU resin. For proper handling, it is recommended to wet the resin directly with 2M  $\text{HNO}_3$  before pouring it into the column (see A1 Preparing the columns) and putting glass wool on top of the resin.*

- J.5** Conditionner la colonne avec 10 mL de  $\text{HNO}_3$  2M.

*Condition the column with 10 mL of 2M  $\text{HNO}_3$ .*

- J.6** Placer un flacon de récupération à conserver jusqu'au résultat. Faire percoler l'échantillon sur la colonne par volume de 2 ml, puis rincer avec  $2 \times 5$  mL de  $\text{HNO}_3$  2M.

*Place a recovery flask to keep until the result. Load the sample on the column by volume of 2 ml, then rinse with  $2 \times 5$  mL of 2M  $\text{HNO}_3$ .*

- J.7** Eluer avec 20 mL de  $\text{HNO}_3$  0,03M. Récupérer l'éluat dans un petit erlen de 25 mL.  
Elute with 20 mL of 0.03M  $\text{HNO}_3$ .

*Collect the eluate in a small 25 mL erlen.*

#### **Echantillons riches en métaux    *Samples rich in metals***

- J.8** Reprendre le résidu avec 7,5 mL de  $\text{HNO}_3$  8 M. Chauffer légèrement à reflux pour dissoudre le résidu. Enlever de la source de chaleur et ajouter une pointe de spatule d'acide ascorbique.

*Dissolve the residue with 7.5 mL of 8M  $\text{HNO}_3$ . Heat slightly under reflux to dissolve the residue. Remove from the heat source and add a spatula tip of ascorbic acid.*

- J.9** Ajouter 10 mL de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  1M et 12,5 mL d'eau ultra-pure afin de dissoudre l'échantillon dans 30 mL de  $\text{HNO}_3$  2M et  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0,5M.

*Add 10 mL of 1M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  and 12.5 mL of ultrapure water to dissolve the sample in 30 mL of 2M  $\text{HNO}_3$  and 0.5M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ .*

- J.10** Si le résidu persiste, filtrer l'échantillon avant passage sur colonne sur filtre en acétate de cellulose (ou système de préfiltre installé sur une seringue).

*If the residue persists, filter the sample on a cellulose acetate filter (or pre-filter system installed on a syringe) before loading it through the column.*

- J.11** Préparer une colonne de diamètre intérieur 8 mm avec **2,0 g** de résine **TRU**. Pour une manipulation plus aisée, il est recommandé de mouiller la résine directement avec  $\text{HNO}_3$  2M avant de la transvaser dans la colonne (voir A1 *Préparation des colonnes*) et de mettre de la laine de verre au-dessus de la résine.

*Prepare a 8 mm ID column with 2.0 g of TRU resin. For easier handling, it is recommended to wet the resin directly with 2M  $\text{HNO}_3$  before pouring it into the column (see A1 Preparing the columns) and putting glass wool on top of the resin*

- J.12** Conditionner la colonne avec 30 mL de  $\text{HNO}_3$  2M.

*Condition the column with 30 mL of 2M  $\text{HNO}_3$ .*

- J.13** Placer un flacon de récupération à conserver jusqu'au résultat. Faire percoler l'échantillon sur la colonne, puis rincer avec  $2 \times 15$  mL de  $\text{HNO}_3$  2M.

*Place a recovery flask to keep until the result. Load the sample on the column, then rinse with  $2 \times 5$  mL of 2M  $\text{HNO}_3$ .*

- J.14** Eluer avec 40 mL de  $\text{HNO}_3$  0,03M. Récupérer l'éluat dans un petit erlen de 50 mL.

*Elute with 40 mL of 0.03M  $\text{HNO}_3$ . Collect the eluate in a small 50 mL erlen.*

## **K. Séparation Am / Terres Rares : Colonne AG1X4**

### **Separation Am / Earths: AG1X4 Column**

- K.1** Ramener l'éluat de la colonne TRU (étape J.7 ou J.14) à sec, à température douce (60 °C).

