

NORME INTERNATIONALE

**ISO
9696**

Première édition
1992-12-15

Qualité de l'eau — Mesurage de l'activité alpha globale dans l'eau non saline — Méthode par source concentrée

iTeh STANDARD PREVIEW

*Water quality — Measurement of gross alpha activity in non-saline
water — Thick source method*

ISO 9696:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a66a5021-e91e-46ff-91c2-cf91394e7c47/iso-9696-1992>



Numéro de référence
ISO 9696:1992(F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9696 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Méthodes radiologiques*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a66a5021-e91e-46ff-91c2-cf91394e7c47/iso-9696-1992>

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe B est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Qualité de l'eau — Mesurage de l'activité alpha globale dans l'eau non saline — Méthode par source concentrée

AVERTISSEMENT — Pour travailler aux hautes tensions utilisées dans les instruments de comptage, il convient de se référer aux règles de sécurité fournies par le fabricant.

Il existe, dans tous les pays, des réglementations strictes régissant l'utilisation des matières radioactives en laboratoire. Ces réglementations doivent être appliquées et il est recommandé aux utilisateurs potentiels de se mettre en contact avec les autorités réglementaires. Des instructions spécifiques sont données dans l'article «mode opératoire» pour la préparation des sources alpha.

1 Domaine d'application

1.1 Substances dosées

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de l'activité alpha globale dans les eaux non salines, applicable aux radionucléides émetteurs alpha non volatils à 350 °C. Le dosage des radionucléides volatils fixés sur support est possible dans une certaine mesure, qui dépend de la demi-vie, de la rétention sur le support et de la durée du mesurage (temps de comptage).

1.2 Limites d'application

La méthode décrite est applicable à l'analyse des eaux brutes et des eaux potables et peut être étendue à celle des eaux salines ou minéralisées, mais avec une sensibilité plus faible.

1.3 Étendue du dosage

L'étendue du dosage dépend de la quantité de composés inorganiques contenus dans l'eau et des caractéristiques du compteur (taux de comptage du fond de rayonnement et rendement de comptage).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite,

constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.*

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.*

ISO 5667-3:—¹⁾, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

3 Principe

L'échantillon est stabilisé par acidification, évaporé jusqu'à dessiccation presque totale, transformé en sulfate puis calciné à 350 °C. Une partie du résidu est transférée sur une plaque et l'activité alpha mesurée par comptage dans un détecteur de particules alpha, ou un système de comptage, préalablement étalonné avec une source alpha de référence.

1) À publier. (Révision de l'ISO 5667-3:1985)

4 Réactifs

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

NOTE 1 Une méthode de préparation des blancs pour la radioactivité endémique ou la contamination est donnée en 10.1.

4.1 Solution étalon, laquelle doit être ^{241}Am .

NOTES

2 On utilise le ^{241}Am de préférence au ^{239}Pu , car le ^{241}Pu qui est souvent associé à ce dernier entraîne une croissance du ^{241}Am dans les solutions étalons préparées ou les sources, qu'il faut alors purifier en permanence. Quant à l'uranium, il est difficile d'obtenir des composés de composition isotopique connue, et la sensibilité n'est pas la même que pour le ^{239}Pu (voir 9.3).

3 Des étalons certifiés sont disponibles auprès de différents organismes dans la plupart des pays. Au niveau international, les organismes fournisseurs sont l'International Atomic Energy Agency (IAEA) à Vienne (Autriche) et le National Institute of Standards and Technology (NIST), USA.

4 Le choix de l'étalon alpha sera fonction du type de contaminants radioactifs susceptibles d'être présents dans l'eau à analyser. En général, ceci revient à choisir entre des émetteurs alpha artificiels ou présents à l'état naturel.

5 L'emploi d'un composé de l'uranium de composition isotopique certifiée naturelle, ou connue, présente un avantage non négligeable, puisqu'il est possible de calculer son activité massique à partir de constantes physiques connues et de données relatives aux teneurs isotopiques, indépendamment de la méthode d'étalonnage employée par un organisme donné.

6 Par ailleurs, les particules alpha émises par les isotopes de l'uranium ont des énergies inférieures à celles des particules émises par les transuraniens. L'emploi d'un étalon d'uranium tend donc à donner un résultat élevé pour les transuraniens. Certains organismes officiels préfèrent commettre une erreur par excès lorsque la composition isotopique réelle est inconnue.

