NORME INTERNATIONALE

ISO 13167

Deuxième édition 2023-07

Qualité de l'eau — Plutonium, américium, 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 13167:2023

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8686609-043e-405e-9de2-04ad8b0efb14/iso-13167-2023



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13167:2023 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8686609-043e-405e-9de2 04ad8b0efb14/iso-13167-2023



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

Soi	nmaire	Page
Avai	t-propos	v
Intr	duction	vi
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	Échantillonnage, manipulation et stockage	4
6	Réactifs et appareillage	
	6.1 Réactifs	
	6.2 Matériel de laboratoire	
7	Mode opératoire	
	7.1 Séparation chimique	
	7.2.1 Généralités	
	7.2.2 Méthode par électrodéposition	6
	7.2.3 Méthode par coprécipitation Détermination du bruit de fond	6
	7.3 Détermination du bruit de fond	6
	7.4 Détermination de l'efficacité du comptage	
0		
8	Programme d'assurance qualité et de contrôle qualité 8.1 Généralités	6
	8.2 Variables susceptibles d'influer sur le mesurage	6
	8.3 Vérification de l'instrument	7
	8.4 Contamination	7
	8.5 Contrôle des interférences	
	8.6 Vérification de la méthode	
	8.7 Démonstration de la compétence de l'analyste	
9	Expression des résultats	
	9.1 Généralités	
	9.3 Taux de comptage et taux de comptage net	
	9.4 Rendement total	
	9.5 Activité volumique du mesurande	
	9.6 Incertitudes composées	
	9.7 Seuil de décision	
	9.9 Intervalle élargi probabilistiquement symétrique	
	9.9.1 Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	
	9.9.2 Intervalle élargi le plus court	
10	Rapport d'essai	12
Ann	exe A (normative) Séparation chimique des actinides sur résine anionique	14
Ann	exe B (normative) Séparation chimique des actinides par des résines spécifiq	ues17
Ann	exe C (normative) Préparation de la source par électrodéposition	20
Ann	exe D (normative) Préparation de la source alpha par coprécipitation au flu- lanthanide	

ISO 13167:2023(F)

Annexe E (informative)	Utilisation de ²⁴³ Am en tant que traceur de rendement des isotopes	
de curium	-	25
Annexe F (informative)	Interférents potentiels	27
Bibliographie		29

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13167:2023 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8686609-043e-405e-9de2

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'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 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, *Mesurages de la radioactivité*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13167:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

 ajout d'une description de la détermination d'un biais concernant les rendements chimiques de l'américium et du curium.

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 l'³H, le ¹⁴C, le ⁴⁰K et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le ²¹⁰Pb, le ²¹⁰Po, le ²²²Rn, le ²²⁶Ra, le ²²⁸Ra, l'²²⁷Ac, le ²³¹Pa, l'²³⁴U ou l'²³⁸U 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 ⁵⁵Fe, le ⁵⁹Ni, le ⁶³Ni, le ⁹⁰Sr, le ⁹⁹Tc, mais aussi des éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium) et certains radionucléides émetteurs gamma tels que le ⁶⁰Co et le ¹³⁷Cs peuvent également être présents dans les eaux naturelles. De petites quantités de 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 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 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. L'activité volumique qui peuvent présenter un risque sanitaire. L'Organisation mondiale de la santé (OMS) recommande une surveillance régulière de la radioactivité des eaux potables 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, pendant une situation planifiée ou existante, la valeur de référence de l'OMS pour l'activité volumique du ²³⁸Pu, du ²⁴⁹Pu, du l'²⁴¹Am, du l'ed Cm, du l'ed Cm et du l'ed Cm et du l'eau potable est de 1 Bq·l-1.[3] Pour le l'ed Cm, la valeur de référence est de 10 Bq·l-1.[3] 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 5667-20[6].

NOTE 1 Si cette valeur n'est pas précisée dans l'Annexe 6 de la Référence [4], elle est calculée à l'aide de l'équation donnée dans la Référence [4] et du coefficient de dose des Références [7] et [8].

NOTE 2 La limite indicative calculée par la Référence [4] correspond à l'activité volumique pour une consommation de $2 l \cdot d^{-1}$ 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 entraîner d'effets indésirables et détectables pour la santé [4].

Le présent document offre plusieurs méthodes de détermination du ²³⁸Pu, du ²³⁹Pu, du ²⁴⁰Pu, de l'²⁴¹Am, du ²⁴²Cm, du ²⁴³Cm, du ²⁴⁴Cm et du ²³⁷Np dans les échantillons d'eaux. Le présent document a été élaboré pour répondre aux besoins des laboratoires d'essai qui peuvent être dans l'obligation d'obtenir une certification ou une accréditation, ces dernières étant parfois requises par les autorités nationales ou certains clients. Les certifications ou accréditations sont délivrées par un organisme indépendant.

