



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 13166-1

ISO/TC 147/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote
2012-10-22

Vote clos le
2013-01-22

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Qualité de l'eau — Uranium isotopes —

Partie 1: Méthode d'essai par spectrométrie alpha

Water quality — Uranium isotopes —

Part 1: Test method using alpha spectrometry

ICS 13.060.60; 13.280

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2-d06c/iso-13166-2014>

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2-d06c/iso-13166-2014>

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
Web 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	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et symboles	2
4 Principe	3
5 Réactifs chimiques et matériel	4
5.1 Généralités	4
5.2 Réactifs chimiques	4
5.3 Matériel	5
6 Échantillonnage et échantillons	5
6.1 Échantillonnage	5
6.2 Conservation des échantillons	5
7 Séparation et mesurage	6
7.1 Étapes chimiques	6
7.2 Mesurage	6
8 Expression des résultats	7
8.1 Exploitation du spectre	7
8.2 Calcul de l'activité volumique	7
8.3 Incertitude-type	7
8.4 Seuil de décision	8
8.5 Limite de détection	8
9 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Séparation chimique de l'uranium	10
Annexe B (informative) Préparation de la source par électrodéposition	13
Annexe C (informative) Préparation de la source par co-précipitation	16
Bibliographie	18

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'ISO 13166-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

L'ISO 13166 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Isotopes de l'uranium*:

— *Partie 1: Méthode d'essai par spectrométrie alpha*

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13166-1/iso-13166-2014>
38b3-4132-baaf-7cccd3c2-d06c/iso-13166-2014

Introduction

L'uranium est répandu dans la nature et se trouve dans les roches granitiques et divers autres dépôts minéraux.

L'uranium est principalement utilisé comme combustible dans les centrales nucléaires.

L'uranium présent dans les eaux environnementales provient du lessivage des dépôts naturels, des rejets de l'industrie minière, des émissions des industries du cycle nucléaire, de la combustion du charbon et d'autres combustibles et de l'utilisation des engrais phosphatés.

Sa concentration dans la croûte terrestre varie de $0,3 \mu\text{g.g}^{-1}$ à $12 \mu\text{g.g}^{-1}$ [1]. Dans les eaux de surface, les eaux souterraines et les eaux océaniques, les niveaux varient de moins de $1 \mu\text{g.l}^{-1}$ à plus de $10 \mu\text{g.l}^{-1}$ [2].

L'uranium présente un risque chimique [3].

Tous les isotopes de l'uranium sont radioactifs et l'uranium a trois isotopes naturels [4] [5] :

Isotope de l'uranium	Abondance massique	Rapport isotopique (activités)	
^{234}U	$0,00005363 \pm 0,00000016$	$^{238}\text{U}/^{234}\text{U}$	1
^{235}U	$0,007204 \pm 0,000006$	$^{238}\text{U}/^{235}\text{U}$	21
^{238}U	$0,992742 \pm 0,000010$		

Des rapports isotopiques différents de ceux mentionnés ci-dessus sont fréquemment observés dans l'eau [6] [7].

D'autres isotopes de l'uranium, tels que l'uranium 232, l'uranium 233 et l'uranium 236, existent également. L'uranium 232 est utilisé comme traceur. L'uranium 233 et l'uranium 236 ne sont normalement pas présents dans les échantillons prélevés dans l'environnement.

Les données nucléaires peuvent être utilisées pour convertir les concentrations d'isotopes de l'uranium (en g.l^{-1} par exemple) en activités volumiques des isotopes de l'uranium (en Bq.l^{-1}) et inversement [4] :

Isotope de l'uranium	Période (années)	Activité massique (Bq.g^{-1})
^{234}U	$2,455 (\pm 0,006) \times 10^5$	$2,312 \times 10^8$
^{235}U	$704 (\pm 1) \times 10^6$	$7,997 \times 10^4$
^{238}U	$4,468 (\pm 0,005) \times 10^9$	$1,244 \times 10^4$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2-d06c/iso-13166-2014>

Qualité de l'eau — Isotopes de l'uranium — Partie 1: Méthode d'essai par spectrométrie alpha

