

# PROJET DE NORME INTERNATIONALE

## ISO/DIS 13167

ISO/TC 147/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:  
2014-09-08

Vote clos le:  
2014-12-08

---

---

## Qualité de l'eau — Plutonium, americium, curium et neptunium — Méthode d'essai par spectrométrie alpha

*Water quality — Plutonium, americium, curium and neptunium — Test method using alpha spectrometry*

ICS: 13.060.60;17.240

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7569d3c-61b3-47f4-a625-4ad9019c3a33/iso-13167-2015>

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.



Numéro de référence  
ISO/DIS 13167:2014(F)

© ISO 2014

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7569d3c-61b3-47f4-a625-4ad9019c3a33/iso-13167-2015>

### Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	v
Introduction.....	vi
<b>1</b> <b>Domaine d'application .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives .....</b>	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes, définitions et symboles.....</b>	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe.....</b>	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs chimiques et matériel.....</b>	<b>3</b>
<b>5.1</b> <b>Réactifs chimiques.....</b>	<b>3</b>
<b>5.2</b> <b>Matériel .....</b>	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire.....</b>	<b>3</b>
<b>6.1</b> <b>Échantillonnage.....</b>	<b>3</b>
<b>6.2</b> <b>Étape de concentration et cycle de valence .....</b>	<b>3</b>
<b>6.3</b> <b>Séparation chimique .....</b>	<b>4</b>
<b>6.4</b> <b>Préparation de la source à mesurer .....</b>	<b>4</b>
<b>6.5</b> <b>Détermination du bruit de fond.....</b>	<b>4</b>
<b>6.6</b> <b>Mesurage.....</b>	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Expression des résultats .....</b>	<b>5</b>
<b>7.1</b> <b>Calcul de l'activité volumique .....</b>	<b>5</b>
<b>7.2</b> <b>Incertitude-type.....</b>	<b>5</b>
<b>7.3</b> <b>Seuil de décision .....</b>	<b>6</b>
<b>7.4</b> <b>Limite de détection.....</b>	<b>6</b>
<b>7.5</b> <b>Limites de l'intervalle de confiance .....</b>	<b>6</b>
<b>8</b> <b>Programme d'assurance qualité et de contrôle qualité.....</b>	<b>7</b>
<b>8.1</b> <b>Généralités .....</b>	<b>7</b>
<b>8.2</b> <b>Grandeurs d'influence.....</b>	<b>7</b>
<b>8.3</b> <b>Vérification et étalonnage des instruments.....</b>	<b>7</b>
<b>8.4</b> <b>Vérification de la méthode.....</b>	<b>7</b>
<b>8.5</b> <b>Démonstration de l'aptitude de l'analyste .....</b>	<b>8</b>
<b>9</b> <b>Rapport d'essai.....</b>	<b>8</b>
<b>Annexe A (informative) Séparation chimique des actinides sur résine anionique .....</b>	<b>9</b>
<b>A.1</b> <b>Principe.....</b>	<b>9</b>
<b>A.2</b> <b>Ressources techniques .....</b>	<b>9</b>
<b>A.3</b> <b>Mode opératoire.....</b>	<b>10</b>
<b>Annexe B (informative) Séparation chimique des actinides par des résines spécifiques .....</b>	<b>12</b>
<b>B.1</b> <b>Principe.....</b>	<b>12</b>
<b>B.2</b> <b>Ressources techniques .....</b>	<b>12</b>
<b>B.3</b> <b>Mode opératoire.....</b>	<b>13</b>
<b>Annexe C (informative) Préparation de la source par électrodéposition .....</b>	<b>15</b>
<b>C.1</b> <b>Principe.....</b>	<b>15</b>
<b>C.2</b> <b>Matériel.....</b>	<b>15</b>
<b>C.3</b> <b>Réactifs chimiques.....</b>	<b>15</b>
<b>C.4</b> <b>Mode opératoire.....</b>	<b>16</b>

<b>Annexe D (informative) Préparation de la source par coprécipitation .....</b>	<b>18</b>
<b>D.1 Principe .....</b>	<b>18</b>
<b>D.2 Matériel .....</b>	<b>18</b>
<b>D.3 Réactifs chimiques .....</b>	<b>18</b>
<b>D.4 Mode opératoire .....</b>	<b>18</b>
<b>Bibliographie .....</b>	<b>19</b>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7569d3c-61b3-47f4-a625-4ad9019c3a33/iso-13167-2015>

## Avant-propos

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

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/IEC, 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 13167 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