4.2 Acide nitrique concentré, à 50% (V/V).

Diluer 100 ml \pm 5 ml d'acide nitrique ($\rho = 1,42$ g/ml) en complétant à 200 ml \pm 10 ml avec de l'eau (4.6).

4.3 Acide sulfurique concentré, $\rho = 1,84$ g/ml.

4.4 Solvants organiques volatils, méthanol et acétone.

4.5 Sulfate de calcium.

Les sels de calcium pouvant contenir des traces de ^{226}Ra et/ou de ^{210}Pb , il y aura lieu d'effectuer des

contrôles de détection de ces nucléides. (voir 7.7 et 10.1).

4.6 Eau.

Pour toutes les applications, utiliser de l'eau distillée ou désionisée.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et,

5.1 Compteur alpha.

L'activité alpha doit être mesurée par comptage à l'aide d'un écran à scintillation en sulfure de zinc activé à l'argent, d'un détecteur à barrière de surface en silicium ou d'un compteur proportionnel (sans fenêtre). Des détecteurs au silicium implantés d'ions et leurs compteurs proportionnels à fenêtre ($> 100 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^2$) peuvent être également utilisés.

Si l'on utilise des systèmes sans fenêtre, contrôler la contamination éventuelle du système en effectuant un comptage sur un échantillon à blanc entre chaque analyse de source.

NOTE 7 L'analyse de certaines sources de type particulier peut poser des problèmes de contamination des systèmes de comptage sous vide (comme dans le cas de détecteurs à barrière de surface en silicium) ou à courant gazeux (tels qu'utilisés dans des compteurs proportionnels).

5.2 Plaque (plateaux de comptage), d'épaisseur au moins égale à $2,5 \text{ mg}\cdot\text{mm}^{-2}$ ($250 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$). Les plaques utilisées doivent être en acier inoxydable, avec un rebord.

NOTES

8 Le diamètre de la plaque doit être choisi en fonction des caractéristiques du compteur, c'est-à-dire du diamètre du détecteur et des dimensions de l'élément porteur.

9 Il est nécessaire de répartir uniformément la source. Certains opérateurs trouvent ceci plus facile à réaliser sur une surface de métal poli; d'autres préfèrent utiliser une surface décapée ou rugueuse (on procède par décapage au sable ou corrosion chimique).

5.3 Four à moufle, permettant le maintien de la température à $350 \text{ }^\circ\text{C} \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$.

6 Échantillonnage

Verser, dans une fiole propre en polyéthylène, 20 ml \pm 1 ml d'acide nitrique (4.2) par litre d'échantillon à prélever, puis prélever l'échantillon selon la méthode de l'ISO 5667-1, ISO 5667-2 et ISO 5667-3. Conserver à $4 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ et analyser l'échantillon dès que possible.

Si l'on désire mesurer l'activité de l'échantillon d'eau filtré, procéder à la filtration immédiatement après le prélèvement et avant l'acidification.

NOTE 10 L'acidification réduit la perte par absorption des matières radioactives en solution. Si elle est effectuée avant la filtration, elle entraîne la désorption de matières radioactives déjà absorbées sur les particules en suspension.

7 Mode opératoire

7.1 Étape préliminaire

NOTE 11 Il est souhaitable de ne pas conduire l'analyse dans un local où sont utilisés des traceurs radioactifs.

Déterminer la teneur totale de l'eau en matières solides suivant la méthode décrite dans l'annexe A. En tenant compte des modifications de composition qui résultent de la calcination à 350 °C et de la sulfatation du résidu, calculer le volume d'échantillon nécessaire pour obtenir un résidu solide de masse légèrement supérieure à 0,14 mg (A étant l'aire de la plaque (5.2) en millimètres carrés). En fonction du résultat obtenu, prélever un échantillon de volume suffisant pour l'étape de concentration décrite ci-dessous.

7.2 Concentration

Transvaser dans un bœcher un volume V (mesuré à ± 1 % près) de l'échantillon (voir article 6) permettant d'obtenir au moins 0,14 mg de résidu après la calcination.

NOTE 12 Dans le cas d'eaux très douces, le volume nécessaire pour obtenir 0,14 mg peut être trop important pour que son prélèvement soit possible. Il convient alors d'utiliser le plus grand volume possible (voir aussi la note 14).

Procéder avec soin à l'évaporation sur une plaque chaude jusqu'à obtention d'un volume de 50 ml environ, puis laisser refroidir.