*Reduce the eluated solution of the TRU column (step J.7 or J.14) to dryness at a gentle temperature (60 °C).*

- K.2** Reprendre le résidu sec pour obtenir un mélange de 20 mL de  $\text{HNO}_3$  1M/ $\text{CH}_3\text{OH}$  93 %.

*Dissolve the dry residue to obtain a mixture of 20 mL of 1M  $\text{HNO}_3$  / 93%  $\text{CH}_3\text{OH}$ .*

- K.3** Préparer une colonne de diamètre intérieure **8 mm** avec **4 g** de résine **AG1-X4** (voir annexe A1 *Préparation des colonnes*). Pour une manipulation plus aisée, mouiller la résine directement avec 10 mL  $\text{HNO}_3$  1M/ $\text{CH}_3\text{OH}$  93 % avant de la transvaser dans la colonne.

*Prepare a column of 8 mm inner diameter (ID) with 4 g of AG1-X4 resin (see Annex A1 Preparation of columns). For easier handling, wet the resin directly with 10 mL 1M  $\text{HNO}_3$  / 93%  $\text{CH}_3\text{OH}$  before transferring to the column.*

- K.4** Placer un flacon de récupération de 250 mL en plastique jetable.

*Place a 250 mL disposable plastic flask.*

Chasser les bulles d'air emprisonnées dans la résine à l'aide d'une tige en verre très fine après avoir préalablement fermé le robinet, en ajoutant si besoin jusqu'à 25 mL

de  $\text{HNO}_3$  1M/ $\text{CH}_3\text{OH}$  93 %.

*Remove the air bubbles trapped in the resin with a very fine glass rod after having previously closed the tap, adding if necessary up to 25 mL of 1M  $\text{HNO}_3$  / 93%  $\text{CH}_3\text{OH}$ .*

**K.5** Conditionner la colonne avec 25 mL de  $\text{HNO}_3$  1M/ $\text{CH}_3\text{OH}$  93 %.

*Condition the column with 25 mL of 1M  $\text{HNO}_3$  / 93%  $\text{CH}_3\text{OH}$ .*

**K.6** Avant la fin du conditionnement, éliminer les petites bulles à l'aide d'une tige en verre très fine après avoir préalablement fermé le robinet. **La colonne ne doit jamais être à sec.**

*Before the end of the conditioning, remove the small bubbles using a very fine glass rod after having previously closed the tap. **The column should never be dry.***

**K.7** Placer l'embout petit débit. *Place the small flow tip.*

**K.8** Faire percoler l'échantillon sur la colonne. Surveiller le niveau du liquide. **La colonne ne doit jamais être à sec.**

*Load the sample on the column. Monitor the liquid level. **The column should never be dry.***

**K.9** Rincer avec 15 mL de  $\text{HNO}_3$  1M/ $\text{CH}_3\text{OH}$  93 %.

*Rinse with 15 mL of 1M  $\text{HNO}_3$  / 93%  $\text{CH}_3\text{OH}$*

**K.10** Eluer les terres rares avec 80 mL du mélange  $\text{HCl}$  0,1M/ $\text{NH}_4\text{SCN}$  0,5M/ $\text{CH}_3\text{OH}$  80 % préparé à la dernière minute.

*Elute the rare earths with 80 mL of 0.1M  $\text{HCl}$  / 0.5M  $\text{NH}_4\text{SCN}$  / 80%  $\text{CH}_3\text{OH}$ , prepared at the last minute.*

**K.11** Rincer la colonne avec 22 mL du mélange  $\text{HNO}_3$  1M/ $\text{CH}_3\text{OH}$  93 %.

*Rinse the column with 22 mL of 1M  $\text{HNO}_3$  / 93%  $\text{CH}_3\text{OH}$*

**K.12** Placer un erlen de 100 mL en bas de colonne.

*Place a 100 mL Erlenmeyer at the bottom of the column.*

**K.13** Eluer Am-Cm avec 75 mL du mélange  $\text{HCl}$  1,5 M/ $\text{CH}_3\text{OH}$  86 %.

*Elute Am-Cm with 75 mL of 1.5M  $\text{HCl}$  / 86%  $\text{CH}_3\text{OH}$ .*

**K.14** Ramener l'éluat à sec. Attaquer le résidu avec  $\text{HNO}_3$  concentré +  $\text{H}_2\text{O}_2$  et ramener à sec (à température douce 60 °C).