## Introduction

La radioactivité provenant de sources d'origine naturelle et anthropique est présente partout dans l'environnement. Par conséquent, les masses d'eau (par exemple, eaux de surface, eaux souterraines, eau de mer) peuvent contenir des radionucléides d'origine naturelle et/ou d'origine anthropique :

- les radionucléides naturels, y compris le potassium 40, et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le radium 226, le radium 228, l'uranium 234, l'uranium 238, le plomb 210, peuvent se trouver dans l'eau pour des raisons naturelles (par exemple, désorption par le sol et lessivage par les eaux pluviales) ou peuvent être libérés par des processus technologiques impliquant des matériaux radioactifs existant à l'état naturel (par exemple, extraction minière et traitement de sables minéraux ou production et utilisation d'engrais phosphatés) ;
- les radionucléides artificiels, tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), tritium, carbone 14, strontium 90 et certains radionucléides émetteurs gamma peuvent aussi se trouver dans les eaux naturelles en conséquence de leur libération périodique autorisée dans l'environnement en faibles quantités dans l'effluent déversé par les installations concernant le cycle du combustible nucléaire. Ils sont également libérés dans l'environnement suite à leur utilisation dans le cadre d'applications médicales et industrielles. Ils peuvent également se trouver dans l'eau du fait de la pollution par retombées d'éléments radioactifs rejetés dans l'atmosphère lors de l'explosion de dispositifs nucléaires ou lors d'accidents nucléaires, tels que Tchernobyl et Fukushima.

L'eau potable peut donc contenir des radionucléides dont l'activité volumique est susceptible de présenter un risque pour la santé humaine. Afin d'évaluer la qualité de l'eau potable (y compris les eaux minérales et les eaux de source) en ce qui concerne sa teneur en radionucléides et afin de fournir des préconisations pour réduire les risques pour la santé humaine en prenant des dispositions destinées à réduire l'activité volumique des radionucléides, la teneur en radioactivité des ressources en eau (eaux souterraines, rivières, lacs, mers, etc.) et des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS) et peut être imposée par certains organismes nationaux.

L'existence d'une Norme internationale décrivant une méthode d'essai concernant l'activité volumique des isotopes du plutonium, de l'américium et du curium dans les échantillons d'eau est justifiée pour les laboratoires d'essais réalisant ces mesurages et qui peuvent parfois être tenus d'obtenir une accréditation spécifique de la part d'organismes nationaux pour la réalisation de mesurages concernant les radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

L'activité volumique du  $^{238}\text{Pu}$ , du  $^{239}\text{Pu}$ , du  $^{240}\text{Pu}$ , du  $^{241}\text{Am}$ , du  $^{242}\text{Cm}$ , du  $^{243}\text{Cm}$ , du  $^{244}\text{Cm}$  et du  $^{237}\text{Np}$  peut varier en fonction des rejets autorisés d'effluents locaux provenant d'une centrale nucléaire et des caractéristiques environnementales. La limite indicative concernant le  $^{238}\text{Pu}$ , le  $^{239}\text{Pu}$ , le  $^{240}\text{Pu}$ , le  $^{241}\text{Am}$ , le  $^{242}\text{Cm}$ , le  $^{243}\text{Cm}$ , le  $^{244}\text{Cm}$  et le  $^{237}\text{Np}$  dans l'eau potable, conformément aux recommandations de l'OMS, est de 1 Bq/l pour tous ces isotopes, à l'exception du  $^{242}\text{Cm}$  (10 Bq/l) [WHO-Guidelines for drinking waters quality, 2011, Geneva].

NOTE La limite indicative correspond à l'activité volumique, avec incorporation de 2 l/jour d'eau potable pendant 1 an, aboutissant à une dose effective de 0,1 mSv/an pour les personnes du public. Cette dose effective présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables sur la santé.

La présente norme fait partie d'une série de Normes internationales spécifiant des méthodes d'essai pour le mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans des échantillons d'eau.

# Qualité de l'eau – Plutonium, américium, curium et neptunium – Méthode d'essai par spectrométrie alpha

## 1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode d'essai permettant de mesurer les actinides ( $^{238}\text{Pu}$ ,  $^{239+240}\text{Pu}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{242}\text{Cm}$ ,  $^{243+244}\text{Cm}$  et  $^{237}\text{Np}$ ) dans des échantillons d'eau, par spectrométrie alpha après séparation chimique.

Cette méthode peut être utilisée pour tout type d'étude ou de surveillance environnementale.

Le volume de la prise d'essai requise dépend de l'activité supposée de l'échantillon et de la limite de détection souhaitée.

La limite de détection de la méthode d'essai est de  $5 \times 10^{-3}$  Bq/l à  $5 \times 10^{-4}$  Bq/l pour un volume de prise d'essai de 0,1 l à 5 l.

