
**Mesurage de la radioactivité dans
l'environnement — Sol —**

Partie 4:

**Mesurage des isotopes du plutonium
(plutonium 238 et plutonium 239 + 240)
par spectrométrie alpha**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Measurement of radioactivity in the environment — Soil —

*Part 4: Measurement of plutonium isotopes (plutonium 238 and
plutonium 239 + 240) by alpha spectrometry*

ISO 18589-4:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6aacc9b8-8772-45df-94dd-90455d10e156/iso-18589-4-2009>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18589-4:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6aacc9b8-8772-45df-94dd-90455d10e156/iso-18589-4-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6aacc9b8-8772-45df-94dd-90455d10e156/iso-18589-4-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et symboles	1
4 Principe	2
5 Réactifs et appareillage	2
6 Mode opératoire	3
7 Expression des résultats	4
8 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Plutonium désorbé	7
Annexe B (informative) Séparation chimique du plutonium par un solvant organique	11
Annexe C (informative) Séparation chimique du plutonium sur une résine anionique	13
Annexe D (informative) Séparation chimique du plutonium par des résines spécifiques	15
Annexe E (informative) Préparation de la source par électrodéposition	18
Annexe F (informative) Préparation de la source par coprecipitation	21
Bibliographie	22

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 18589-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire*, sous-comité SC 2, *Radioprotection*.

L'ISO 18589 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Mesurage de la radioactivité dans l'environnement* — Sol:

- <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6aacc9b8-8772-45df-94dd-90455d10e156/iso-18589-4-2009>
- *Partie 1: Lignes directrices générales et définitions*
 - *Partie 2: Lignes directrices pour la sélection de la stratégie d'échantillonnage, l'échantillonnage et le prétraitement des échantillons*
 - *Partie 3: Mesurage des radionucléides émetteurs gamma*
 - *Partie 4: Mesurage des isotopes du plutonium (plutonium 238 et plutonium 239 + 240) par spectrométrie alpha*
 - *Partie 5: Mesurage du strontium 90*
 - *Partie 6: Mesurage des activités alpha globale et bêta globale*

Introduction

L'ISO 18589 est publiée en plusieurs parties, à utiliser ensemble ou séparément selon les besoins. Les Parties 1 à 6, concernant le mesurage de la radioactivité dans le sol, ont été élaborées en même temps. Elles sont complémentaires entre elles et s'adressent aux personnes chargées de déterminer la radioactivité présente dans les sols. Les deux premières parties comportent des informations d'ordre général. Les Parties 3 à 5 traitent des mesurages spécifiques des radionucléides et la Partie 6 de mesurages non spécifiques des activités alpha globale et bêta globale.

D'autres parties sont susceptibles d'être ajoutées ultérieurement à l'ISO 18589, s'il devient nécessaire de normaliser les mesurages d'autres radionucléides.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 18589-4:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6aacc9b8-8772-45df-94dd-90455d10e156/iso-18589-4-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6aacc9b8-8772-45df-94dd-90455d10e156/iso-18589-4-2009>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18589-4:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6aacc9b8-8772-45df-94dd-90455d10e156/iso-18589-4-2009>

Mesurage de la radioactivité dans l'environnement — Sol —

Partie 4:

Mesurage des isotopes du plutonium (plutonium 238 et plutonium 239 + 240) par spectrométrie alpha

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 18589 spécifie une méthode de mesurage des isotopes du plutonium 238 et 239 + 240 dans le sol, par spectrométrie alpha à l'aide de techniques de séparation chimique. La méthode peut être utilisée pour tout type d'étude ou de contrôle de l'environnement. Ces techniques peuvent également être utilisées pour le mesurage de niveaux d'activité très faibles, à savoir un ou deux ordres de grandeur inférieurs au niveau de radionucléides émetteurs alpha naturels.

La masse de la prise d'essai dépend de l'activité prévue de l'échantillon et de la limite de détection requise. Dans la pratique, elle peut être constituée de 0,1 g à 100 g de l'échantillon pour essai.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 31-9, *Grandeurs et unités — Partie 9: Physique atomique et nucléaire*

ISO 11074, *Qualité du sol — Vocabulaire*

ISO/CEI 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO 18589-1, *Mesurage de la radioactivité dans l'environnement — Sol — Partie 1: Lignes directrices générales et définitions*

ISO 18589-2, *Mesurage de la radioactivité dans l'environnement — Sol — Partie 2: Lignes directrices pour la sélection de la stratégie d'échantillonnage, l'échantillonnage et le prétraitement des échantillons*

3 Termes, définitions et symboles

Pour les besoins du présent document, les termes, définitions et symboles donnés dans l'ISO 18589-1, l'ISO 11074 et l'ISO 31-9 ainsi que les symboles suivants s'appliquent.