*Bring the eluated solution to dryness. Dissolve the residue with concentrated  $\text{HNO}_3$  +  $\text{H}_2\text{O}_2$  and bring back to dryness (at a gentle temperature of 60 °C).*

**K.15** Ajouter quelques mL de  $\text{HNO}_3$  concentré puis 2,5 mL de  $\text{HNaSO}_4$  5 %, et ramener à sec.

*Add a few mL of concentrated  $\text{HNO}_3$  then 2.5 mL of 5%  $\text{HNaSO}_4$ , and bring back to dryness*

**Poursuivre le traitement de la fraction Am-Cm par l'étape L, étape de préparation de la source**

*Continue processing the Am-Cm fraction by step L, source preparation step*

## L. Electrodeposition/Electroplating

- L.1** Dissoudre le résidu sec (étape G.17, Pu et K.15, Am) dans 0,2 mL de HNO<sub>3</sub> concentré et 2,5 mL d'eau ultra-pure. Transvaser dans un flacon à scintillation liquide en verre annoté (groupe, couleur et fraction Pu ou Am). Rincer la fiole cylindro-conique ou l'erlen avec deux fois 3,5 mL de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à 15 % puis 0.5 ml d'eau déminéralisée.

*Dissolve the dry residue (step G.17, Pu and K.15, Am) in 0.2 mL of concentrated HNO<sub>3</sub> and 2.5 mL of ultra-pure water. Transfer to an annotated glass liquid scintillation vial (Pu or Am fraction). Rinse the cylindro-conical flask or Erlenmeyer flask with twice 3.5 mL of 15% Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and then 0.5 mL of deionized water (add the rinse solution to the scintillation vial).*

- L.2** Ajouter 5 gouttes de NH<sub>4</sub>OH concentré. Add 5 drops of concentrated NH<sub>4</sub>OH.

- L.3** Ajuster le pH de la solution à 1,8 - 2,0 au pHmètre équipé d'une micro-électrode préalablement étalonné. Rincer l'électrode avec 0,5 mL d'eau ultra pure en laissant le flacon à scintillation.

*Adjust the pH of the solution to 1.8 - 2.0 with the pH meter equipped with a previously calibrated microelectrode. Rinse the electrode with 0.5 mL of ultra-pure water above the scintillation vial.*

- L.4** S'il ne s'agit pas d'un disque poli miroir, décaper le disque inox pendant 15 minutes à 1,2 A avec 10 mL de la solution de décapage. Jeter la solution de décapage. Rincer à plusieurs reprises le système avec de l'eau ultra-pure.

*If it is not a mirror-polished disc, etch the stainless steel disc for 15 minutes at 1.2 A with 10 mL of the pickling solution. Discard the pickling solution. Rinse the system repeatedly with ultra-pure water.*

- L.5** Placer le disque dans le porte-disque et visser le flacon plastique. Vérifier l'étanchéité avec de l'eau ultra-pure.

*Place the disc in the disc holder and screw on the plastic bottle. Check tightness with ultra-pure water.*

- L.6** Transvaser la solution à électrolyser dans le flacon plastique. Rincer le flacon de scintillation liquide en verre avec 0,5 mL d'eau ultra-pure.

