# NORME ISO INTERNATIONALE 23655-1

Première édition 2022-09

# Qualité de l'eau — Nickel 59 et Nickel 63 —

Partie 1: **Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide** 

Water quality — Nickel-59 and nickel-63 —
Part 1: Test method using liquid scintillation counting

18O 23655-1:2022 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b32a6b9-a9d5-443e-babf e87a4c18b508/iso-23655-1-2022



# iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 23655-1:2022 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b32a6b9-a9d5-443e-babf



# DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8 CH-1214 Vernier, Genève Tél.: +41 22 749 01 11 E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire		Page
Avaı	ant-propos	iv
Intr	roduction	v
1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	
3	Termes et définitions	
4	Symboles généraux et symboles spécifiques du nickel 59 et du nic	
5	Principe	
6	Réactifs	
U	6.1 Solutions étalons	
	6.1.1 Étalons de <sup>59</sup> Ni et <sup>63</sup> Ni	5
	6.1.2 Étalons de nickel stable	
	6.2 Agent de quenching chimique	
	6.4 Entraîneur de rétention	
	6.5 Eau	
	6.6 Réactifs spécifiques pour la séparation chimique	
7	Équipement	
7	7.1 Équipement de laboratoire pour évaporation directe	<b>1</b> 7 6
	<ul> <li>7.1 Équipement de laboratoire pour évaporation directe</li> <li>7.2 Flacons de scintillation liquide</li> </ul>	<u>V</u> 6
	7.3 Équipement de mesure: compteur à scintillations en milieu liqu	ide6
8	Échantillonnage (Stantuarus.Item.al)	7
9	Mise en place et étalonnage des scintillations en milieu liquide	7
-	9.1 Définition de la fenêtre	
	9.2 httl Bruit de fond. teh.ai/catalog/standards/sist/2b32a6b9-a9d5-443	
	9.3 Étalonnage <u>687a4c.18b508/iso-23655-1-2022</u>	
<b>10</b>	Mode opératoire	
	10.1 Préliminaire	
	10.1.1 Teneur en nickel stable	
	10.1.2 Séparation du fer et du nickel	
4.4		
11	Contrôle de la qualité	
12	Expression des résultats	
	12.1 Mesurages du <sup>59</sup> Ni	
	12.1.1 Rendement en nickel	
	12.2 Mesurages du <sup>63</sup> Ni	
	12.3 Incertitudes et limites caractéristiques	
	12.3.1 Rendement en nickel	11
	12.3.2 Mesurages du <sup>59</sup> Ni	
	12.3.3 Mesurages du <sup>63</sup> Ni	
	12.4 Limites des intervalles élargis	
	12.4.2 Intervalle élargi le plus court	
13	Rapport d'essai	
	nexe A (normative) Séparation et purification du nickel	
BIDE	oliographie	20

# **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 <a href="www.iso.org/directives">www.iso.org/directives</a>).

L'attention est attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: <a href="https://www.iso.org/iso/fr/avant-propos">www.iso.org/iso/fr/avant-propos</a>.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 23655 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse <a href="https://www.iso.org/fr/members.html">www.iso.org/fr/members.html</a>.

# Introduction

La radioactivité provenant de diverses sources naturelles et anthropogènes est présente partout dans l'environnement. Par conséquent, les masses d'eau (par exemple, eaux de surface, eaux souterraines, eaux de mer) peuvent contenir des radionucléides d'origine naturelle ou artificielle (c'est-à-dire engendrée par l'homme), ou les deux:

- les radionucléides naturels, dont le <sup>40</sup>K, le <sup>3</sup>H, le <sup>14</sup>C et ceux issus des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le <sup>226</sup>Ra, le <sup>228</sup>Ra, le <sup>234</sup>U, le <sup>238</sup>U, le <sup>210</sup>Po et le <sup>210</sup>Pb, peuvent se trouver dans l'eau pour des raisons naturelles (par exemple, désorption du 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 engendrés par l'activité humaine, tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), le <sup>3</sup>H, le <sup>14</sup>C, le <sup>90</sup>Sr et certains radionucléides émetteurs gamma peuvent également être présents dans les eaux naturelles. De petites quantités de ces radionucléides sont déversées dans l'environnement par les installations concernant le cycle du combustible nucléaire en conséquence de leur libération périodique autorisée. Certains de ces radionucléides utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles sont également libérés dans l'environnement après usage. Les radionucléides anthropogènes peuvent également se trouver dans les eaux du fait de contaminations par retombées d'éléments radioactifs rejetés dans l'atmosphère lors de l'explosion de dispositifs nucléaires ou lors d'accidents nucléaires, tels que ceux de Tchernobyl et de Fukushima.