Transvaser la solution concentrée dans une capsule tarée en silice (ou en porcelaine émaillée) préalablement portée à 350 °C. Laver soigneusement le bœcher avec le moins d'eau (4.6) possible, et verser les eaux de lavage dans la capsule.

NOTE 13 Si le bœcher utilisé est grand, il peut être commode de transvaser les eaux de lavage dans un bœcher plus petit. On peut ensuite les concentrer jusqu'à obtention d'un faible volume afin de faciliter le transvasement dans la capsule en silice.

7.3 Sulfatation

Vérifier que les eaux de lavage contenues dans la capsule ont refroidi et ajouter 1 ml (± 20 %) d'acide sulfurique (4.3).

NOTE 14 Avec certaines eaux, le résidu obtenu après évaporation et dessiccation est impropre au mesurage de l'activité (parce qu'hygroscopique ou difficile à étaler). La sulfatation permet souvent de résoudre cette difficulté. Le volume d'acide sulfurique employé permet la sulfatation de 1,8 g environ de carbonate de calcium. Pour avoir un excès d'acide, il convient de choisir le volume initial de l'échantillon de façon à ce que sa teneur totale en matières solides ne dépasse pas 1 g. (Pour certaines eaux, des expériences de contrôle peuvent montrer l'inutilité de cette étape.)

Procéder avec soin à l'évaporation à sec du contenu de la capsule.

Pour éviter les projections, exposer la capsule à la chaleur par le dessus (en utilisant une lampe à infrarouge ou autre du même type), et chauffer jusqu'à dégagement de vapeurs d'acide sulfurique. Transférer alors la capsule sur une plaque chaude et continuer à chauffer jusqu'à dégagement total des vapeurs.

7.4 Calcination

Transférer la capsule et son contenu dans un four à moufle (5.3) et calciner pendant 1 h à température égale à 350 °C \pm 10 °C, puis laisser refroidir dans un dessiccateur. Noter la date et l'heure de sortie du four.

Peser la capsule et le résidu et calculer par différence la masse m , en milligrammes du résidu calciné.

7.5 Préparation de la source

Peser 0,14 mg (± 1 %) de cendres et les déposer sur une plaque (5.2). Broyer éventuellement les cendres au pilon, dans un mortier, si elles ne sont pas assez fines. Soit m_r mg la masse de résidu.

Si la masse de résidu obtenue à partir du volume V utilisé en 7.2 est inférieure à 0,14 mg, déposer sur la plaque une quantité aussi grande que possible de résidu.

NOTE 15 Le rendement de comptage des particules alpha varie fortement avec l'épaisseur de la source. Il est donc nécessaire d'utiliser pour étalonner le système de détection, des sources étalons de même masse, m_r mg.

Étaler uniformément le résidu sur la surface de la plaque, en le délayant dans quelques gouttes de solvant organique volatil (4.4), puis laisser sécher. Noter la date et l'heure de la préparation de la source. Peser le résidu et la plaque encore une fois pour vérifier la masse.

NOTE 16 Le rendement de comptage des particules alpha varie fortement avec l'épaisseur de la source. Il est donc essentiel que celle-ci soit étalée uniformément. Certains opérateurs ajoutent de l'acétate de vinyle au

solvant pour faciliter la fixation du résidu lors de l'évaporation.

7.6 Comptage

Préparer le compteur (5.1) conformément aux instructions du fabricant.

Dès que la source est sèche, commencer le mesurage de l'activité présente sur la plaque en effectuant le comptage pendant un temps approprié. Soit $R_b \text{ s}^{-1}$ le taux de comptage ainsi obtenu. Noter la date, l'heure, et le temps de comptage.

NOTE 17 Le temps de comptage est fonction des taux de comptage obtenus pour l'échantillon et le fond, ainsi que de la fidélité requise (voir article 9).

7.7 Détermination du fond de rayonnement

Mesurer l'activité de fond à l'aide d'une plaque (5.2) identique à la précédente, mais vierge. Soit $R_0 \text{ s}^{-1}$ le taux de comptage ainsi obtenu. Des comptages répétés confirment la stabilité du fond.

Vérifier l'absence de croissance interne due à la désintégration du radium en répétant les opérations de comptage décrites en 7.6 et dans ce paragraphe, à intervalles réguliers, pendant un mois.

