
**Qualité de l'eau — Isotopes de
l'uranium — Méthode d'essai par
spectrométrie alpha**

*Water quality — Uranium isotopes — Test method using alpha-
spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13166:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2d06c/iso-13166-2014)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-
7cccd3c2d06c/iso-13166-2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2d06c/iso-13166-2014)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13166:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2d06c/iso-13166-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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
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 chimiques et matériel	3
5.1 Généralités.....	3
5.2 Réactifs chimiques.....	3
5.3 Matériel.....	4
6 Échantillonnage et échantillons	4
6.1 Échantillonnage.....	4
6.2 Conservation des échantillons.....	4
7 Séparation et mesurage	5
7.1 Étapes chimiques.....	5
7.2 Mesurage.....	5
8 Expression des résultats	6
8.1 Exploitation du spectre.....	6
8.2 Calcul de l'activité volumique.....	6
8.3 Incertitude-type.....	6
8.4 Seuil de décision.....	7
8.5 Limite de détection.....	7
9 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Séparation chimique de l'uranium	9
Annexe B (informative) Préparation de la source par électrodéposition	13
Annexe C (informative) Préparation de la source par co-précipitation	16
Annexe D (informative) Occurrence des isotopes de l'uranium	18
Bibliographie	19

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, 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/CEI, Partie 2 (voir 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).

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.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Méthodes radiologiques*.

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 ils 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 lignes directrices 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).

L'existence d'une Norme internationale décrivant une méthode d'essai concernant l'activité volumique des isotopes de l'uranium dans les échantillons d'eau est justifiée pour les laboratoires d'essais réalisant ces mesures et qui sont parfois tenus d'obtenir une accréditation spécifique de la part d'autorités nationales pour la réalisation de mesures concernant les radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

L'activité volumique de l'uranium peut varier selon les caractéristiques géologiques et climatiques locales ([Annexe D](#)). La limite indicative concernant l'uranium 238 et l'uranium 234 dans l'eau potable, conformément aux recommandations de l'OMS, est respectivement de 10 et 1 Bq · l⁻¹. La limite indicative provisoire concernant la concentration en uranium dans l'eau potable est de 30 µg · l⁻¹, en se basant sur sa toxicité chimique, qui est prédominante par rapport à sa toxicité radiologique.

NOTE La limite indicative correspond à l'activité volumique (arrondie à l'ordre de grandeur le plus proche) avec incorporation de 2 l · j⁻¹ (litres par jour) d'eau potable pendant 1 an, aboutissant à une dose effective de 0,1 mSv an⁻¹ 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 13166:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7ccd3c2d06c/iso-13166-2014>

Qualité de l'eau — Isotopes de l'uranium — Méthode d'essai par spectrométrie alpha

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs du présent document sont en général familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. Le présent document n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Les essais menés conformément au présent document doivent impérativement être réalisés par du personnel compétent et dûment formé.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les conditions relatives à la détermination de l'activité volumique des isotopes de l'uranium dans des échantillons d'eau environnementale (y compris les eaux de mer) par spectrométrie alpha en utilisant ^{232}U comme traceur. Une séparation chimique est nécessaire pour séparer et purifier l'uranium de la prise d'essai.

Les isotopes du plutonium peuvent interférer, s'ils sont présents, à des niveaux d'activité détectables dans l'échantillon.

Pour le mesurage d'une prise d'essai d'environ 500 ml, la limite de détection est d'environ $5 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$ pour une durée de comptage de l'ordre de 200 000 s.

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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

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

3 Termes, définitions et symboles

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

Tableau 1 — Symboles et définitions

Symbole	Définition
A	activité du traceur ^{232}U ajouté, en becquerels, à la date du mesurage
c_A	activité volumique de ^{238}U ou ^{235}U ou ^{234}U , 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
R	rendement total du mesurage
r_0, r_{0T}	taux de comptage du bruit de fond par seconde dans les régions d'intérêt respectives (ROI) des analytes de l'uranium et du traceur du spectre de l'échantillon à blanc
R_c	rendement chimique
r_g, r_{gT}	taux de comptage brut par seconde dans les régions d'intérêt respectives (ROI) des analytes de l'uranium et du traceur du spectre de la prise d'essai
t_0	durée de comptage du bruit de fond, en secondes
t_g	durée de comptage de la prise d'essai, en secondes
U	incertitude élargie, calculée par $U = k u(c_A)$ avec $k = 1, 2 \dots$, en becquerels par litre
$u(c_A)$	incertitude-type associée au résultat de mesure, en becquerels par litre
V	volume de la prise d'essai, en litres
ε	rendement de comptage

4 Principe

ISO 13166:2014

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7c9cd3c2d06c/23213166-2014)

La prise d'essai est mélangée à une aliquote de traceur ^{232}U , puis mis à l'équilibre avant l'analyse. Après un cycle de valence pour ajuster les états d'oxydation, la purification chimique de l'uranium est obtenue par une étape de concentration (par exemple une précipitation) suivie d'une étape de séparation spécifique (par exemple par chromatographie d'échange d'ions).