L'activité volumique des radionucléides dans les masses d'eau est variable en fonction des caractéristiques géologiques et des conditions climatiques locales, et peut être renforcée localement et dans le temps par les rejets d'installations nucléaires dans des situations d'exposition planifiée, d'exposition d'urgence et d'exposition existante<sup>[1]</sup>. L'eau potable peut alors contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique représentant potentiellement un risque sanitaire pour l'homme.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont habituellement contrôlés avant d'être déversés dans l'environnement<sup>[2]</sup> et les masses d'eau. La radioactivité des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la Santé (OMS)<sup>[3]</sup>, de manière que des actions appropriées puissent être conduites pour garantir l'absence d'effets indésirables sur la santé du public. Conformément à ces recommandations internationales, les législations nationales spécifient généralement des limites de concentration en radionucléides autorisées pour les effluents liquides déversés dans l'environnement ainsi que des limites indicatives concernant les teneurs en radionucléides dans les masses d'eau et les eaux potables dans les situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence. La conformité à ces limites peut être évaluée à partir des résultats de mesure et des incertitudes qui y sont associées, comme spécifié par le Guide ISO/IEC 98-3<sup>[4]</sup> et l'ISO 5667-20<sup>[5]</sup>.

Selon la situation d'exposition, différentes limites et limites indicatives (LIs) entraîneront une action pour réduire le risque sanitaire. À titre d'exemple, durant une situation planifiée ou existante, les LIs de l'OMS pour l'eau potable sont de  $1\,000\,\mathrm{Bg}\,\mathrm{l}^{-1}$  pour l'activité volumique du Ni.

NOTE 1 La limite indicative correspond à l'activité volumique pour une consommation de  $2 \cdot l \cdot d^{-1}$  d'eau potable pendant un an, aboutissant à une dose effective de  $0,1 \text{ mSv} \cdot a^{-1}$  pour un individu moyen. Cette dose effective présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraı̂ner d'effets indésirables pour la santé détectables [3]

En situation d'urgence nucléaire, les LIs du Codex de l'OMS<sup>[6]</sup> indiquent que l'activité volumique ne pourrait pas être supérieure à 10 000 Bg·l<sup>-1</sup> pour Ni.

NOTE 2 Les LIs du Codex s'appliquent aux radionucléides contenus dans des denrées alimentaires destinées à la consommation humaine et faisant l'objet d'un commerce international, qui ont été contaminées à la suite d'une urgence nucléaire ou radiologique. Ces limites indicatives s'appliquent aux aliments après reconstitution ou tels que préparés pour la consommation, c'est-à-dire des aliments non séchés ou concentrés, et sont fondées sur un niveau d'exemption d'intervention de 1 mSv en un an pour un individu moyen (nourrisson et adulte)[6].

#### ISO 23655-1:2022(F)

Ainsi, la méthode d'essai peut être adaptée de façon que les limites caractéristiques, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes garantissent qu'il est possible de vérifier que les résultats d'essai relatifs à l'activité volumique des radionucléides sont inférieurs aux limites indicatives requises par une autorité nationale soit pour des situations existantes/planifiées, soit pour une situation d'urgence<sup>[7],[8]</sup>.

En général, il est possible d'ajuster les méthodes d'essai pour mesurer l'activité volumique du ou des radionucléides, soit dans les eaux usées avant stockage, soit dans les effluents liquides avant qu'ils ne soient déversés dans l'environnement. Les résultats d'essai permettront à l'opérateur de l'usine/ de l'installation de vérifier que les concentrations d'activité radioactive des eaux usées/des effluents liquides ne dépassent pas les limites autorisées, avant que ceux-ci ne soient rejetés.

La ou les méthodes d'essai décrites dans le présent document peuvent être utilisées dans des situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence ainsi que pour les eaux usées et les effluents liquides, avec des modifications spécifiques qui pourraient augmenter l'incertitude globale, la limite de détection et le seuil de décision.

La ou les méthodes d'essai peuvent être utilisées pour des échantillons d'eau après un échantillonnage, une manipulation et une préparation de l'échantillon pour essai adaptés (voir la partie pertinente de la série de normes ISO 5667).