Les méthodes décrites dans le présent document sont applicables à divers types d'eaux. 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.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13167:2023 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8686609-043e-405e-9de2

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13167:2023

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8686609-043e-405e-9de2-04ad8b0efb14/iso-13167-2023

Qualité de l'eau — Plutonium, américium, curium et neptunium — 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 la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de déterminer si toute autre restriction est applicable.

IMPORTANT — Il est essentiel que les essais réalisés conformément à la présente méthode d'essai soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode d'essai permettant, après séparation chimique, de mesurer les actinides (²³⁸Pu, ²³⁹⁺²⁴⁰Pu, ²⁴¹Am, ²⁴²Cm, ²⁴³⁺²⁴⁴Cm, ²³⁷Np) dans des échantillons d'eau par spectrométrie alpha.

La présente méthode peut être utilisée pour tout type d'étude ou de surveillance environnementale après échantillonnage, manipulation et préparation des échantillons pour essai appropriés.

La limite de détection de la méthode d'essai est comprise entre 5×10^{-3} Bq·l⁻¹ et 5×10^{-4} Bq·l⁻¹ pour une prise d'essai dont le volume va de 0,1 l à 5 l et la durée de comptage de deux à dix jours. Cette limite est inférieure aux critères de l'OMS pour une consommation sûre d'eau potable (niveau recommandé de 1 Bq·l^{-1} ou de 10 Bq·l^{-1} selon le radionucléide).[4]

La méthode décrite dans le présent document est applicable dans les situations d'urgence.

04-491-0-9-14/--- 12167-2022

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).

Guide ISO/IEC 98-3, Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)

Guide ISO/IEC 99, Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)

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 5667-10, Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 10: Lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux résiduaires

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

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

3 Termes, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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

Pour les besoins du présent document, les symboles indiqués dans les Guides 98 et 99-3 de l'ISO/IEC, l'ISO 80000-10, l'ISO 11929-1 et les suivants doivent être appliqués.

Symbole	Description	Unité
A	Activité du traceur ajouté	Bq
α	Probabilité de décision d'un faux positif	
β	Probabilité de décision d'un faux négatif	
c_A	Activité volumique du mesurande mesurée dans l'échantillon	Bq·l⁻¹
c_A^*	Seuil de décision du mesurande	Bq·l⁻¹
$c_A^{\#}$	Limite de détection du mesurande	Bq·l ^{−1}
c_A^{\triangleleft} , c_A^{\triangleright}	Limites respectivement inférieure et supérieure de l'intervalle élargi probabilistique- ment symétrique du mesurande	Bq·l ^{−1}
$c_A^<$, $c_A^>$	Limites respectivement inférieure et supérieure de l'intervalle élargi le plus court du mesurande	Bq·l⁻¹
$\widetilde{c_A}$	Valeurs vraies possibles ou présumées du mesurande	Bq·l⁻¹
c_{AT}	Activité volumique de la solution de traceur au moment de la séparation	Bq⋅g ⁻¹
ε	Efficacité du comptage	
f	Facteur de correction de biais potentiels pour les isotopes de curium utilisant le 243 Am comme traceur ou pour le 237 Np utilisant le 236 Pu comme traceur. Pour les isotopes de plutonium ou pour le 241 Am, f est égal à 1.	
Ф	Fonction de répartition de la loi normale centrée réduite; $\Phi(k p) = p$ s'applique	
1-γ	Probabilité associée à l'intervalle élargi du mesurande	
$k_{ m p}$	Quantiles de la loi normale centrée réduite pour les probabilités p (par exemple, $p=1-\alpha$, $1-\beta$ ou $1-\gamma/2$)	
λ	Constante de désintégration de l'isotope (par exemple $\lambda_{215_{ m Po}}$, est la constante de désintégration du $^{215}{ m Po}$)	s ⁻¹
m	Masse de l'échantillon	kg
m_{ST}	Masse de la solution de traceur	g
N_0	Nombre de coups mesuré du bruit de fond sur le spectre alpha, pour une durée donnée, dans la région étudiée du mesurande	Coups
N_{0T}	Nombre de coups mesuré du bruit de fond sur le spectre alpha sur une durée donnée dans la région étudiée du traceur	Coups
$N_{ m g}$	Nombre de coups mesuré sur le spectre alpha sur une durée donnée dans la région étu- diée du mesurande	Coups