*Transfer the solution to be electrolyzed into the plastic bottle. Rinse the liquid scintillation vial with 0.5 mL of ultrapure water.*

- L.7** Descendre le fil de platine (anode) à travers un entonnoir (dont le bout a été sectionné) jusqu'à ce que le fil soit en contact avec le disque inox puis remonter l'anode de 5 mm. Electrolyser la solution pendant 2 heures à 1 A, avec une vitesse de rotation de l'anode d'environ 40 tr.min<sup>-1</sup>. Arrêter l'électrolyse par l'ajout de 1 ml de NH<sub>4</sub>OH concentré.

*Lower the platinum wire (anode) through a funnel (the end of which has been cut) until the wire is in contact with the stainless steel disc and then raise the anode by 5 mm.*

*Electroplate the solution for 2 hours at 1 A, with an anode rotation speed of about 40 rpm. Stop the electrolysis by adding 1 ml of concentrated NH<sub>4</sub>OH.*

- L.8** Remonter le fil de platine hors du flacon et alors seulement arrêter le courant.

*Raise the platinum wire out of the vial and then only turn off the power.*

- L.9** Enlever l'ensemble disque inox et flacon plastique contenant le reste de la solution. Verser la solution dans le flacon de scintillation liquide contenant initialement la solution à électrodéposer et la conserver jusqu'à la validation des résultats.

*Remove the stainless steel disc and the plastic bottle containing the rest of the solution. Pour the solution into the liquid scintillation vial initially containing the solution to be electrodeposited and store until the results are validate.*

- L.10** Extraire le disque inox. Le rincer à l'eau ultra pure et à l'éthanol.

*Extract the stainless steel disc. Rinse with ultra pure water and ethanol.*

- L.11** Résorber une grande partie du liquide en inclinant le bord du disque inox sur un papier absorbant. Déposer le disque inox sur le support de séchage en inox. Sécher les disques en plaçant l'ensemble sur une plaque chauffante (250 à 300°C).

*Resorb a large portion of the liquid by tilting the edge of the stainless steel disc on absorbent paper. Place the stainless steel disk on the stainless steel drying rack. Dry the discs by placing the assembly on a hot plate (250 to 300 °C).*

- L.12** Sur la face arrière du disque, identifier l'échantillon l'échantillon/fraction.

*On the back of the disc, identify the sample/fraction.*

- L.13** Si une chambre alpha est disponible, démarrer immédiatement le comptage\*. Sinon, conserver le disque inox dans une boîte en plastique équipée d'un couvercle jusqu'au comptage.

*If an alpha chamber is available, start counting\* immediately. Otherwise, keep the stainless steel disc in a plastic box with a lid until it is counted.*

- L.14** Démonter le fil de platine de l'électro-déposeur et l'installer dans le bécher correspondant contenant HNO<sub>3</sub> 8M. Le laisser chauffer ¼ d'heure.

*Remove the platinum wire from the equipment and install it in the corresponding beaker containing 8M HNO<sub>3</sub>. Let it heat ¼ hour.*

- L.13** Rincer ce fil de platine à l'eau ultra-pure.

*Rinse this platinum wire with ultra-pure water.*

\* Comptage: au LMRE Les isotopes du Pu et Am-Cm sont déterminés par comptage alpha bas niveau (e.g. alpha analyst, Canberra avec le logiciel Genie 2000). Les détecteurs sont des détecteurs PIPS de 450 mm<sup>2</sup>, avec un rendement d'environ 34% pour <sup>239</sup>Pu. Le temps de comptage est de 14 jours

\*Counting. In LMRE Pu and Am-Cm isotopes are determined with a low level background alpha spectrometer (alpha-analyst, Canberra with Genie 2000 software). Detectors are 450 mm<sup>2</sup> PIPS detectors, with an efficiency around 34% for <sup>239</sup>Pu. Counting time was 14 days

