

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
4722-1

ISO/TC 147/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2023-05-02

Vote clos le:
2023-06-27

Qualité de l'eau — Thorium 232 —

Partie 1: Méthode d'essai par spectrométrie alpha

Water quality — Thorium 232 —

Part 1: Test method using alpha spectrometry

ITeH Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 4722-1](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d24a5d01-a65f-4b63-aa92-57da3515fa75/iso-4722-1)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d24a5d01-a65f-4b63-aa92-57da3515fa75/iso-4722-1>

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.

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.



Numéro de référence
ISO/FDIS 4722-1:2023(F)

© ISO 2023

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 4722-1](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d24a5d01-a65f-4b63-aa92-57da3515fa75/iso-4722-1)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d24a5d01-a65f-4b63-aa92-57da3515fa75/iso-4722-1>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et symboles	2
3.1 Termes et définitions	2
3.2 Symboles	2
4 Principe	3
5 Réactifs chimiques et matériel	4
5.1 Généralités	4
5.2 Réactifs chimiques	4
5.3 Matériel	4
6 Échantillonnage et échantillons	5
6.1 Échantillonnage	5
6.2 Conservation des échantillons	5
7 Séparation et mesurage	5
7.1 Étapes chimiques	5
7.2 Mesurage	5
7.2.1 Contrôle qualité	5
7.2.2 Rendement chimique	5
7.2.3 Bruit de fond	6
8 Expression des résultats	6
8.1 Analyse spectrale	6
8.2 Calcul de l'activité volumique	6
8.3 Incertitude-type	7
8.4 Seuil de décision	7
8.5 Limite de détection	8
9 Limites des intervalles élargis	8
9.1 Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	8
9.2 Limites de l'intervalle élargi le plus court	8
10 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Séparation chimique du thorium	10
Annexe B (informative) Préparation de la source par dépôt électrolytique	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 (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).

L'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

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 www.iso.org/avant-propos.

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

Une liste de toutes les parties de la série ISO 4722 peut être consultée 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 www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Les radionucléides sont présents partout dans l'environnement. Dès lors, les masses d'eau (par exemple les eaux de surface, les eaux souterraines, les eaux de mer) contiennent des radionucléides d'origine naturelle ou anthropique:

- les radionucléides naturels, y compris le ^3H , le ^{14}C , le ^{40}K et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le ^{210}Pb , le ^{210}Po , le ^{222}Rn , le ^{226}Ra , le ^{228}Ra , le ^{227}Ac , le ^{231}Pa , l' ^{234}U ou l' ^{238}U peuvent se trouver dans l'eau en raison de processus naturels (par exemple, la désorption par le sol ou le lessivage par les eaux pluviales) ou bien ils peuvent être libérés par des procédés technologiques mettant en œuvre des matières radioactives existant à l'état naturel (par exemple, l'extraction minière, le traitement de sables minéraux, la production de carburant, de gaz ou de charbon, le traitement des eaux et la production et l'utilisation d'engrais phosphatés);
- les radionucléides engendrés par l'activité humaine, tels que le ^{55}Fe , le ^{59}Ni , le ^{63}Ni , le ^{90}Sr , le ^{99}Tc , mais aussi des éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium) et certains radionucléides émetteurs gamma tels que le ^{60}Co et le ^{137}Cs peuvent également être présents dans les eaux naturelles. De petites quantités de ces radionucléides sont rejetées dans l'environnement par les installations du cycle du combustible lors des rejets périodiques autorisés. Les radionucléides dans les effluents liquides font généralement l'objet de contrôles avant d'être rejetés dans l'environnement^[1] et les masses d'eau. Des radionucléides, utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles, sont également libérés dans l'environnement après usage. Les radionucléides d'origine anthropiques sont aussi présents 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 varie 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.^{[2][3]} L'eau potable est alors susceptible de contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique qui pourraient présenter un risque sanitaire. L'Organisation mondiale de la santé (OMS) recommande une surveillance régulière de la radioactivité des eaux potables^[4] et la mise en place d'actions adéquates si besoin est afin de limiter le plus possible le risque pour la santé humaine.

Les législations nationales spécifient généralement les limites autorisées d'activité volumique dans les eaux potables, les masses d'eau et les effluents liquides rejetés dans l'environnement. Ces limites sont susceptibles de varier dans le cas de situations d'exposition planifiée, existante ou d'urgence. À titre d'exemple, lors d'une situation planifiée ou existante, la limite indicative donnée par l'OMS pour le ^{232}Th dans l'eau potable est de $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$, voir la NOTE. La conformité à ces limites peut être évaluée à partir des résultats de mesure d'échantillons d'eau et des incertitudes qui y sont associées, tel que précisé par le Guide 98-3^[5] de l'ISO/IEC et l'ISO 5567-20^[6].