## 2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1 : Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3 : Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 11929, *Détermination de la limite de détection et du seuil de décision des mesurages des rayonnements ionisants*

ISO 80000-10, *Grandeurs et unités — Partie 10 : Physique atomique et nucléaire*

ISO/IEC GUIDE 98-3, *Incertitude de mesure — Partie 3 : Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM)*

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

## 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, l'ISO 31-9 et l'ISO 11929 ainsi que les symboles suivants s'appliquent.

A	Activité du traceur ajouté, en becquerels, à la date du mesurage
$c_A$	Activité volumique des isotopes d'actinides, en becquerels par litre
$c_A^*$	Seuil de décision, en becquerels par litre
$c_A^\#$	Limite de détection, en becquerels par litre

$c_A^{\triangleleft}, c_A^{\triangleright}$	Limites basse et haute de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre
$\varepsilon$	Rendement de détection
$r_g, r_{gT}$	Taux de comptage brut par seconde des isotopes d'actinides mesurés et du traceur, respectivement
$r_0, r_{0T}$	Taux de comptage du bruit de fond par seconde des isotopes d'actinides et du traceur, respectivement
R	Rendement total du mesurage
Rc	Rendement chimique
$t_0$	Durée de comptage du bruit de fond, en secondes
$t_g$	Durée de comptage de la prise d'essai, en secondes
$u(c_A)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure, en becquerels par litre
U	Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$ , en becquerels par litre
V	Volume de la prise d'essai, en litres

#### 4 Principe

Les isotopes d'actinides sont déposés sous forme de couche mince en vue d'un mesurage par spectrométrie alpha à l'aide d'un appareillage de type chambre à grille ou détecteur à semi-conducteur. Les sources sont généralement préparées par électrodéposition ou coprecipitation, après séparation chimique et purification des isotopes d'actinides présents dans la prise d'essai [1] [2] [3] [4].

Des procédures spécifiques de séparation chimique et de purification sont nécessaires afin d'éviter toute interférence due à la présence d'émetteurs  $\alpha$  naturels ou artificiels et d'éléments stables dans l'échantillon, dans des quantités souvent plus importantes que les isotopes d'actinides.

Ces procédures permettent de supprimer les principales sources d'interférences, à savoir :

- les sels contenus dans l'échantillon d'eau, et plus précisément les éléments hydrolysables, afin de préparer la source déposée la plus mince possible ;
- les autres radionucléides émetteurs  $\alpha$ , tels que les isotopes d'uranium et de thorium, dont les émissions peuvent interférer avec celles des isotopes d'actinides.

Le rendement total de chaque analyse (produit du rendement de séparation chimique et du rendement de détection) est déterminé par addition d'une solution étalon de traceur : le  $^{236}\text{Pu}$  peut être utilisé pour les isotopes de plutonium et le neptunium, le  $^{242}\text{Pu}$  pour les isotopes de plutonium uniquement, et le  $^{243}\text{Am}$  pour les isotopes d'américium et de curium.

La procédure doit donc comprendre un cycle d'oxydo-réduction pour que le traceur et les analytes soient au même degré d'oxydation.

Il est possible de quantifier les isotopes de curium sur la base du comportement du traceur  $^{243}\text{Am}$ , ce qui peut faire apparaître un biais potentiel qui doit être quantifié.

Il est possible de quantifier le neptunium sur la base du comportement du traceur  $^{236}\text{Pu}$ , ce qui peut faire apparaître un biais potentiel qui doit être quantifié.

## 5 Réactifs chimiques et matériel

### 5.1 Réactifs chimiques

Les réactifs chimiques et le matériel sont décrits aux Annexes A et B pour la séparation chimique et aux Annexes C et D pour la préparation de la source déposée.

À l'exception des solutions étalons certifiées, tous les réactifs chimiques nécessaires à la réalisation de cette procédure doivent être de qualité analytique.

### 5.2 Matériel

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, les éléments suivants :

Spectromètre alpha, de type chambre à grille (avec un rendement de détection élevé, mais une faible résolution) ou de type semi-conducteur (avec un faible rendement de détection, mais une haute résolution). Un fonctionnement à température constante est recommandé. Suivre les instructions du fabricant.

Pour un appareillage de type semi-conducteur, les mesurages par spectrométrie alpha dépendent de l'interaction des particules alpha avec le silicium à implantation ionique. Cette interaction fait varier instantanément la conductivité du silicium, proportionnellement à l'énergie de la particule alpha entrante. Pour obtenir des spectres ayant une résolution satisfaisante, le système de détection doit être maintenu à une pression inférieure à 10 Pa. La résolution peut encore être améliorée en augmentant la distance entre la source et le détecteur.