Le présent document a été élaboré pour répondre aux besoins des laboratoires d'essai effectuant ces mesurages, parfois requis par les autorités nationales, car les laboratoires peuvent être dans l'obligation d'obtenir une accréditation spécifique pour le mesurage de radionucléides dans des échantillons d'eau potable.

Le présent document fait partie d'un ensemble de Normes internationales relatives aux méthodes d'essai qui traitent du mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans des échantillons d'eau.

standards.iteh.ai)

ISO 23655-1:2022 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b32a6b9-a9d5-443e-babf-e87a4c18b508/iso-23655-1-2022

# Qualité de l'eau — Nickel 59 et Nickel 63 —

# Partie 1:

# Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient effectués par du personnel qualifié.

# 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la détermination de l'activité volumique du nickel-59 et du nickel-63 ( $^{59}$ Ni et  $^{63}$ Ni) dans des échantillons de tous types d'eau, par comptage des scintillations en milieu liquide. Avec les compteurs à scintillations en milieu liquide actuellement disponibles, cette méthode d'essai peut mesurer des activités volumiques de 50 mBq·l<sup>-1</sup> pour le  $^{59}$ Ni et des activités volumiques de 20 mBq·l<sup>-1</sup> pour le  $^{63}$ Ni, avec une durée de comptage de 200 min et un volume d'échantillon de 1,5 l.

NOTE Ces indicateurs de performance dépendent entièrement des régimes de mesure de chaque laboratoire; plus particulièrement, les limites de détection du <sup>59</sup>Ni sont totalement dépendantes des niveaux de <sup>63</sup>Ni susceptibles d'être présents.

Le domaine d'application de la méthode dépend de la quantité de matière dissoute dans l'eau et des caractéristiques de performance de l'équipement de mesure (taux de comptage du bruit de fond et rendement de détection).

Il incombe au laboratoire de s'assurer de la pertinence de la présente méthode d'essai pour les échantillons d'eau soumis à essai.

#### 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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: Recommandations relatives à 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/IEC 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 et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <a href="https://www.iso.org/obp">https://www.iso.org/obp</a>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <a href="https://www.electropedia.org/">https://www.electropedia.org/</a>.

# 4 Symboles généraux et symboles spécifiques du nickel 59 et du nickel 63

Le <u>Tableau 1</u> présente les symboles généraux et le <u>Tableau 2</u> les symboles spécifiques du <sup>59</sup>Ni et du <sup>63</sup>Ni utilisés dans le présent document.

Tableau 1 — Symboles généraux et unités

Symbole	Description	Unité
$c_A$	Activité volumique du mesurande	Bq·l <sup>-1</sup>
$c_A^*$	Seuil de décision, exprimé en activité volumique	Bq∙l <sup>-1</sup>
$c_A^{\#}$	Limite de détection, exprimée en activité volumique	Bq·l <sup>−1</sup>
c <sub>A</sub>	Limite inférieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	Bq·l <sup>−1</sup>
$c_A^{\triangleright}$	Limite supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	Bq·l⁻¹
$c_A^{<}$	Limite inférieure de l'intervalle élargi le plus court	Bq·l <sup>-1</sup>
$c_A^{>}$	Limite supérieure de l'intervalle élargi le plus court	Bq·l <sup>−1</sup>
Е	Énergie des particules bêta eh.ai/catalog/standards/sist/2b32a6b9-a9d5-443e-babf-	keV
$f(Q_p)$	Fonction empirique liant un paramètre de quenching, $\mathit{Q}_{p}$ , à un rendement de détection, $\varepsilon$	_
$k_{1-\alpha}$	Quantiles de la loi normale centrée réduite pour les probabilités $1-lpha$	_
$k_{1-\beta}$	Quantiles de la loi normale centrée réduite pour les probabilités $1-eta$	_
r <sub>g,A</sub>	Taux de comptage de l'échantillon pour la région d'énergie de 2 keV à 20 keV	s <sup>-1</sup>
$r_{ m g,B}$	Taux de comptage de l'échantillon pour la région d'énergie de 20 keV à 100 keV	s <sup>-1</sup>
$r_{\mathrm{b,A}}$	Taux de comptage de la solution de blanc réactif pour la région d'énergie de 2 keV à 20 keV	s <sup>-1</sup>
$r_{\mathrm{b,B}}$	Taux de comptage de la solution de blanc réactif pour la région d'énergie de 20 keV à 100 keV	s <sup>-1</sup>
$r_{0,A}$	Bruit de fond de détecteur pour la région d'énergie de 2 keV à 20 keV	s <sup>-1</sup>
$r_{0,\mathrm{B}}$	Bruit de fond de détecteur pour la région d'énergie de 20 keV à 100 keV	s <sup>-1</sup>
r <sub>net,A</sub>	Taux de comptage net pour la région d'énergie de 2 keV à 20 keV	s <sup>-1</sup>
$r_{ m net,B}$	Taux de comptage net pour la région d'énergie de 20 keV à 100 keV	s <sup>-1</sup>
$R_{\rm Ni}$	Rendement en nickel	_
$S_E$	Distribution d'énergie pour les particules bêta émises par un radionucléide particulier	_
$t_{\mathrm{s}}$	Durée de comptage normalisée	S
$t_{ m g}$	Durée de comptage de l'échantillon	S
$t_{ m b}$	Durée de comptage du blanc	S
$t_0$	Durée de comptage du bruit de fond	S