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. L'utilisateur a la responsabilité d'établir des pratiques de sécurité et d'hygiène appropriées et de s'assurer de leur conformité aux réglementations nationales existantes.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément à la présente norme soient effectués par du personnel ayant suivi une formation appropriée.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit 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 α en utilisant ^{232}U comme traceur. Une séparation chimique doit être réalisée 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 de 500 ml environ, la limite de détection est de $\sim 5 \text{ mBq.l}^{-1}$ 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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: Lignes directrices pour la conservation et la 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/CEI Guide 98-3, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM)*

3 Termes, définitions et symboles

Pour les besoins du présent document, les définitions, symboles et abréviations définis dans l'ISO 31-9 et l'ISO 11929 ainsi que les suivants s'appliquent.

Paramètre	Description
E_α	Énergie d'une particule α émise
V	Volume de la prise d'essai, en litres
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
t_0	Durée de comptage du bruit de fond, en secondes
t_g	Durée de comptage de la prise d'essai, en secondes
r_g, r_{gT}	Taux de comptage brut par seconde de l'uranium mesuré et du traceur, respectivement
r_0, r_{0T}	Taux de comptage du bruit de fond par seconde de l'uranium mesuré et du traceur, respectivement
R	Rendement total du mesurage
R_c	Rendement chimique
ε	Rendement de détection
$u(c_A)$	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
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

4 Principe

L'échantillon à doser est mélangé 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 (une précipitation par exemple) suivie d'une étape de séparation spécifique (par chromatographie d'échange d'ions par exemple).

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

La source mince mesurée est préparée par électrodéposition ou co-précipitation et dosée 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 α entrante.

L'impulsion électrique provenant du détecteur est analysée par des systèmes électroniques et le logiciel d'analyse de données pour produire 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.

Pour quantifier les impuretés potentielles dans la solution de traceur, un autre échantillon à blanc est préparé en ajoutant le traceur.

Les caractéristiques radioactives des principaux isotopes de l'uranium sont [4] [5] :

Isotope de l'uranium	Période (années)	Énergie (keV) et intensité (%) d'émission principale
232	70,6 ($\pm 1,1$)	5263,48 ; 30,6 5320,24 ; 69,1
233	159,1 ($\pm 0,2$)	4783,5 ; 13,2 4824,2 ; 84,3
234	$2,455 (\pm 0,006) \times 10^5$	4722,4 ; 28,42 4774,6 ; 71,37
235	$704 (\pm 1) \times 10^6$	4366,1 ; 18,8 4397,8 ; 57,19 4414,9 ; 3,01
236	$2343 (\pm 006) \times 10^6$	4445 ; 26,1 4494 ; 73,8
238	$4,468 (\pm 0.005) \times 10^9$	4151 ; 22,33 4198 ; 77,54

Avec une résolution spectrale d'une largeur totale à mi-hauteur supérieure à 20 keV, 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, car il existe différentes possibilités de les réaliser. Certains doivent être utilisés, quelle que soit l'option retenue.

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.2 Réactifs chimiques

5.2.1 Eau de laboratoire

L'eau de laboratoire, utilisée comme blanc, doit être aussi exempte que possible d'impuretés chimiques ou radioactives (telles que des isotopes de l'uranium) et être de qualité 3 selon l'ISO 3696.

Par exemple, il est possible d'obtenir de l'eau ayant une activité volumique d'uranium très faible dans l'eau de pluie fraîche. 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 tel que l'ionisation thermique ou la spectrométrie de masse avec plasma couplé par induction, par exemple.

5.2.2 Solution de traceur uranium 232

Une solution de traceur ^{232}U doit être utilisée pour déterminer le rendement total. Elle peut également être utilisée pour calculer le rendement chimique. La solution doit être 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 $0,05 \text{ Bq.g}^{-1}$ et 1 Bq.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 en milieu liquide, mais il est nécessaire de tenir compte de la descendance du radionucléide. Réaliser une analyse à blanc avec le traceur est l'une des méthodes possibles pour détecter la présence d'analyte à l'état de trace dans le traceur.

²²⁸Th 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 bonne séparation de Th et U est requise pour réduire au minimum l'interférence de ²²⁸Th afin de ne pas surestimer le rendement de comptage de ^{232}U .