

---

---

**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*

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

ISO 13167:2015

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



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

ISO 13167:2015

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



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<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 et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Symboles</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Réactifs chimiques et matériel</b> .....	<b>3</b>
6.1    Réactifs chimiques.....	3
6.2    Matériel.....	3
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
7.1    Échantillonnage.....	4
7.2    Étape de concentration et cycle de valence.....	4
7.3    Séparation chimique.....	4
7.4    Préparation de la source à mesurer.....	4
7.4.1    Généralités.....	4
7.4.2    Méthode par électrodéposition.....	4
7.4.3    Méthode par coprécipitation.....	5
7.5    Détermination du bruit de fond.....	5
7.6    Détermination de l'efficacité du comptage.....	5
7.7    Mesurage.....	5
<b>8</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>5</b>
8.1    Calcul de l'activité volumique.....	5
8.2    Incertitude-type.....	6
8.3    Seuil de décision.....	6
8.4    Limite de détection.....	7
8.5    Limites de l'intervalle de confiance.....	7
<b>9</b> <b>Programme d'assurance qualité et de contrôle qualité</b> .....	<b>7</b>
9.1    Généralités.....	7
9.2    Grandeurs d'influence.....	7
9.3    Vérification et étalonnage des instruments.....	8
9.4    Vérification de la méthode.....	8
9.5    Démonstration de l'aptitude de l'analyste.....	8
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe A (informative) Séparation chimique des actinides sur résine anionique</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe B (informative) Séparation chimique des actinides par des résines spécifiques</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe C (informative) Préparation de la source par électrodéposition</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe D (informative) Préparation de la source par coprécipitation</b> .....	<b>19</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>21</b>

## 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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant : [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/d/569d3c-61b5-4714-a025-4ad9019c3a33/iso-13167-2015)

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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, du curium et du neptunium dans les échantillons d'eau est justifiée pour les laboratoires d'essais réalisant ces mesurages, lesquels sont parfois exigés par des organismes nationaux, vu que les laboratoires peuvent être tenus d'obtenir une accréditation spécifique pour pouvoir mesurer ces radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

L'activité volumique du  $^{238}\text{Pu}$ ,  $^{239}\text{Pu}$ ,  $^{240}\text{Pu}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{242}\text{Cm}$ ,  $^{243}\text{Cm}$ ,  $^{244}\text{Cm}$ ,  $^{237}\text{Np}$  peut varier en fonction des rejets autorisés d'effluents locaux provenant d'une centrale nucléaire et des caractéristiques environnementales. La limite indicative concernant le  $^{238}\text{Pu}$ ,  $^{239}\text{Pu}$ ,  $^{240}\text{Pu}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{242}\text{Cm}$ ,  $^{243}\text{Cm}$ ,  $^{244}\text{Cm}$ ,  $^{237}\text{Np}$  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 (arrondie à l'ordre de grandeur le plus proche), pour une consommation 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 internationale 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.

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

ISO 13167:2015

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

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

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale 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, avec une durée de comptage de deux à dix jours.

## 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* (standards/sist/d7569d3c-61b3-47f4-a625-4ad9019c3a33/iso-13167-2015)

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

ISO 11929, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle de confiance) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications*

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

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

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes, définitions et symboles donnés dans l'ISO 80000-10 et l'ISO 11929 s'appliquent.

## 4 Symboles

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
$\varepsilon$	Efficacité du comptage
$r_g, r_{gT}$	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
$R_c$	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
$f$	Facteur de correction de biais potentiels pour les isotopes de curium utilisant le $^{243}\text{Am}$ comme traceur ou pour le $^{237}\text{Np}$ utilisant le $^{236}\text{Pu}$ comme traceur. Pour les isotopes de plutonium ou pour le $^{241}\text{Am}$ , $f$ est égal à 1.

## 5 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 coprécipitation, après séparation chimique et purification des isotopes d'actinides présents dans la prise d'essai.<sup>[1][2][3][4]</sup>

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



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 recherchés.

Le rendement total de chaque analyse (produit du rendement de séparation chimique et du rendement de détection) est déterminé par ajout d'une solution étalon de traceur : le  $^{236}\text{Pu}$  peut être utilisé pour les isotopes de plutonium et le  $^{237}\text{Np}$ , 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 à l'aide d'une solution étalon et/ou une participation à des essais comparatifs interlaboratoires.