Symbole	Description	Unité
N_T	Nombre de coups mesuré sur le spectre alpha sur une durée donnée dans la région étu- diée du traceur	Coups
P_{α}	Probabilité que l'isotope émette en se désintégrant une particule alpha (rapport d'embranchement)	
r_0	Taux de comptage du bruit de fond dans la région étudiée du mesurande	s-1
r_{0T}	Taux de comptage du bruit de fond dans la région de traceur étudiée du traceur	s ⁻¹
R	Rendement total	
$R_{\rm c}$	Rendement chimique	
$r_{\rm g}$	Taux de comptage brut dans la région étudiée du mesurande	s-1
$r_{\rm net}$	Taux de comptage net du mesurande	s-1
$r_{\text{net}T}$	Taux de comptage net du traceur	s-1
r_T	Taux de comptage brut dans la région étudiée du traceur	s-1
$t_{1/2}$	Demi-vie radiologique de l'isotope étudié	S
t_0	Durée de comptage du bruit de fond par spectrométrie alpha	S
t_1	Temps écoulé entre la séparation et le comptage	S
$t_{ m g}$	Durée de comptage de l'échantillon par spectrométrie alpha	S
Ü	Incertitude élargie	
и	Incertitude-type	
$u(c_A)$	Incertitude-type de l'activité volumique du mesurande	Bq·l⁻¹
$\widetilde{u}(\widetilde{c_A})$	Incertitude-type de l'estimateur c_A en fonction d'une valeur vraie supposée c_A du mesurande	Bq·l⁻¹
V	Volume de l'échantillon	1

4 Principe

Les isotopes des actinides sujets du présent document sont déposés sous forme de couche mince en vue d'un mesurage par spectrométrie alpha à l'aide d'un détecteur de type chambre à grille ou semiconducteur. Les sources sont généralement préparées par électrodéposition ou coprécipitation, après séparation chimique et purification des isotopes d'actinides présents dans la prise d'essai[9],[10],[11],[12].

Des modes opératoires spécifiques de séparation chimique et de purification sont requis afin d'éviter toute interférence due à la présence d'autres émetteurs α et d'éléments stables dans l'échantillon, dans des quantités souvent plus importantes que les isotopes d'actinides recherchés. Les actinides peuvent être préconcentrés par coprécipitation à l'hydroxyde de fer à pH 8. Le précipité obtenu est dissous à l'aide d'une solution acide et passé sur une résine échangeuse d'ions ou une résine chromatographique d'extraction (voir les <u>Annexes A</u> et <u>B</u>) pour purifier l'analyte et éviter de possibles interférences. Les interférences radiologiques potentielles sur le mesurage des divers radionucléides et pertinentes pour la présente méthode sont répertoriées à l'<u>Annexe F</u>.

Après purification, soit une coprécipitation au fluorure de cérium (CeF₃) est réalisée, soit les analytes sont électrodéposés. Les actinides recherchés sont mesurés par spectrométrie alpha sur une durée de comptage adaptée. L'activité volumique des actinides recherchés est calculée et reportée dans le rapport d'essai (voir l'<u>Article 9</u> pour de plus amples détails).

Ces modes opératoires 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 α , tels que les isotopes d'uranium et de thorium, dont les émissions peuvent interférer avec celles des isotopes des actinides recherchés.

ISO 13167:2023(F)

Le rendement total pour chaque analyse (produit du rendement de séparation chimique et du rendement de détection) est déterminé par l'ajout d'une solution étalon de traceur: le ²³⁶Pu est utilisable pour les isotopes du plutonium et le ²³⁷Np; le ²⁴²Pu est utilisable exclusivement pour les isotopes du plutonium; et le ²⁴³Am est utilisable pour les isotopes de l'américium et du curium. Une quantité suffisante de traceur est ajoutée afin d'obtenir une bonne fidélité statistique et de le différencier aisément d'un blanc (par exemple, une quantité d'environ 100 mBq s'avère souvent adaptée).

Le mode opératoire doit comprendre un cycle d'oxydoréduction pour que le traceur et les analytes soient au même degré d'oxydation.

Il est possible de quantifier les isotopes de curium et de ²³⁷Np en utilisant le rendement des traceurs ²⁴³Am et ²³⁶Pu, respectivement. Cette option peut faire apparaître un biais potentiel qui doit être quantifié soit à l'aide d'une solution étalon, soit par une participation à des essais d'intercomparaison ou encore par la détermination du facteur de correction de biais (voir l'Annexe E).

NOTE Le ²³⁵Np, le ²³⁶Np, le ²³⁸Np et le ²³⁹Np peuvent être utilisés comme traceurs de rendement pour le ²³⁷Np (s'ils sont disponibles), et le ²⁴⁵Cm comme traceur de rendement pour les autres isotopes du Cm, mais la méthode d'essai du présent document ne couvre pas ces méthodes.