## **Annex 1. PREPARATION DES COLONNES/ COLUMN PREPARATION**

### **Préparation d'une colonne composée d'une seule résine**

#### **Preparation of a column made of a single resin**

1. Disposer les colonnes du diamètre choisi sur le rack.  
*Arrange the chosen diameter columns on the rack.*
2. Disposer au fond de la colonne un peu de laine de verre. La mouiller avec de l'eau ultra-pure pour qu'elle tombe au fond de la colonne.  
*Place a little glass wool at the bottom of the column. Wet it with ultra-pure water so that it falls to the bottom of the column.*
3. Peser la quantité nécessaire de résine.  
*Weigh the necessary amount of resin.*
4. Mettre la résine en suspension dans de l'eau ultra-pure.  
*Suspend the resin in ultrapure water.*
5. Fermer le robinet de la colonne.  
*Close the tap of the column.*
6. Ajouter quelques cm d'eau ultra-pure dans la colonne en prenant la précaution de bien mouiller les parois de la colonne, puis délicatement verser la résine en suspension à l'aide d'une pipette Pasteur jetable.  
*Add a few cm of ultra-pure water to the column, taking care to wet the column walls, then gently pour the resin in suspension using a disposable Pasteur pipette.*
7. Attendre que la résine ait sédimenté au fond de la colonne, puis ouvrir le robinet. Refermer le robinet.  
*Wait for the resin to sediment at the bottom of the column, then open the tap. Close the tap.*
8. Ajouter de 1 à 2 cm d'eau ultra-pure.  
*Add 1 to 2 cm of ultra-pure water.*
9. Quand la colonne est utilisée juste après sa préparation, ouvrir le robinet pour évacuer l'eau et faire percoler la solution de conditionnement.  
*When the column is used immediately after preparation, open the valve to drain the water and percolate the conditioning solution.*

### **Préparation d'une colonne composée de deux résines**

#### **Preparation of a column made of a two resins**

1. Préparer la colonne avec la première résine comme décrit aux étapes 1 à 8.  
*Prepare the column with the first resin as described in steps 1 to 8.*
2. Peser la quantité nécessaire de la seconde résine.  
*Weigh the necessary amount of the second resin.*
3. Mettre la résine en suspension dans de l'eau ultra-pure.  
*Suspend the resin in ultrapure water.*
4. Prélever avec une pipette Pasteur jetable la résine en suspension. Pour éviter de remettre en suspension la première résine, ajouter goutte à goutte en haut de colonne jusqu'à l'obtention d'une épaisseur de 1 cm environ. Ajouter ensuite le reste de la suspension avec la pipette.  
*With a disposable Pasteur pipette, collect the resin in suspension. To avoid resuspending the first resin, add dropwise top column until a thickness of about 1 cm. Then add the rest of the suspension with the pipette.*
5. Attendre que la seconde résine ait sédimenté dans la colonne, puis ouvrir le robinet. Refermer le robinet.  
*Wait until the second resin has sedimented in the column, then open the valve. Close the tap.*
6. Ajouter 1 à 2 cm d'eau ultra-pure.  
*Add 1 to 2 cm of ultra-pure water.*
7. Quand la colonne est utilisée juste après sa préparation, ouvrir le robinet pour évacuer l'eau et faire percoler la solution de conditionnement.  
*When the column is used immediately after preparation, open the valve to drain the water and percolate the conditioning solution.*

## Annex 2. PRESENCE D'INTERFERENCES SPECTRALES

### PRESENCE OF SPECTRAL INTERFERENCES

Dans le cas d'un spectre faisant apparaître des interférents, procéder à une nouvelle purification :

*In the case of a spectrum showing interferences, carry out a new purification:*

#### **Reprise de l'électrodépôt :**

##### ***Dissolve the electroplating for that :***

- décoller l'étiquette se trouvant derrière la source (si présente).

*Take off the label behind the source (if any).*

- faire chauffer 15 – 20 mL de HNO<sub>3</sub> concentré.

*Heat 15 - 20 mL of concentrated HNO<sub>3</sub>.*

- retirer de la source de chaleur et ajouter 3 – 4 gouttes de HCl concentré.

*Remove from the heat source and add 3-4 drops of concentrated HCl.*

- rincer la coupelle inox avec cette solution jusqu'à récupération complète du dépôt. (utiliser une pipette et une pince brusselle jetables).