m	Masse de la prise d'essai, en kilogrammes
a	Activité par unité de masse, en becquerels par kilogramme
A	Activité de l'élément traceur ajouté, en becquerels, à la date du mesurage

t_g	Temps de comptage de l'échantillon, en secondes
t_0	Temps de comptage du mouvement propre, en secondes
r_g, r_{gt}	Taux de comptage brut par seconde de l'isotope du plutonium mesuré et de l'isotope traceur, respectivement
r_0, r_{0t}	Taux de comptage du mouvement propre par seconde de l'isotope du plutonium mesuré et de l'isotope traceur, respectivement
R	Rendement total des mesures
$u(a)$	Incertitude-type associée au résultat de mesurage, en becquerels par kilogramme
U	Incertitude élargie, en becquerels par kilogramme, calculée par $U = k \cdot u(a)$ avec $k = 1, 2, \dots$
a^*	Seuil de décision, en becquerels par kilogramme
$a^\#$	Limite de détection, en becquerels par kilogramme
$a^\triangleleft, a^\triangleright$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par kilogramme

4 Principe

Le plutonium est déposé en tant que source mince pour être mesurée par spectrométrie alpha à l'aide d'une chambre à grille ou d'un appareil de type détecteur à semi-conducteur. Les sources sont généralement préparées par électrodéposition ou coprécipitation après une séparation chimique et une purification des isotopes du plutonium présents dans la prise d'essai [1], [2], [3], [4]. Un dépôt direct sur la coupelle, par électrospray, peut aussi être mis en œuvre.

ISO 18589-4:2009

Le mesurage des isotopes du plutonium nécessite l'utilisation de modes opératoires spécifiques de séparation chimique et de purification, de manière à éviter toute interférence due à la présence d'émetteurs naturels ou artificiels α et d'éléments stables dans l'échantillon, qui sont souvent en quantités plus importantes lors du mesurage des isotopes du plutonium.

Ces modes opératoires permettent d'éliminer les principales sources d'interférence (perturbateurs), qui sont:

- la teneur en sel des solutions de lixiviation, plus particulièrement les éléments hydrolysables, afin de préparer par déposition la source la plus mince;
- d'autres radionucléides émetteurs α , tels que ^{241}Am et les isotopes du thorium, dont les émissions peuvent interférer avec celles des isotopes du plutonium.

Le rendement total pour chaque analyse (rendement de la séparation chimique, dépôt d'une couche mince et mesurage) est déterminé par ajout d'une solution étalon de ^{236}Pu ou ^{242}Pu considérée comme traceur. Ainsi, le mode opératoire d'essai doit inclure un cycle de valence, qui permet d'amener l'isotope traceur et les isotopes du plutonium à mesurer au même degré d'oxydation, de manière à obtenir un comportement chimique identique pour tous ces éléments.

5 Réactifs et appareillage

Les réactifs et l'appareillage chimiques sont décrits à l'Annexe A pour la désorption du plutonium, aux Annexes B, C et D pour le traitement chimique et aux Annexes E et F pour la préparation de la source déposée.

Tous les réactifs chimiques nécessaires pour conduire ce mode opératoire doivent être de qualité analytique reconnue.

6 Mode opératoire

6.1 Désorption du plutonium

Le plutonium doit être désorbé de la prise d'essai de sol dans une solution (intermédiaire). Quand le plutonium est adsorbé sur les particules de sol à partir d'une solution aqueuse ou sur les particules des retombées atmosphériques déposées directement sur le sol, il est désorbé directement par un traitement direct à l'acide. Le plutonium est métabolisé par les animaux ou les végétaux sous la forme d'un complexe organique qui peut être trouvé dans un échantillon de sol. Il peut être libéré par la destruction de la matière organique présente dans les sols par la calcination des échantillons d'essai à des températures comprises entre 500 °C et 600 °C. Dans certains cas, le plutonium peut, lorsqu'il est chauffé, former des composés réfractaires nécessitant un traitement à l'acide fluorhydrique ou une fusion pour les rendre solubles [4].

L'Annexe A décrit deux méthodes de désorption du plutonium.

Afin de quantifier le rendement d'extraction, un élément traceur est ajouté au début de cette étape du mode opératoire, une durée suffisante, généralement allant jusqu'à un jour, permet d'atteindre l'équilibre avant de commencer la désorption du plutonium.

6.2 Séparation chimique

Il existe trois techniques courantes de séparation chimique du plutonium, à savoir l'extraction liquide-liquide, l'extraction au moyen d'une résine échangeuse d'ions ou l'extraction par chromatographie sur résine spécifique. Une méthode propre à chaque technique est présentée dans les Annexes B à D, à savoir la séparation par solvant organique [5], la séparation par une résine anionique [6] ou l'extraction à l'aide d'une résine chromatographique [7], [8].