# Tableau 1 (suite)

Symbole	Description	Unité
$Q_p$	Paramètre de quenching des scintillations en milieu liquide	_
$u_{R_{ m Ni}}$	Incertitude associée au rendement en nickel	_
$u_{x}$	Incertitude du paramètre «x»	unité de <i>x</i>
$u_y$	Incertitude-type de l'estimation du mesurande	Bq·l⁻¹
$v_{\rm m}$	Paramètre libre de comptage des scintillations en milieu liquide	_
$V_{ m g}$	Volume d'échantillon	l
X	Quantité d'apport générique	
у	Estimation du mesurande, résultat du mesurage primaire du mesurande	Bq·l⁻¹
α	Probabilité d'obtention d'un résultat faux positif	_
β	Probabilité d'obtention d'un résultat faux-négatif	_
ε	Terme générique exprimant le rendement de détection	s <sup>-1</sup> ⋅Bq <sup>-1</sup>
γ	Proportion de données en dehors de l'intervalle élargi du mesurande	
Φ	Fonction de répartition de la loi normale centrée réduite	_
ω	Fonction de répartition de $y$ , où l'incertitude-type de mesure est $u(y)$	_

# Tableau 2 — Symboles et unités spécifiques de l'analyse de $^{59}\mathrm{Ni}$ et $^{63}\mathrm{Ni}$

Symbole	1 C A Description	Unité
$C_{\mathrm{g,Ni}}$	Concentration en masse d'échantillons de nickel stable	g·g <sup>-1</sup>
A <sub>59Ni</sub>	Activité volumique de la solution d'étalonnage du <sup>59</sup> Ni • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	Bq•g⁻¹
A <sub>63Ni</sub>	Activité volumique de la solution d'étalonnage du <sup>63</sup> Ni	Bq•g⁻¹
<i>m</i> <sub>s,59Ni</sub>	Masse de la solution d'étalonnage du <sup>59</sup> Ni utilisée	g
<i>m</i> <sub>s,63Ni</sub>	Masse de la solution d'étalonnage du <sup>63</sup> Ni utilisée	g
<i>r</i> <sub>s,59Ni,A</sub>	Taux de comptage brut de la source de <sup>59</sup> Ni dans la région A	s <sup>-1</sup>
<i>r</i> <sub>s,63Ni,A</sub>	Taux de comptage brut de la source de $^{63}$ Ni dans la région A	s <sup>-1</sup>
<i>r</i> <sub>s,63Ni,B</sub>	Taux de comptage brut de la source de $^{63}$ Ni dans la région B	s <sup>-1</sup>
$arepsilon_{59 m Ni,A}$	Rendement de détection de <sup>59</sup> Ni dans la région A	s <sup>-1</sup> ⋅Bq <sup>-1</sup>
$\varepsilon_{63\mathrm{Ni,A}}$	Rendement de détection de <sup>63</sup> Ni dans la région A	s <sup>-1</sup> ⋅Bq <sup>-1</sup>
$\varepsilon_{63{ m Ni,B}}$	Rendement de détection de <sup>63</sup> Ni dans la région B	s <sup>-1</sup> ⋅Bq <sup>-1</sup>
$C_{\rm c,Ni}$	Concentration en masse d'entraîneur de nickel stable	g·g <sup>-1</sup>
$m_{\rm c,Ni}$	Masse d'entraîneurs de nickel stable	g
$C_{\rm y,Ni}$	Concentration en masse du nickel stable dans la solution obtenue	g·g <sup>-1</sup>
<i>D</i> <sub>63Ni</sub>	Désintégration du $^{63}$ Ni entre l'échantillonnage et le mesurage; $D_{63\text{Ni}} = e^{\left(\frac{\ln 0.5 \cdot t_{\text{d}}}{T_{63\text{Ni}}}\right)}$ Rendement en nickel	_
$R_{\rm Ni}$	Rendement en nickel	_
$t_{ m Ni}$	Durée de comptage de la source	S
$c_{A,59\mathrm{Ni}}$	Activité volumique de <sup>59</sup> Ni dans l'échantillon	Bq·l⁻¹
$\tilde{c}_{A,59\mathrm{Ni}}$	Valeur vraie de l'activité volumique de <sup>59</sup> Ni dans l'échantillon	_
$\tilde{u}_{\tilde{c}A,59\mathrm{Ni}}$	Incertitude-type composée de $  ilde{c}_{A, 59 \mathrm{Ni}} $	_
$c_{A,63\mathrm{Ni}}$	Activité volumique de <sup>63</sup> Ni dans l'échantillon	Bq·l⁻¹
$m_{ m Ni,1}$	Masse de solution récupérée pour la préparation de la source	g