*Rinse the stainless steel disk with this solution until complete recovery of the deposit (use a disposable pipette and disposable tweezers).*

- remettre à sec.

*Bring to dryness*

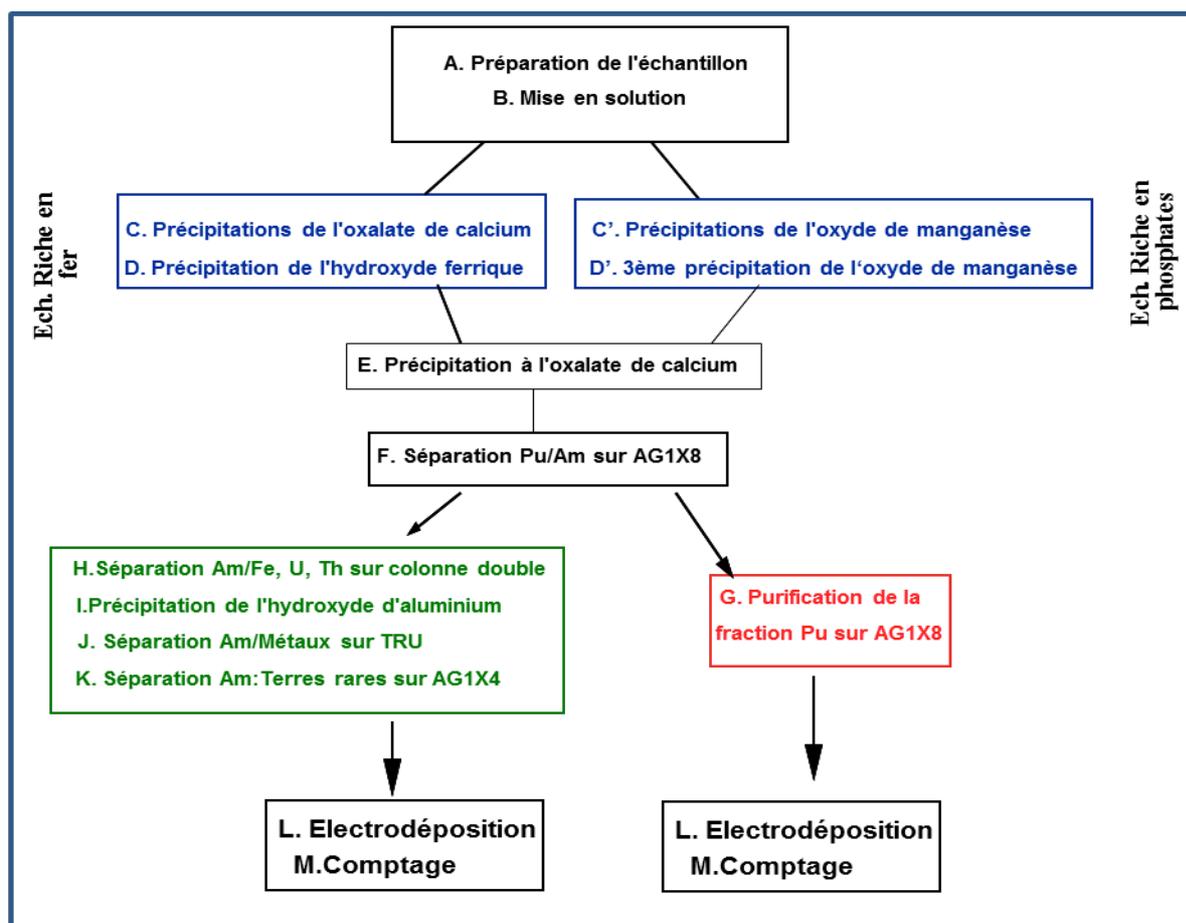
Reprendre le mode opératoire à l'étape G (Pu) ou K (Am).