NOTE 18 Le fait d'effectuer plusieurs comptages sur une période d'un mois peut mettre en évidence une croissance interne de descendants des isotopes du radium. L'interprétation de ce phénomène peut être compliquée par la présence, dans le mélange, de radionucléides de la famille de l'uranium et/ou du thorium, soit de façon isolée, soit avec prédominance de l'un d'entre eux. Aux niveaux normaux dans l'environnement, il est rare que ce phénomène soit observable, surtout si le temps de comptage utilisé est long. Il arrive toutefois, dans les sources obtenues à partir de certaines eaux brutes à teneur en ^{226}Ra naturellement élevée, que le taux de comptage initialement obtenu soit multiplié par quatre en l'espace d'un mois, du fait de cette croissance interne.

7.8 Préparation de la source étalon pour le mesurage de l'activité alpha

Peser avec exactitude environ 2,5 g de sulfate de calcium (4.5) et les placer dans un bêcher de 150 ml. Ajouter avec précaution 10 ml ($\pm 1\%$) d'acide nitrique (4.2) chaud, agiter et ajouter de l'eau chaude (4.6) (au maximum 100 ml) pour dissoudre le résidu.

Ajouter une quantité connue avec exactitude de ^{241}Am (environ 5 Bq à 10 Bq).

Transvaser la solution dans une capsule de 200 ml en silice ou en porcelaine, pesée à $\pm 0,001 \text{ g}$ près, et évaporer la solution à sec au moyen d'une lampe à infrarouge.

Calciner le résidu sec dans un four à moufle (5.3), à $350 \text{ }^\circ\text{C} \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$, pendant 1 h.

Calculer l'activité massique a_s du CaSO_4 , en becquerels par gramme, d'après la masse du résidu calciné et l'activité ajoutée, sous forme de ^{241}Am (ou le cas échéant de ^{239}Pu ou d'uranium de composition isotopique naturelle).

Broyer (et, si nécessaire, écraser au pilon dans un mortier) le résidu solide jusqu'à obtention d'une poudre fine, comme pour la préparation des échantillons.

AVERTISSEMENT — La méthode spécifiée nécessite la préparation d'une poudre sèche ensemencée avec des radionucléides émetteurs alpha. Il faut éviter l'ingestion accidentelle de particules radioactives et il est recommandé de préparer les sources ensemencées dans une boîte à gants fermée simple. On peut aussi utiliser une hotte aspirante, à condition que le tirage d'extraction ne soit ni excessif ni susceptible de créer des perturbations ou d'introduire dans l'air de fines particules pulvérulentes.

Préparer les sources (0,14 mg sur chaque plaque), en opérant comme pour les échantillons (voir 7.5).

Mesurer l'activité de ces sources étalons dans le détecteur alpha. Soit $R_s \text{ s}^{-1}$ le taux de comptage ainsi obtenu.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de l'activité volumique

Calculer l'activité volumique c , en becquerels par litre, de l'échantillon d'eau d'après l'équation

$$c = \frac{R_b - R_0}{R_s - R_0} \times a_s \times \frac{m}{1\,000} \times \frac{1,02}{V} \quad \dots (1)$$

NOTE 19 L'équation (1) se déduit de l'équation générale donnant l'activité volumique d'un échantillon, en becquerels par litre:

$$c = R_n \times \frac{1}{\varepsilon_s} \times \frac{1}{V_p} \quad \dots (2)$$

où

- c est l'activité alpha, en becquerels par litre;
- R_n est le taux de comptage de l'échantillon, par seconde, corrigé du comptage de fond;
- ε_s est le rendement de comptage partiel pour l'étalon radioactif spécifié;
- V_p est le volume d'échantillon, en litres, correspondant à la masse de matière sèche déposée sur la plaque.

On a donc

$$R_n = R_b - R_0$$

où

R_b est le taux de comptage obtenu pour l'échantillon, en impulsions par seconde (voir 7.6);

R_0 est le taux de comptage obtenu pour le fond, en impulsions par seconde (voir 7.7),

et

$$\varepsilon_s = \frac{R_s - R_0}{0,1A \times a_s} \times 1\,000$$

où

R_s est le taux de comptage obtenu pour l'étalon, en impulsions par seconde (voir 7.8);

A est l'aire de la plaque, en millimètres carrés;

$0,1A$ est la masse, en milligrammes, de résidu d'étalonnage déposée sur la plaque (voir 7.8);

a_s est l'activité massique du résidu d'étalonnage, en becquerels par gramme (voir 7.8),

et

$$V_p = \frac{V}{m} \times 0,1A$$

où

V est le volume de l'échantillon, en litres (voir 7.2);

m est la masse, en milligrammes, de résidu calciné obtenue à partir du volume V (voir 7.4).