NOTE La limite indicative calculée par la référence ^[4] correspond à l'activité volumique pour une consommation de $2 \text{ l}\cdot\text{d}^{-1}$ d'eau potable pendant un an, aboutissant à une dose effective de $0,1 \text{ mSv}\cdot\text{a}^{-1}$ pour un individu moyen. Cette dose effective présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables et détectables pour la santé^[4].

En situation d'urgence nucléaire, les limites indicatives du Codex de l'OMS^[7] indiquent que l'activité volumique du ^{232}Th ne peut être supérieure à $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour les nourrissons et $10 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour le reste de la population.

Le présent document offre une méthode de détermination du ^{232}Th dans les échantillons d'eau. Cette méthode a été développée pour répondre aux besoins des laboratoires d'essai réalisant ces mesurages.

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

La méthode décrite dans le présent document est applicable à divers types d'eaux (voir [l'Article 1](#)). Il est possible d'apporter des modifications mineures, par exemple au volume d'un échantillon ou à la durée de comptage, afin de s'assurer que la limite caractéristique, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes sont inférieures aux limites requises. Ces modifications peuvent être effectuées dans le cadre d'une situation d'urgence, de limites indicatives nationales inférieures et d'obligations opérationnelles, etc. 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.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 4722-1](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d24a5d01-a65f-4b63-aa92-57da3515fa75/iso-4722-1>

Qualité de l'eau — Thorium 232 —

Partie 1: Méthode d'essai par spectrométrie alpha

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 incombe à l'utilisateur de ce document d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des autres restrictions.

IMPORTANT — Il est essentiel que les essais conduits conformément au présent document soient exécutés par du personnel titulaire d'une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes et les conditions de détermination de l'activité volumique de ^{232}Th dans des échantillons d'eau environnementale (y compris les eaux de mer) et les eaux usées avant leur rejet dans l'environnement, par spectrométrie alpha et en utilisant le ^{229}Th comme traceur de rendement. Une séparation chimique permet de séparer et de purifier le thorium d'une prise d'essai de l'échantillon.

Les principes généraux décrits dans le présent document peuvent s'appliquer à l'analyse d'autres isotopes du thorium émetteurs alpha tels que ^{228}Th et ^{230}Th dans des échantillons aqueux.

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 11929-1, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle élargi) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications — Partie 1: Applications élémentaires*

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, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 11929-1 et 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 <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.2 Symboles

Les symboles utilisés dans le présent document sont répertoriés dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Symboles

Symbole	Description	Unité
A	Activité du traceur ^{229}Th ajouté	Bq
c_A	Activité volumique de ^{232}Th mesurée dans l'échantillon	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
c_A^*	Seuil de décision	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^\#$	Limite de détection	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^<, c_A^>$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^{<}, c_A^{>}$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi le plus court	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
\tilde{c}_A	Valeurs vraies possibles ou présumées du mesurande	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
k_p	Quantiles de la loi normale centrée réduite pour les probabilités p (par exemple, $p = 1-\alpha$, $p = 1-\beta$ or $p = 1-\gamma/2$)	—
p	Probabilité, p , de «succès» dans une distribution binominale	—
q	Probabilité, q , «d'échec» dans une distribution binominale	—
R	Rendement total	—
R_c	Rendement chimique	—
r_g	Taux de comptage brut dans la région d'intérêt de l'isotope à mesurer, le ^{232}Th	s^{-1}
r_{gT}	Taux de comptage du bruit de fond dans la région d'intérêt de l'isotope à mesurer, le ^{232}Th	s^{-1}
r_T	Taux de comptage brut dans la région d'intérêt du traceur ^{229}Th	s^{-1}
r_{0T}	Taux de comptage du bruit de fond dans la région d'intérêt du traceur ^{229}Th	s^{-1}
r_0	Valeurs du blanc ou du bruit de fond du détecteur, s'ils sont similaires	s^{-1}
t_0	Temps de comptage du bruit de fond par spectrométrie alpha	s
t_g	Temps de comptage de l'échantillon par spectrométrie alpha	s
U	Incertitude élargie	—
u_c	Incertitude-type	
$u(c_A)$	Incertitude-type de l'activité volumique de ^{232}Th	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$\tilde{u}(\tilde{c}_A)$	Incertitude-type de l'activité volumique de ^{232}Th	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
u_{rel}	Incertitude-type de l'estimateur c_A en fonction de sa limite de détection	—
w	Variance-type	—
V	Volume d'échantillon	l

Tableau 1 (suite)

Symbole	Description	Unité
α	Probabilité de décision d'un faux positif	—
β	Probabilité de décision d'un faux négatif	—
ε	Efficacité de comptage	—
Φ	Fonction de distribution de la loi normale centrée réduite	
ω	Quantité auxiliaire	

4 Principe

L'échantillon pour essai est mélangé avec une aliquote de traceur ^{229}Th , puis équilibrage de l'échantillon avant analyse, isolement chimique du thorium par une étape de concentration (par exemple, une précipitation) et une étape de séparation spécifique (par exemple, par chromatographie échangeuse d'ions).