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 à l'aide d'une solution étalon et/ou une participation à des essais comparatifs interlaboratoires.

NOTE Le  $^{235}\text{Np}$ , le  $^{236}\text{Np}$ , le  $^{238}\text{Np}$  et le  $^{239}\text{Np}$  peuvent être utilisés comme traceurs de rendement pour le  $^{237}\text{Np}$  (si disponible) et le  $^{244}\text{Cm}$  comme traceur de rendement pour les autres isotopes de Cm, mais la méthode d'essai de la présente Norme internationale ne couvre pas ces méthodes.

(standards.iteh.ai)

## 6 Réactifs chimiques et matériel

ISO 13167:2015

### 6.1 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.

### 6.2 Matériel

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, les équipements suivants.

**6.2.1 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 un détecteur de silicium à implantation ionique. Cette interaction fait varier instantanément la conductivité du silicium, proportionnellement à l'énergie de la particule alpha entrante. Si le spectre doit présenter une résolution satisfaisante, il convient que le système de détection soit maintenu à une pression inférieure à 10 Pa. La résolution peut encore être améliorée en augmentant la distance entre la source et le détecteur.

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

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

En outre, le matériel utilisé pour la séparation chimique est décrit aux [Annexes A et B](#), et l'équipement nécessaire à la préparation de la source déposée est décrit aux [Annexes C et D](#).

## 7 Mode opératoire

### 7.1 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.

### 7.2 Étape de concentration et cycle de valence

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

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 de fer permet une coprécipitation à l'hydroxyde ferrique, par exemple,  $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$  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 les étapes 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  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ , de  $\text{NaHSO}_3$  ou de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , puis une étape d'oxydation est réalisée avec du  $\text{NaNO}_2$  ou du  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

### 7.3 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<sup>[6]</sup> ou par résines d'extraction chromatographique.<sup>[7],[8]</sup>

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 d'extraction chromatographique spécifique, uniquement pour la purification de la phase d'américium.

### 7.4 Préparation de la source à mesurer

#### 7.4.1 Généralités

La source peut être préparée par électrodéposition sur une coupelle, un disque en acier inoxydable ([7.4.2](#)), ou par coprécipitation ([7.4.3](#)).

#### 7.4.2 Méthode par électrodéposition

L'électrodéposition des actinides est réalisée après la séparation chimique des éléments interférents. Elle permet le dépôt électrochimique des actinides 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 certains cations métalliques stables sont susceptibles de former des hydroxydes insolubles, qui peuvent se déposer en même temps que les actinides.

### 7.4.3 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 de fluorure de cérium ou de lanthane 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](#).

### 7.5 Détermination du bruit de fond

Mesurer le bruit de fond à l'aide d'un échantillon à blanc préparé selon la méthode choisie (par exemple, avec 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.

### 7.6 Détermination de l'efficacité du comptage

L'efficacité du comptage est estimée à partir du mesurage de la source d'étalonnage. Cette valeur est nécessaire pour déterminer le rendement chimique.

### 7.7 Mesurage

L'activité volumique des actinides est calculée d'après le comptage de la source d'échantillon pour une durée de comptage 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.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul de l'activité volumique

L'activité volumique des actinides est calculée en intégrant le nombre d'impulsions dans les pics correspondant au traceur et aux isotopes à mesurer. Les résultats de ces intégrations, divisés par la durée de comptage, donnent le taux de comptage brut,  $r_{gT}$  et  $r_g$ , pour le traceur et les isotopes d'actinides, respectivement.

$r_{gT}$  et  $r_g$  sont corrigés de la contribution du bruit de fond et, si nécessaire, de la contribution de la traîne des pics d'énergie les plus élevés, qui dépend des caractéristiques du détecteur.

Les taux de comptage de bruit de fond sont calculés à partir du spectre d'émission alpha d'un échantillon à blanc et par intégration du nombre d'impulsions dans les régions d'intérêt (ROI) où des pics apparaissent dans le spectre de l'échantillon. Les résultats de ces intégrations, divisés par la durée de comptage, donnent le taux de comptage de bruit de fond,  $r_{0t}$  et  $r_0$ , pour le traceur et les isotopes d'actinides, respectivement.

L'échantillon à blanc est obtenu et mesuré selon la procédure en vigueur dans le laboratoire, avec un traceur (pour la qualification de la méthode d'essai) ou sans traceur (pour la quantification du bruit de fond).