*Restart the procedure at step G (Pu) or K (Am).*

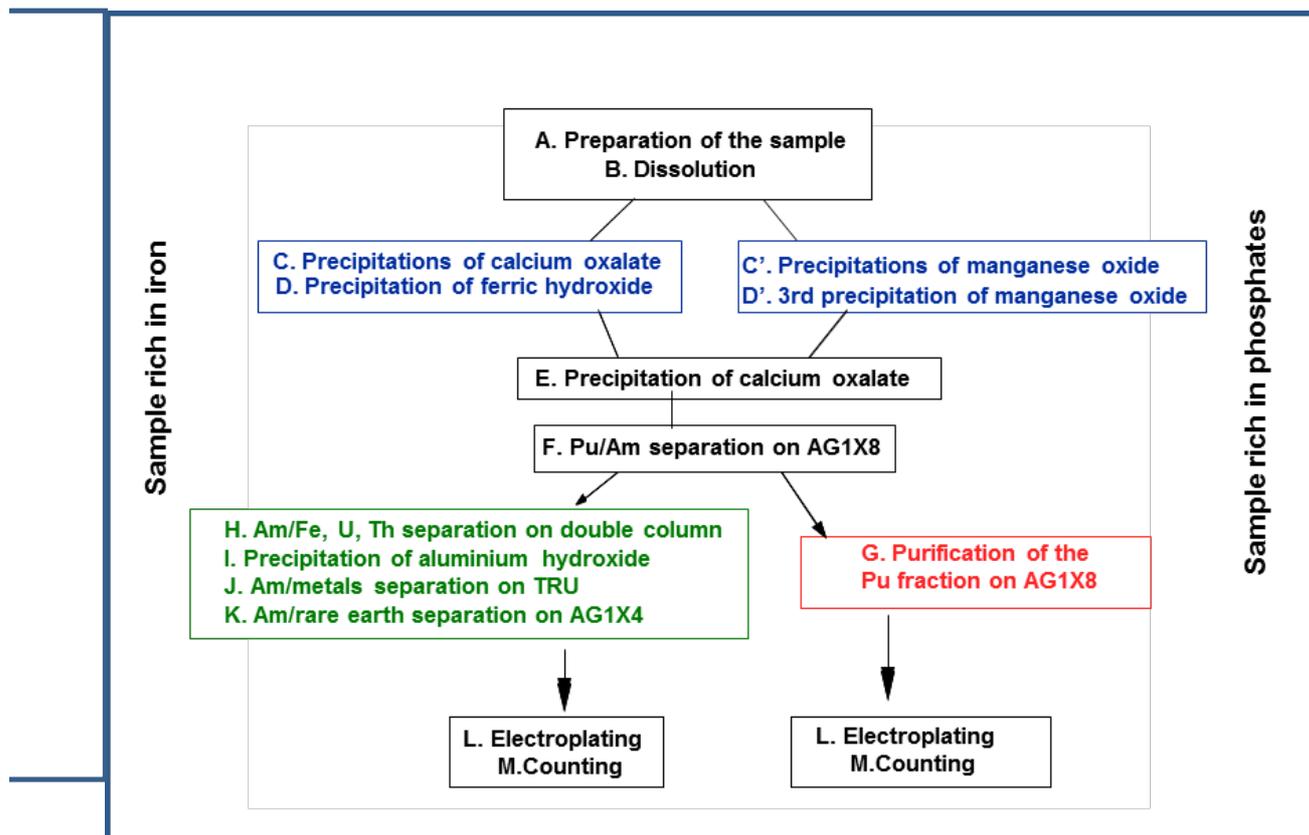
## **4 REFERENCES**

Partly : F. Goutelard, M. Morello, D. Calmet (1998), Alpha-spectrometry measurements of americium and curium at trace levels in environmental samples using extraction chromatography. *Journal of Alloys and Compounds*, 271-273, pp.25-30.

## 5 FLOW CHART



F1. Schéma du mode opératoire pour la mesure des isotopes de Pu, Am et Cm



**F1. Diagram of the procedure for the measurement of the isotopes of Pu, Am and Cm**