5 Échantillonnage, manipulation et stockage

L'échantillonnage, la manipulation et la conservation de l'eau doivent être réalisés en suivant scrupuleusement l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-3 et l'ISO 5667-10. Les Références [13] à [20] formulent des recommandations relatives aux différents types d'eau. Il est important de transmettre au laboratoire un échantillon réellement représentatif, qui n'ait pas été altéré ou modifié au cours de son transport ou de sa conservation.

L'échantillon est filtré au moyen d'un filtre de porosité 0,45 µm afin d'éliminer les matières en suspension. On peut utiliser un filtre à plus petite taille de pores, toutefois la filtration peut prendre plus de temps et devenir chronophage. Après filtration, l'échantillon doit être acidifié à un pH strictement inférieur à 2 avec de l'acide nitrique (HNO₃).

04ad8b0efb14/iso-13167-2023

6 Réactifs et appareillage

6.1 Réactifs

Les réactifs chimiques et le matériel utilisés pour la séparation chimique sont décrits aux <u>Annexes A</u> et <u>B</u>, et aux <u>Annexes C</u> et <u>D</u> pour la préparation de la source déposée.

À l'exception des solutions étalons certifiées, tous les réactifs chimiques nécessaires à la réalisation de ce mode opératoire doivent être de qualité analytique.

6.2 Matériel de laboratoire

Le matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit, doit être utilisé.

- 6.2.1 Système de filtration sous vide.
- **6.2.2 Filtres**, d'une porosité de 0,45 μm ou inférieure.
- 6.2.3 Béchers en verre.
- 6.2.4 Centrifugeuse.
- **6.2.5 Boîte à dépression à multiples emplacements**, par exemple 12 positions (facultative).

- **6.2.6 Balance analytique,** d'une précision de 0,1 mg.
- **6.2.7 Tubes et flacons de centrifugation**, de 50 ml et 500 ml par exemple.
- 6.2.8 Pipettes.
- 6.2.9 Plaque chauffante.
- 6.2.10 Agitateur magnétique.
- 6.2.11 Barreaux d'agitation magnétiques.
- 6.2.12 Disques de métal avec une face adhésive.
- 6.2.13 Spectromètre alpha.

7 Mode opératoire

Filtrer et acidifier l'échantillon et un blanc préparé avec de l'eau ultrapure en suivant l'<u>Article 5</u>. Toutes les méthodes présentées requièrent l'utilisation d'au moins un blanc. Toutefois, il est possible et préférable d'utiliser la moyenne de plusieurs blancs. De même, le fait de procéder à des mesurages réguliers des blancs permet de déceler promptement un problème de bruit de fond pendant les mesurages des échantillons (voir le programme d'assurance qualité et de contrôle qualité à l'<u>Article 8</u>).

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

Si nécessaire, il est possible de concentrer les actinides par évaporation ou coprécipitation. Dans le premier cas, le résidu est mis en solution à l'aide d'une solution acide. Dans le second cas, il est souvent utile d'ajouter un entraîneur à l'échantillon, car l'entraîneur facilite la collecte du précipité. Par exemple, il est possible d'ajouter du nitrate de fer ou du chlorure de fer afin de précipiter les actinides en même temps que le Fe(OH)₃, à pH 9. Après centrifugation ou filtration, le précipité est mis en solution avec une solution acide.

Le mode opératoire doit comprendre un cycle d'oxydoréduction afin d'équilibrer le ou les traceur(s) et les isotopes d'actinides. Par exemple, il est possible de procéder à une première étape de réduction en ajoutant du $\rm NH_2OH.HCl$, du $\rm NaHSO_3$ ou du $\rm Na_2S_2O_3$, puis à une étape d'oxydation avec du $\rm NaNO_2$ ou du $\rm H_2O$.

7.1 Séparation chimique

Il existe deux techniques courantes de séparation chimique des actinides: l'extraction sur résine échangeuse d'ions ou par une résine d'extraction chromatographique spécifique. Les <u>Annexes A</u> et <u>B</u> présentent chacune une méthode pour une technique: d'une part la séparation par résine anionique, [21] et d'autre part la séparation par résines d'extraction chromatographique [22], [23].

Il est également possible de combiner ces techniques, en utilisant par exemple, pour la séparation de l'américium, une résine échangeuse d'ions dans un premier temps, puis une résine d'extraction chromatographique spécifique dans un second temps.

7.2 Préparation de la source de comptage

7.2.1 Généralités

La source de comptage peut être préparée par électrodéposition sur un disque en acier inoxydable, ou par coprécipitation.