Pipette, adaptée au transfert exact de solution de traceur (par exemple, 100  $\mu$ l) avec une précision totale de  $\pm 1$  %.

Balance, par exemple, capable d'atteindre une précision de  $\pm 0,1$  mg.

Le matériel est décrit aux Annexes A et B pour la séparation chimique et aux Annexes C et D pour la préparation de la source déposée.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Échantillonnage

Les conditions d'échantillonnage doivent suivre la norme ISO 5667-1.

Il convient que l'échantillon soit filtré pour éliminer les solides, puis acidifié (à un pH < 2 avec de l'acide nitrique) le plus tôt possible après l'échantillonnage et avant l'analyse, comme spécifié dans l'ISO 5667-3.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif, non modifié au cours du transport ou de la conservation, et dans un récipient non endommagé.

### 6.2 Étape de concentration et cycle de valence

Les traceurs radioactifs sont ajoutés au cours de cette phase de traitement initiale.

Si nécessaire, une étape de concentration peut être effectuée par évaporation ou coprécipitation. Après évaporation, le résidu est mis en solution avec un mélange d'acides. L'ajout de nitrate ou de chlorure permet une coprécipitation à l'hydroxyde ferrique  $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$  à un pH de 8. Après centrifugation ou filtration, le précipité est mis en solution avec un mélange d'acides.

La procédure doit comprendre un cycle de valence permettant d'ajuster le traceur et les isotopes d'actinides à mesurer au même degré d'oxydation, afin d'obtenir un comportement chimique identique pour chacun d'eux.

Par exemple, une étape servant essentiellement à la réduction est effectuée par ajout de  $\text{NH}_2\text{OH HCl}$  ou de  $\text{NaHSO}_3$ , ou encore, de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , puis une étape d'oxydation est réalisée avec du  $\text{NaNO}_2$  ou du  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

### 6.3 Séparation chimique

Il existe deux techniques communément utilisées pour la séparation chimique des actinides : l'extraction sur résine échangeuse d'ions ou par résine d'extraction chromatographique spécifique. Une méthode représentative de chaque technique est présentée aux Annexes A et B : séparation par résine anionique [6] ou par résine d'extraction chromatographique [7], [8].

Il est également possible d'utiliser une combinaison des Annexes A et B, à savoir, l'utilisation d'une résine échangeuse d'ions, suivie de l'utilisation d'une résine spécifique d'extraction chromatographique, uniquement pour la purification de la phase d'américium.

### 6.4 Préparation de la source à mesurer

#### 6.4.1 Généralités

La source peut être préparée par électrodéposition sur une coupelle, un disque en acier inoxydable (6.4.2), ou par coprécipitation (6.4.3).

#### 6.4.2 Méthode par électrodéposition

L'électrodéposition des actinides est réalisée après la séparation chimique des éléments interférents. Elle permet le dépôt électrochimique du/des radionucléides en une couche ultra-mince sur la coupelle. La procédure décrite à l'Annexe C s'applique aux deux méthodes de séparation chimique décrites aux Annexes A et B.

NOTE L'électrodéposition n'est pas une méthode sélective, car des cations métalliques, susceptibles de former des hydroxydes insolubles, peuvent être déposés en même temps que les actinides.

#### 6.4.3 Méthode par coprécipitation

La coprécipitation des actinides, avec des composés de fluorure, peut être réalisée après la séparation chimique des autres éléments interférents. Elle permet la précipitation du/des radionucléide(s) sous forme de couche mince sur un filtre. La procédure décrite à l'Annexe D peut être appliquée aux deux méthodes de séparation chimique décrites aux Annexes A et B.

### 6.5 Détermination du bruit de fond

Mesurer le bruit de fond à l'aide d'un échantillon à blanc préparé pour la méthode choisie (par exemple, de l'eau de laboratoire). Il convient que cet échantillon à blanc soit préparé sans traceur pour être utilisé pour l'obtention des taux de comptage de bruit de fond.

### 6.6 Mesurage

L'activité volumique des actinides est calculée d'après le comptage de la source d'échantillon sur une durée appropriée. Il convient que les mêmes conditions d'appareillage soient utilisées pour les mesurages de l'échantillon, du bruit de fond et de la source d'étalonnage.

La durée de comptage requise dépend des taux de comptage de l'échantillon et du bruit de fond ainsi que de la limite de détection et du seuil de décision requis.

Il convient que les spectres soient examinés pour confirmer la bonne séparation des pics et l'absence de pics d'interférence.