NORME INTERNATIONALE

ISO 13169

Première édition
2018-07

Qualité de l'eau — Uranium — Méthode d'essai par comptage des scintillations alpha en milieu liquide

Water quality — Uranium — Test method using alpha liquid scintillation counting

Numéro de référence
ISO 13169:2018(F)

© ISO 2018



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

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
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes, définitions, symboles et unités **2**
4 Principe **3**
5 Réactifs et équipement **3**
5.1 Réactifs 3
5.2 Équipement 4
6 Échantillonnage **4**
7 Réglage et étalonnage du compteur **4**
7.1 Préparation du cocktail scintillant d'extraction 4
7.2 Préparation de la source d'étalonnage d'émetteur alpha 4
7.3 Préparation de la source d'étalonnage d'émetteur bêta 5
7.4 Optimisation des conditions de comptage 5
7.5 Rendement de détection 5
7.6 Préparation et mesurage de l'échantillon de l'essai à blanc 6
8 Mode opératoire **6**
8.1 Sans préconcentration 6
8.2 Préconcentration par évaporation 6
8.3 Préparation des échantillons 7
8.4 Mesurage des échantillons 7
9 Expression des résultats **7**
9.1 Calcul de l'activité par unité de masse 7
9.2 Incertitude-type 7
9.3 Seuil de décision 8
9.4 Limite de détection 8
9.5 Limites de l'intervalle de confiance 8
9.6 Calculs utilisant l'activité volumique 9
10 Contrôle des interférences **9**
11 Contrôle qualité **9**
12 Rapport d'essai **9**
Annexe A (informative) **Paramètres de réglage et données de validation** **11**
Bibliographie **15**

© ISO 2018 – Tous droits réservés

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*.

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.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

Introduction

La radioactivité émanant de diverses sources naturelles et anthropiques est partout présente dans l'environnement. Ainsi, les masses d'eau (par exemple, les eaux de surface, les eaux souterraines, les eaux de mer) peuvent contenir des radionucléides d'origine naturelle et/ou d'origine humaine.

— Les radionucléides naturels, comprenant 40K, 3H, 14C, et les radionucléides des familles radioactives du thorium et de l'uranium, notamment 226Ra, 228Ra, 234U, 238U, 210Po et 210Pb, peuvent être retrouvés dans l'eau en raison de phénomènes naturels (par exemple, une désorption de radionucléides contenus dans le sol et un lessivage par l'eau de pluie) ou peuvent être rejetés par des procédés technologiques impliquant des matières radioactives naturellement présentes (par exemple, l'extraction et le traitement de sables minéralisés ou la production et l'utilisation d'engrais phosphatés);

— Des radionucléides d'origine humaine, comme les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), 3H, 14C, 90Sr et les radionucléides émettant des rayons gamma peuvent également être retrouvés dans les eaux naturelles. Des petites quantités de ces radionucléides sont rejetées par les installations du cycle du combustible nucléaire dans l'environnement suite à des rejets réguliers autorisés. Certains de ces radionucléides, utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles, sont également rejetés dans l'environnement après avoir été utilisés. Les radionucléides anthropiques se retrouvent également dans les eaux à la suite de contaminations antérieures par des retombées radioactives engendrées par l'explosion dans l'atmosphère de dispositifs nucléaires et des accidents tels que ceux qui se sont produits à Tchernobyl et à Fukushima.

L'activité volumique des radionucléides dans les masses d'eau peut varier en fonction des caractéristiques géologiques et des conditions climatiques locales et peut être renforcée localement et temporairement par des rejets provenant d'installations nucléaires pendant des situations d'exposition prévues, existantes et d'urgence.[1] L'eau potable peut donc contenir des radionucléides à des activités volumiques susceptibles de présenter un risque sanitaire pour la population.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont habituellement contrôlés avant leur rejet dans l'environnement[2] et les masses d'eau. La radioactivité des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS)[3] afin que mesures appropriées puissent être prises pour garantir l'absence d'effets nocifs sur la santé de la population. Conformément à ces recommandations internationales, les réglementations nationales spécifient habituellement des limites d'activités volumiques acceptables pour les radionucléides dans les effluents liquides rejetés dans l'environnement ainsi que des valeurs guide pour les radionucléides dans les masses d'eau et les eaux potables pour les situations d'exposition prévues, existantes et d'urgence. Le respect de ces limites peut être évalué en utilisant les résultats de mesure avec leurs incertitudes associées comme spécifié par le Guide ISO/IEC 98-3 et l'ISO 5667-20[4].