6.3 Préparation de la source à mesurer

La source peut être préparée par dépôt, soit par électrodéposition sur une coupelle (un disque en acier inoxydable), soit par coprécipitation.

6.3.1 Méthode par électrodéposition

L'électrodéposition intervient après la séparation chimique du plutonium des éléments interférents. Elle permet le dépôt électrochimique des radionucléides en une couche ultramince sur la coupelle [9], [10]. Le mode opératoire décrit à l'Annexe E s'applique aux trois méthodes de séparation chimique décrites aux Annexes B, C et D.

NOTE L'électrodéposition ne constitue pas une méthode sélective, dans la mesure où les cations métalliques, susceptibles de former des hydroxydes insolubles, peuvent être déposés en même temps que le plutonium.

6.3.2 Méthode de coprécipitation

La coprécipitation, au moyen de composés de fluorure, peut être effectuée après la séparation chimique du plutonium des autres éléments interférents. Elle permet la précipitation du (des) radionucléide(s), sous la forme d'une couche mince, sur un filtre. Le mode opératoire décrit à l'Annexe F peut s'appliquer aux trois méthodes de séparation chimique décrites aux Annexes B à D.

6.4 Détermination du mouvement propre

Mesurer le mouvement propre à l'aide d'un échantillon de blanc préparé pour la méthode choisie, en commençant par une prise d'essai sans plutonium (ou directement avec de l'eau distillée).

6.5 Mesurage

L'activité du plutonium est calculée par comptage de la source échantillon pendant une durée appropriée. Il convient de s'assurer que les conditions de mesurage soient les mêmes pour la source échantillon, le mouvement propre et la source d'étalonnage.

Le temps de comptage nécessaire dépend des taux de comptage de l'échantillon et du mouvement propre, ainsi que de la limite de détection et du seuil de décision requis.

Il convient d'examiner les spectres afin de confirmer que la séparation des pics est correcte et de s'assurer qu'il n'y a aucun pic interférant.

7 Expression des résultats

7.1 Calcul de l'activité par unité de masse

L'activité en plutonium est calculée en intégrant le nombre de coups dans les pics correspondants du radionucléide traceur, ^{238}Pu et/ou $^{239+240}\text{Pu}$, du spectre d'émission alpha de l'échantillon, obtenu par spectrométrie alpha. Les résultats de ces intégrations, divisés par le temps de comptage, sont les taux de comptage bruts, r_{gt} et r_g , pour l'élément traceur et les isotopes du plutonium, respectivement.

r_{gt} et r_g sont corrigés de la contribution du mouvement propre et, si nécessaire, de la contribution de la traîne des pics d'énergie plus élevée, qui dépend des caractéristiques du détecteur.

Les taux de comptage du mouvement propre sont calculés à partir du spectre d'émission alpha d'un échantillon de blanc, et par intégration du nombre de coups dans les régions d'intérêt (ROI, *regions of interest*) dans lesquelles les pics apparaissent dans le spectre de l'échantillon. Les résultats de ces intégrations, divisés par le temps de comptage, sont les taux de comptage du mouvement propre, r_{0t} et r_0 , pour l'élément traceur et les isotopes du plutonium, respectivement.

NOTE L'échantillon de blanc est obtenu et mesuré, en appliquant le mode opératoire du laboratoire, sans échantillons de sol, avec ou sans élément traceur.

L'activité par unité de masse, a , de l'isotope du plutonium est calculée selon l'Équation (1):

$$a = (r_g - r_0) / (m \cdot R) = (r_g - r_0) \cdot w \quad (1)$$

où $w = \frac{1}{m \cdot R}$

Le rendement total de mesurage, R , est déterminé à partir de l'activité, A , de l'élément traceur ajouté et du taux de comptage net dans le pic correspondant, selon l'Équation (2):

$$R = (r_{gt} - r_{0t}) / A \quad (2)$$

L'efficacité de détection permet de calculer le rendement chimique. Cette valeur est importante pour le contrôle de la qualité.

7.2 Incertitude-type

En accord avec le Guide ISO/CEI 98-3^[13], l'incertitude-type de a est calculée par l'Équation (3):

$$\begin{aligned} u(a) &= \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + a^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \\ &= \sqrt{w^2 \cdot (r_g / t_g + r_0 / t_0) + a^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \end{aligned} \quad (3)$$

où l'incertitude sur le temps de comptage est négligeable.