#### Tableau 2 (suite)

Symbole	Description	Unité
$m_{\mathrm{Ni,2}}$	Masse de solution utilisée pour déterminer la teneur en nickel stable de la solution source	g
$m_{\mathrm{Ni,3}}$	Masse de la solution diluée pour la détermination de la teneur en nickel stable	g
$m_{ m Ni,4}$	Masse de solution mesurée	g
$t_{ m d}$	Temps écoulé entre l'échantillonnage et le mesurage	S
<i>T</i> <sub>63Ni</sub>	Demi-vie radioactive du <sup>63</sup> Ni	S
w <sub>59Ni</sub>	Multiplicateur liant le taux de comptage net de $^{59}$ Ni à l'activité volumique mesurée de $^{59}$ Ni, où: $w_{59\mathrm{Ni}} = \frac{m_{\mathrm{Ni},1}}{\varepsilon_{59\mathrm{Ni},\mathrm{A}} . R_{\mathrm{Ni}} . m_{\mathrm{Ni},4} . V_{\mathrm{g}}}$	Bq·l <sup>-1</sup> ·s
w <sub>63Ni</sub>	Multiplicateur liant le taux de comptage net de $^{63}$ Ni à l'activité volumique mesurée de $^{63}$ Ni, où: $w_{63}$ Ni, où: $w$	Bq·l <sup>-1</sup> ·s
χ	Rapport entre le rendement de détection du $^{63}$ Ni dans le chenal A et le rendement de détection si le $^{63}$ Ni dans le chenal B	_
$T(\chi)$	Terme d'incertitude dans le chenal A, découlant du comptage dans le chenal B provenant du $^{63}\mathrm{Ni}$	s <sup>-2</sup>

# 5 Principe

Le <sup>59</sup>Ni est un radionucléide anthropogène ayant une demi-vie de 76 000 années<sup>[9]</sup>, qui se désintègre en <sup>59</sup>Co par capture électronique, avec émission associée de rayonnements X de cobalt (K- et L-), avec des énergies de 6,9 keV et 7,7 keV. Le <sup>59</sup>Ni est généré par capture neutronique de l'isotope stable <sup>58</sup>Ni.

Le <sup>63</sup>Ni est un radionucléide anthropogène ayant une demi-vie de 98,7 années<sup>[10]</sup>, qui se désintègre en <sup>63</sup>Cu par émission de particules bêta avec une énergie bêta maximale de 67,0 keV. Le <sup>63</sup>Ni est généré par capture neutronique de l'isotope stable <sup>62</sup>Ni.

Le nickel naturel fraîchement irradié peut présenter un rapport d'activités <sup>59</sup>Ni/<sup>63</sup>Ni de 0,009, celui-ci passe à 0,01 après 20 ans, à 0,012 après 50 ans et à 0,018 après 100 ans. Toutefois, ces valeurs sont très dépendantes de l'historique d'irradiation et de tout traitement subséquent de la matière faisant l'objet du mesurage.