Les isotopes de l'uranium, ^{210}Po , ^{237}Np , ^{238}Pu ou ^{241}Am , peuvent être présents dans l'eau et peuvent interférer avec le comptage de ^{232}Th et du traceur ^{229}Th si aucune séparation chimique n'est effectuée pour éliminer ces radionucléides de l'échantillon d'eau.

La source fine mesurée est préparée par dépôt électrolytique ou co-précipitation et mesurée par spectrométrie alpha à l'aide d'une chambre à grille ou d'un appareil type semi-conducteurs. Les mesurages reposent sur l'interaction des particules alpha avec le milieu de détection. Cette interaction crée une charge, qui est amplifiée, et une puissance émise sous forme d'impulsion de tension proportionnelle à l'énergie déposée de la particule alpha entrante.

L'impulsion électrique du détecteur est analysée par les systèmes électroniques. Le logiciel d'analyse des données fournit un spectre, dans lequel le nombre d'impulsions (coups) enregistrées dans chaque intervalle d'énergie est indiqué.

L'analyse des taux de comptage dans la fenêtre d'énergie alpha de ^{232}Th permet de déterminer la concentration volumique de l'échantillon pour essai pour ^{232}Th , après correction du taux de comptage du blanc, du volume de l'échantillon pour essai et du rendement total de la mesure (rendement chimique et rendement de détection).

Le rendement chimique et le rendement de détection ne sont pas nécessairement déterminés séparément mais conjointement, en mesurant le rendement total de la mesure à partir du taux de comptage net de ^{229}Th , ajouté sous forme de traceur de rendement chimique.

Pour effectuer le contrôle qualité et pour quantifier les impuretés potentielles dans la solution de traceur, un blanc doit être préparé à l'aide d'eau de laboratoire de qualité 3 conforme à l'ISO 3696, en ajoutant le traceur. Les caractéristiques radioactives des principaux isotopes du thorium sont indiquées dans le [Tableau 2](#) (voir les références [8], [9] et [10]).

Tableau 2 — Caractéristiques des principaux isotopes du thorium

Isotope du thorium	Période radioactive années (incertitude)	Principale énergie d'émission de particules alpha (incertitude)	Intensité
		keV	%
228	1,912 6 (9)	5 340,35 (22)	26,0
		5 423,24 (22)	73,4
229	7 880 (12)	4 845,3 (12)	56,2
		4 901,0 (12)	10,2
230	75 380 (30)	4 687,0 (15)	76,3
		4 620,5 (15)	23,4
232	14,02 (6) × 10 ⁹	4 011,2 (14)	21,0
		3 948,5 (14)	78,9

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 donnent diverses options. S'il est possible de faire des choix, au moins l'une des options présentées doit être utilisée.

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.2 Réactifs chimiques

5.2.1 Eau de laboratoire, utilisée comme blanc, la plus exempte possible d'impuretés chimiques ou radioactives (par exemple, isotopes de l'uranium ou du thorium), conforme à l'ISO 3696, qualité 3.

Sauf indication contraire, l'eau désigne l'eau déionisée.

5.2.2 La solution de traceur contenant du ²²⁹Th peut être utilisée pour déterminer le rendement total. Elle peut également être utilisée pour calculer le rendement chimique. La solution est préparée en diluant un étalon approprié qui assure la traçabilité aux 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 façon à permettre l'ajout d'une petite quantité de cette solution dans la gamme d'activité contenue dans la prise d'essai. Par exemple, la concentration de la solution de traceur peut être comprise entre 0,05 Bq.g⁻¹ et 1 Bq.g⁻¹.

Il est recommandé de vérifier l'activité et la pureté de la solution de traceur diluée avant emploi et à intervalles réguliers après la préparation. Pour ce faire, effectuer par exemple un comptage des scintillations en milieu liquide, en tenant compte de la croissance interne des radionucléides descendants. Il est également possible d'effectuer une analyse du blanc avec le traceur pour identifier la présence d'analytes des isotopes du thorium dans le traceur.

5.3 Matériel

Appareillage courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.3.1 Spectromètre alpha, avec chambre à grille (avec un rendement de détection supérieur mais une résolution inférieure) ou avec semi-conducteurs (avec un rendement de détection inférieur mais une