Le thorium 230, ^{226}Ra et ^{228}Th peuvent être présents dans l'eau et interférer avec le comptage des isotopes de l'uranium si aucune séparation chimique n'a été effectuée pour éliminer ces radionucléides de la prise d'essai.

La source mince mesurée est préparée par électrodeposition ou co-précipitation et mesurée par spectrométrie alpha à l'aide d'un appareillage de type chambre à grille ou semi-conducteur. Les mesurages reposent sur l'interaction des particules alpha avec le milieu de détection. Cette interaction génère une charge qui est amplifiée et transmise sous forme d'une impulsion de tension proportionnelle à l'énergie déposée de la particule alpha entrante.

L'impulsion électrique provenant du détecteur est analysée par des systèmes électroniques. Le logiciel d'analyse de données produit un spectre montrant le nombre d'impulsions (coups) enregistrés dans chaque intervalle d'énergie.

L'analyse des taux de comptage dans les fenêtres d'énergie alpha des isotopes de l'uranium permet de déterminer l'activité volumique de la prise d'essai pour l'uranium 238, l'uranium 235 et l'uranium 234, après prise en compte des corrections liées au taux de comptage de l'essai à blanc, au volume de la prise d'essai et au rendement total du mesurage (rendement chimique et rendement de détection).

Le rendement chimique et le rendement de détection ne sont pas nécessairement déterminés séparément, mais sont déterminés ensemble en mesurant le rendement total du mesurage à partir du taux de comptage net de ^{232}U , ajouté comme traceur.

Pour quantifier toute interférence potentielle due aux réactifs, un échantillon à blanc est préparé de la même manière que la prise d'essai. Cet échantillon à blanc est préparé en utilisant une eau de laboratoire de référence.

Aux fins du contrôle de la qualité, pour quantifier les impuretés potentielles dans la solution de traceur, un autre échantillon à blanc doit être préparé en ajoutant le traceur.

Les caractéristiques radioactives des principaux isotopes de l'uranium sont données dans le [Tableau 2](#) (Références [7][8]).

Tableau 2

Isotope de l'uranium	Période années	Énergie d'émission principale keV	Intensité %
232	70,6 ($\pm 1,1$)	5 263,48	30,6
		5 320,24	69,1
233	$159,1 (\pm 0,2) \times 10^3$	4 783,5	13,2
		4 824,2	84,3
234	$2,455 (\pm 0,006) \times 10^5$	4 722,4	28,42
		4 774,6	71,37
235	$704 (\pm 1) \times 10^6$	4 366,1	18,8
		4 397,8	57,19
		4 414,9	3,01
236	$23,43 (\pm 0,06) \times 10^6$	4 445	26,1
		4 494	73,8
238	$4,468 (\pm 0,005) \times 10^9$	4 151	22,33
		4 198	77,54

Avec une résolution spectrale (FWHM, largeur totale à mi-hauteur du maximum) d'environ 20 keV dans les cas les plus favorables, la spectrométrie alpha peut difficilement faire la distinction entre ^{233}U et ^{234}U , ou entre ^{235}U et ^{236}U , en raison de la similitude de leurs énergies d'émission respectives; toutefois, ^{233}U et ^{236}U ne sont généralement pas présents dans les échantillons prélevés dans l'environnement.

5 Réactifs chimiques et matériel

5.1 Généralités

Les réactifs chimiques et le matériel utilisés pour le traitement chimique et la préparation de la source sont décrits dans les [Annexes A à C](#), qui proposent diverses alternatives. Lorsqu'il existe plusieurs possibilités, au moins une d'entre elles doit être utilisée.

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.2 Réactifs chimiques

5.2.1 Eau de laboratoire, utilisée comme blanc, aussi exempte que possible d'impuretés chimiques ou radioactives (telles que des isotopes de l'uranium) et conforme à l'ISO 3696, qualité 3.

L'eau de pluie, récente, est un exemple d'eau présentant une très faible activité volumique d'uranium. L'activité volumique de l'uranium de cette eau peut être évaluée en même temps que les interférences dues aux réactifs ou en utilisant un autre type de mesurage de précision, par exemple l'ionisation thermique ou la spectrométrie de masse avec plasma couplé par induction.

5.2.2 Solution de traceur uranium 232, utilisée pour déterminer le rendement total. Elle peut également être utilisée pour calculer le rendement chimique. La solution est préparée par dilution d'un étalon approprié pouvant être relié à des étalons nationaux et internationaux. La solution de traceur doit être homogène et stable.