Les nickels <sup>59</sup>Ni et <sup>63</sup>Ni sont séparés à partir d'une aliquote de la matrice d'échantillon par précipitation, par chromatographie d'extraction ou par chromatographie d'échange d'ions, et leurs activités sont mesurées simultanément par comptage des scintillations en milieu liquide par rapport à des solutions d'étalonnage de <sup>59</sup>Ni et <sup>63</sup>Ni appropriées.

Pour les échantillons à forte activité volumique, une dilution de l'échantillon est nécessaire pour éviter respectivement la saturation de la résine et la saturation du détecteur pendant les étapes de séparation et de comptage.

La matière en suspension est retirée avant l'analyse par filtration à l'aide de filtres de  $0,45~\mu m$ . L'analyse de la fraction insoluble requiert une étape de minéralisation non couverte par ce document.

NOTE Les recommandations générales sur le prétraitement des échantillons sont données dans l'ISO 18589-2[11].

Il est nécessaire de connaître la concentration en nickel stable dans l'échantillon afin de déterminer la masse des entraîneurs de fer et de nickel à ajouter et de calculer le rendement chimique pour la séparation du  $^{59}$ Ni et du  $^{63}$ Ni.

Lorsque les matières en suspension sont importantes, une étape de filtration est requise et les activités de <sup>59</sup>Ni et <sup>63</sup>Ni peuvent également être déterminées dans le dépôt du filtre.

#### 6 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne doivent contenir aucune activité alpha et bêta détectable, à l'exception des solutions étalons radioactives.

#### 6.1 Solutions étalons

#### 6.1.1 Étalons de <sup>59</sup>Ni et <sup>63</sup>Ni

Il convient de prévoir des étalons de <sup>59</sup>Ni et <sup>63</sup>Ni dont la conformité aux étalons de mesure nationaux ou internationaux peut être tracée et qui peuvent être obtenus auprès d'un certain nombre de fournisseurs commerciaux et d'instituts de métrologie nationaux.

#### 6.1.2 Étalons de nickel stable

Les étalons de nickel stable peuvent être obtenus auprès d'un certain nombre de fournisseurs commerciaux à différentes concentrations.

# 6.2 Agent de quenching chimique

Il convient d'utiliser un produit chimique approprié, tel que le nitrométhane, CH<sub>3</sub>NO<sub>2</sub>.

# 6.3 Agent de quenching de couleur

Il convient d'utiliser un produit chimique approprié, tel que la tartrazine, C<sub>16</sub>H<sub>9</sub>N<sub>4</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>9</sub>S<sub>2</sub>.

# 6.4 Entraîneur de rétention

Préparer une solution mélangée d'antimoine, de césium, de calcium, de cérium, de chrome, de cobalt, de fer, de manganèse, de ruthénium, d'argent, de strontium et de zinc, contenant environ 10 mg g<sup>-1</sup> de chaque élément. Il n'est pas nécessaire d'étalonner cette solution.

#### 6.5 Eau

Eau conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

# 6.6 Réactifs spécifiques pour la séparation chimique

## **6.6.1** Solution de citrate d'ammonium, $c_{C6H14N207} = 1 \text{ mol} \cdot l^{-1}$

Dissoudre 22,62 g de citrate d'ammonium ( $C_6H_{14}N_2O_7$ ) dans 80 ml d'eau et diluer à 100 ml avec de l'eau (<u>6.5</u>).

# **6.6.2** Solution de citrate d'ammonium, $c_{C6H14N2O7} = 0.2 \text{ mol·l}^{-1}$

Dissoudre 4,52 g de citrate d'ammonium ( $C_6H_{14}N_2O_7$ ) dans 80 ml d'eau et diluer à 100 ml avec de l'eau (6.5).

## **6.6.3** Solution d'hydroxyde d'ammonium, $c_{NH4OH} = 6 \text{ mol} \cdot l^{-1}$

Diluer 500 ml de solution d'ammoniaque ( $NH_4OH$ ) concentrée à 1 l avec de l'eau (6.5).

#### **6.6.4** Solution de diméthylglyoxime, 1 %, $c_{C4H8N2O2}$ = 0,086 mol·l<sup>-1</sup>

Dissoudre 1 g de diméthylglyoxime ( $C_4H_8N_2O_2$ ) dans 100 ml d'éthanol.