En fonction de la situation d'exposition, il existe différentes limites et valeurs guide dont le dépassement entraînerait une action visant à réduire le risque pour la santé. À titre d'exemple, en situation prévue ou existante, les valeurs guide de l'OMS pour l'uranium 238 et l'uranium 234 dans l'eau potable est de 10 Bq/l et 1 Bq/l, respectivement. La valeur guide provisoire pour la teneur totale en uranium dans l'eau potable est de 30 µg/l, laquelle a été fixée sur la base de sa toxicité chimique, qui est plus importante que sa toxicité radiologique.

NOTE 1 La valeur guide est l'activité volumique avec une consommation de 2 l/j d'eau potable pendant un an, ce qui donne une dose efficace de 0,1 mSv/a pour la population. Il s'agit d'une dose efficace qui représente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas donner lieu à des effets nocifs sur la santé détectables[3].

En situation d'urgence nucléaire, les valeurs guide du Codex de l'OMS[6] indiquent que l'activité volumique de l'uranium 235 ne peut pas dépasser 100 Bq/l.

NOTE 2 Les valeurs guide 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 suite à une situation d'urgence nucléaire ou radiologique. Ces valeurs guide s'appliquent aux aliments reconstitués ou aux aliments prêts à la consommation, c'est-à-dire à l'exclusion des aliments séchés ou concentrés, et sont fondées sur un niveau d'exemption d'intervention de 1 mSv par an pour la population (nourrisson et adulte)[6].

© ISO 2018 – Tous droits réservés

Par conséquent, la méthode d'essai peut être adaptée de manière que les limites caractéristiques, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes permettent de vérifier que les résultats d'essai des activités volumiques des radionucléides sont inférieures aux valeurs guide spécifiées par l'autorité nationale pour les situations prévues/existantes ou une situation d'urgence[5][6][7].

Habituellement, les méthodes d'essai peuvent être ajustées pour mesurer l'activité volumique du ou des radionucléides dans les eaux usées avant stockage ou dans les effluents liquides avant de les rejeter dans l'environnement. Les résultats d'essai permettront à l'exploitant de la centrale/de l'installation de vérifier que, avant leur déversement, les eaux usées/les effluents liquides présentent bien des activités volumiques radioactives ne dépassant pas les limites autorisées.

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

La ou les méthodes d'essai peuvent être utilisées pour les échantillons d'eau après échantillonnage, manipulation des échantillons et préparation des prises d'essai appropriés (se référer à la partie correspondante de la série ISO 5667.

Une Norme internationale sur une méthode d'essai pour l'activité volumique totale des isotopes de l'uranium dans les échantillons d'eau est nécessaire pour les laboratoires d'essai effectuant ces mesurages, parfois imposés par les autorités nationales, car les laboratoires peuvent devoir obtenir une accréditation spécifique pour le mesurage des radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

Le présent document fait partie d'un ensemble de normes internationales sur les méthodes d'essai relatives au mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans les échantillons d'eau.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

Qualité de l'eau — Uranium — Méthode d'essai par comptage des scintillations alpha en milieu liquide

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant le présent document soient familières des bonnes pratiques 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 d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient exécutés par un personnel ayant la qualification adéquate.

1 Domaine d'application

Le présent document explicite la méthode de mesure pour la détermination de l'activité volumique totale des isotopes de l'uranium dans des eaux non salines par extraction et comptage des scintillations en milieu liquide.

Cette méthode permet le mesurage des isotopes de l'uranium solubles présents dans l'eau à des activités volumiques comprises entre environ $2{\cdot}10^{-3}$ Bq/kg et 10 Bq/kg lors de l'analyse d'une prise d'essai d'un volume de 1 l avec une durée de comptage de 60 000 s au moyen d'un instrument classique de comptage des scintillations alpha en milieu liquide.

Le rapport $^{234}U/^{238}U$ peut également être déterminé. Cette méthode n'a pas été validée pour le mesurage des autres isotopes de l'uranium.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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: Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

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

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

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

© ISO 2018 – Tous droits réservés

3 Termes, définitions, symboles et unités

Pour les besoins du présent document, les termes, définitions, symboles et abréviations définis dans l'ISO 80000-10 et le Guide ISO/IEC 98-3, ainsi que les suivants 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 http://www.iso.org/obp