Il convient de calculer la concentration de la solution de traceur de manière à pouvoir ajouter une faible quantité de cette solution pour atteindre la plage d'activité de la prise d'essai. Par exemple, l'activité massique de la solution de traceur pourrait être comprise entre $0,05 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$ et $1 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$.

Il est recommandé de vérifier l'activité et la pureté de la dilution de solution de traceur avant usage et à intervalles réguliers après sa préparation. Cette vérification peut être effectuée, par exemple, par comptage par scintillation liquide, mais il est nécessaire de tenir compte de la re-croissance des descendants du radionucléide. Réaliser une analyse à blanc avec le traceur est l'une des méthodes possibles pour détecter la présence d'analyte isotope de l'uranium dans le traceur.

Le thorium 228 peut être présent dans la solution de traceur ^{232}U et a une énergie très proche de celle de son parent ^{232}U . Par conséquent, une séparation de Th et U est requise (Références [11][12]) pour réduire au minimum l'interférence de ^{228}Th afin de ne pas surestimer le rendement de comptage de ^{232}U (voir Article 4).

5.3 Matériel

Matériel courant de laboratoire et en particulier les éléments suivants:

5.3.1 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 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 1 Pa. La résolution peut encore être améliorée en augmentant la distance entre la source et le détecteur.

5.3.2 Pipette, adaptée au transfert exact de solution de traceur uranium 232 (par exemple, 100 μl) avec une précision totale de $\pm 1 \%$.

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

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillonnage

Les conditions d'échantillonnage doivent être conformes à l'ISO 5667-1.

Filtrer l'échantillon pour éliminer les solides, puis l'acidifier à un $\text{pH} < 2$ avec de l'acide nitrique ou de l'acide chlorhydrique le plus tôt possible après l'échantillonnage et avant l'analyse, comme spécifié dans l'ISO 5667-3. Une acidification avant filtration peut provoquer un lessivage de l'uranium des éléments solides de l'échantillon.

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 Conservation des échantillons

Si nécessaire, l'échantillon doit être conservé conformément à l'ISO 5667-3.

7 Séparation et mesurage

7.1 Étapes chimiques

Les stratégies proposées en matière de séparation et de préparation de la source sont décrites respectivement dans les [Annexes A, B et C](#).

7.2 Mesurage

7.2.1 Contrôle de la qualité

Les sources de contrôle de la qualité du matériel doivent être mesurées afin de vérifier que le matériel de mesure fonctionne dans les limites convenues.

Une source mince de $^{239/240}\text{Pu}$ (d'autres émetteurs alpha tels que ^{230}Th , ^{239}Pu , ^{244}Cm , et ^{241}Am sont également possibles) peut être utilisée pour vérifier l'étalonnage énergétique et la résolution (les émissions alpha se situent dans la région d'énergie de 5,10 MeV à 5,20 MeV), et il n'y aura pas de décroissance notable pendant la durée de vie utile de la source.

7.2.2 Rendement chimique

Le rendement chimique peut être considéré comme un paramètre de contrôle de la qualité. En général, le rendement chimique obtenu est de l'ordre de 90 %. Pour de très faibles rendements chimiques, le laboratoire peut décider de recommencer l'analyse de l'échantillon.

Le rendement chimique R_c du processus peut être calculé à l'aide de la Formule (1):

$$R_c = \frac{R}{\varepsilon} \quad (1)$$

Le rendement total R est le produit du rendement chimique et du rendement de comptage ε .

Le rendement total, R , est calculé à partir du spectre de l'échantillon à l'aide de la Formule (2):

$$R = \frac{(r_{gT} - r_{0T})}{A} \quad (2)$$

7.2.3 Bruit de fond

Le taux de comptage du bruit de fond de chaque détecteur est déterminé avec un support de source vide; cette opération doit durer au moins aussi longtemps que le comptage d'un échantillon.

Il peut être démontré que la durée optimale pour le mesurage du bruit de fond est égale à celle nécessaire pour mesurer des sources de très faible activité.

La valeur obtenue lors de l'analyse de l'échantillon à blanc (c'est-à-dire l'analyse effectuée avec une eau de laboratoire ne contenant pas d'isotope de l'uranium détectable sans ajouter de traceur) doit être comparée à la totalité des valeurs de bruit de fond obtenues à partir du même détecteur.

Cette valeur peut être comparable à la valeur du bruit de fond mesurée avec un support de source vide dans les régions d'énergie des isotopes de l'uranium et du traceur s'il n'y a aucune contamination par les réactifs ou le matériel de laboratoire.

r_0 est la valeur du blanc ou peut être la valeur du bruit de fond du détecteur, si elles sont similaires.