L'incertitude-type relative de w est calculée par l'Équation (4):

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2(R) + u_{\text{rel}}^2(m) \quad (4)$$

L'incertitude-type relative de R est calculée par l'Équation (5):

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}}^2(R) &= u_{\text{rel}}^2(r_{\text{gt}} - r_{0\text{t}}) + u_{\text{rel}}^2(A) \\ &= (r_{\text{gt}}/t_{\text{g}} + r_{0\text{t}}/t_0)/(r_{\text{gt}} - r_{0\text{t}})^2 + u_{\text{rel}}^2(A) \end{aligned} \quad (5)$$

$u_{\text{rel}}(A)$ inclut toutes les incertitudes liées à l'activité de l'élément traceur, c'est-à-dire celles de la solution étalon, de la préparation de la solution de l'élément traceur et de l'ajout de cette dernière à l'échantillon.

Le calcul des limites caractéristiques (voir l'ISO 11929^[12]) nécessite le calcul de $\tilde{u}(\tilde{a})$, c'est-à-dire l'incertitude-type de a en fonction de sa valeur vraie, calculée par l'Équation (6):

$$\tilde{u}(\tilde{a}) = \sqrt{w^2 \cdot [(\tilde{a}/w + r_0)/t_{\text{g}} + r_0/t_0] + \tilde{a}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (6)$$

7.3 Seuil de décision

Le seuil de décision, a^* , est obtenu à partir de l'Équation (6) pour $\tilde{a} = 0$ (voir l'ISO 11929). D'où l'Équation (7):

$$a^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{r_0/t_{\text{g}} + r_0/t_0} \quad (7)$$

$\alpha = 0,05$ avec $k_{1-\alpha} = 1,65$ est souvent retenu par défaut.

7.4 Limite de détection

La limite de détection, $a^\#$, est calculée par l'Équation (8) (voir l'ISO 11929).

$$\begin{aligned} a^\# &= a^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(a^\#) \\ &= a^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \cdot [(a^\#/w + r_0)/t_{\text{g}} + r_0/t_0] + a^{\#2} \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \end{aligned} \quad (8)$$

$\beta = 0,05$ avec $k_{1-\beta} = 1,65$ est souvent retenu par défaut.

La limite de détection peut être calculée par résolution de l'Équation (8) pour $a^\#$ ou, plus simplement, par itération avec une approximation de départ $a^\# = 2 \cdot a^*$.

En prenant $\alpha = \beta$, alors $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ et la solution de l'Équation (8) est donnée par l'Équation (9):

$$a^\# = \frac{2 \cdot a^* + (k^2 \cdot w)/t_{\text{g}}}{1 - k^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (9)$$

7.5 Limites de l'intervalle de confiance

Les limites inférieure, a^\triangleleft , et supérieure, a^\triangleright , de l'intervalle de confiance sont calculées en utilisant les Équations (10) et (11) (voir l'ISO 11929):

$$a^\triangleleft = a - k_p \cdot u(a); p = \omega \cdot (1 - \gamma/2) \quad (10)$$

$$a^\triangleright = a + k_q \cdot u(a); q = 1 - \omega \cdot \gamma/2 \quad (11)$$

où

$\omega = \Phi[y/u(y)]$, Φ étant la fonction de répartition de la distribution normale réduite.

$\omega = 1$ peut être posé si $a \geq 4 \cdot u(a)$. Dans ce cas, l'Équation (12) est vérifiée:

$$a^{\langle \Delta \rangle} = a \pm k_{1-\gamma/2} \cdot u(a) \quad (12)$$

$\gamma = 0,05$ avec $k_{1-\gamma/2} = 1,96$ est souvent retenu par défaut.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être conforme aux exigences de l'ISO/CEI 17025 et contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 18589;
- b) l'identification de l'échantillon;
- c) les unités d'expression des résultats;
- d) les résultats de l'essai, $a \pm u(a)$ ou $a \pm U$, avec la valeur associée de k .

Des informations complémentaires peuvent être fournies, telles que:

- les probabilités α , β et $(1 - \gamma)$;
- le seuil de décision et la limite de détection; [ISO 18589-4:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6aacc9b8-8772-45df-94dd-90455d10e156/iso-18589-4-2009)
- en fonction de la demande du client, il y a plusieurs possibilités pour présenter les résultats:
 - quand l'activité par unité de masse a est comparée au seuil de décision (voir l'ISO 11929), le résultat de mesure sera exprimé sous la forme $\leq a^*$ quand il est inférieur ou égal au seuil de décision,
 - quand l'activité par unité de masse a est comparée à la limite de détection, le résultat de mesure sera exprimé sous la forme $\leq a^\#$ quand il est inférieur ou égal à la limite de détection. Si la limite de détection excède la valeur guide, il doit être indiqué que la méthode n'est pas adaptée à l'objectif de la mesure;
- toute information pertinente susceptible d'influencer le résultat.