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/

m	masse de la prise d'essai, en grammes
$m_{S(U)}$	masse de solution d'étalon de ^{236}U utilisée pour la préparation de l'échantillon d'étalonnage, en grammes
$m_{S(Sr)}$	masse de solution d'étalon de ^{90}Sr utilisée pour la préparation de l'échantillon d'étalonnage, en grammes
A_S	activité par unité de masse de la solution d'étalon de ^{236}U au moment du mesurage, en becquerel par gramme
r_S	taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage dans la fenêtre alpha, par seconde
r_0	taux de comptage de l'essai à blanc dans la fenêtre alpha, par seconde
r_g	taux de comptage brut de la prise d'essai dans la fenêtre alpha, par seconde
ε	rendement alpha
a	activité par unité de masse, en becquerel par gramme
c_A	activité volumique, en becquerel par litre
t_0	durée de comptage de l'essai à blanc, en secondes
t_g	durée de comptage de la prise d'essai, en secondes
t_S	durée de comptage de l'échantillon d'étalonnage, en secondes
$u(a)$	incertitude-type rapportée au résultat de mesure, en becquerel par gramme
$U(a)$	incertitude élargie, calculée par $U = k\,u\,(c_A)$ avec k = 1, 2,..., en becquerel par gramme
a^*	seuil de décision pour l'activité alpha, en becquerel par gramme
$a^\#$	limite de détection pour l'activité alpha, en becquerel par gramme
$a^<, a^>$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerel par gramme
$r_{s\alpha,\beta}$	taux de comptage de l'émetteur alpha dans la fenêtre bêta
$r_{s0,\beta}$	taux de comptage de l'essai à blanc dans la fenêtre bêta
$r_{s\alpha,T}$	taux de comptage de l'émetteur alpha dans la fenêtre totale (alpha+bêta)
$r_{s\beta,\alpha}$	taux de comptage de l'émetteur bêta dans la fenêtre alpha
$r_{s0,\alpha}$	taux de comptage de l'essai à blanc dans la fenêtre alpha

© ISO 2018 – Tous droits réservés

$r_{s\beta,T}$ taux de comptage de l'émetteur bêta dans la fenêtre totale (alpha+bêta)

τ_α paramètre d'interférence alpha

τ_β paramètre d'interférence bêta

4 Principe

L'échantillon d'eau est tout d'abord acidifié avec une quantité connue d'acide nitrique puis, si des limites de détection inférieures sont requises, concentré par évaporation. Les isotopes de l'uranium sont ensuite extraits (extraction liquide-liquide) à l'aide d'un cocktail scintillant contenant un complexant [hydrogénophosphate de bis(2-éthylhexyle), HDEHP] et sont quantifiés par comptage des scintillations en milieu liquide. L'activité totale des isotopes de l'uranium peut ainsi être déterminée. La solution d'étalon de ^{236}U est utilisée pour l'étalonnage (étalon externe).

Une déconvolution spectrale peut être réalisée à l'aide d'un logiciel adéquat pour évaluer le rapport $^{234}U/^{238}U$.

5 Réactifs et équipement

5.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne doivent pas contenir d'activité alpha et bêta détectable.

5.1.1 Acide nitrique, c(HNO_3) = 15,8 mol/l, ρ = 1,42 g/ml, fraction massique w(HNO_3) = 70 %.

5.1.2 Acide nitrique, c(HNO_3) = 0,7 mol/l, obtenu par dilution de l'acide nitrique concentré.

5.1.3 Eau pour laboratoire, distillée ou déionisée (conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696).

L'eau déionisée peut contenir des quantités détectables de ^{222}Rn et de ses radionucléides de filiation à vie courte. Il est par conséquent fortement recommandé de faire bouillir l'eau sous agitation vigoureuse et d'attendre une journée avant de l'utiliser. Une autre solution consiste à purger à l'azote, pendant environ 1 h pour 2 l d'eau.

5.1.4 Cocktail scintillant, à préparer (voir 7.1).

5.1.5 Éthanol, 95 %.

5.1.6 p-xylène, 99 %, de qualité pour spectroscopie ou scintillation.

5.1.7 Hydrogénophosphate de bis(2-éthylhexyle) (HDEHP), 95 %.

5.1.8 Naphtalène, 99 %, de qualité pour scintillation.

5.1.9 2-(4-biphénylyle)-6-phényl-benzoxazole (PBBO), de qualité pour scintillation.

5.1.10 Solution d'étalon radioactive.

Les solutions d'étalon des émetteurs alpha et bêta (respectivement ^{236}U et $^{90}Sr/^{90}Y$ ou un autre radionucléide émetteur bêta approprié) fournies doivent être accompagnées de certificats d'étalonnage sur lesquels figurent au minimum l'activité volumique, l'incertitude de mesure et/ou une déclaration de conformité à une spécification métrologique identifiée.

© ISO 2018 – Tous droits réservés