L'équation générale (2) peut donc s'écrire sous la forme

$$c = R_b - R_0 \times \frac{0,1A \times a_s}{(R_s - R_0) \times 1\,000} \times \frac{m}{V \times 0,1A}$$

$$= \frac{(R_b - R_0)}{(R_s - R_0)} \times \frac{a_s}{1\,000} \times \frac{m}{V}$$

Comme on ajoute, en tant qu'agent stabilisant, 20 ml d'acide nitrique (4.2) par litre d'échantillon, il est nécessaire d'introduire une correction correspondante, un volume initial de 1 000 ml équivalent à un volume d'échantillon acidifié de 1 020 ml.

L'équation finale donnant l'activité volumique pour c , en becquerels par litre (par rapport à l'étalon considéré), devient donc

$$c = \frac{(R_b - R_0)}{(R_s - R_0)} \times \frac{a_s}{1\,000} \times \frac{m}{V} \times 1,02$$

Consigner les résultats avec les dates de l'échantillonnage, de la calcination et du comptage, et l'épaisseur de la source en milligrammes par millimètre carré.

EXEMPLE de RAPPORT

$(0,42 \pm 0,04) \text{ Bq. l}^{-1}$ (équivalent ^{241}Am)

Le niveau de confiance (2σ) indiqué ne doit tenir compte que des erreurs de comptage.

Date de l'échantillonnage: 10 janvier 1988

Date de la calcination: 20 janvier 1988

Date de comptage: 2 février 1988

Épaisseur de la source: $0,1 \text{ mg}\cdot\text{mm}^{-2}$ ($10 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$)

9 Fidélité

9.1 Écart-type

L'écart-type s_c des valeurs de l'activité de l'échantillon résultant de l'erreur statistique de comptage est calculé comme suit:

$$s_c = \sqrt{\frac{R_b}{t_b} + \frac{R_0}{t_0}} \times \frac{a_s \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V} \quad \dots (3)$$

ou t_b et t_0 sont les temps de comptage respectifs de l'échantillon et du fond de rayonnement. L'écart-type associé au comptage de la source étalon étant négligeable au regard de celui qui est associé au comptage de l'échantillon, le résultat doit être indiqué avec un écart-type «exclusivement lié aux erreurs de comptage».

9.2 Limite de détection

La limite de détection pour la détermination de l'activité alpha globale peut être calculée avec un bon niveau d'approximation d'après la formule suivante, pour une probabilité d'erreur α ou un coefficient de confiance k :

$$c_{\min} = k \frac{a_s \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V} \times \sqrt{\frac{R_0}{t_b} \left(1 + \frac{t_b}{t_0}\right)}$$

La limite de détection est fonction de nombreux facteurs, dont la teneur de l'eau en matières solides, les dimensions de la source, le temps de comptage, le fond de rayonnement et le rendement de comptage. Une valeur type est donnée ci-dessous pour des valeurs définies de ces paramètres.

Avec de l'eau donnant un résidu calciné de $0,5 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$, une source de 50 mm de diamètre, un temps de comptage de 60 000 s, un taux de comptage de fond de $0,0016 \text{ s}^{-1}$ et un rendement partiel de 0,071 (pour le ^{239}Pu), la limite de détection obtenue est de $40 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ (avec sulfatation). Le résultat se caractérise par cinq degrés de liberté.

9.3 Sensibilité et erreur systématique

Elles dépendent de la quantité de matières inorganiques contenues dans l'eau, des caractéristiques du détecteur et des radionucléides présents.

Le tableau 1 donne des valeurs types de réponse d'un instrument pour différents radionucléides.

Tableau 1

Radionucléide	Réponse de l'instrument MeV (approx.)	Rendement de comptage partiel
²⁴¹ Am	5,4 – 5,5	0,11
²³⁹ Pu	5,1 – 5,15	0,071
U (composition isotopique naturelle)	²³⁸ U = 4,2	} 0,064
	²³⁴ U = 4,75	
	²³⁵ U = 4,4	
²⁵² Cf	6,12	0,13

Ces valeurs ont été calculées à partir des données obtenues par le Laboratory of the Government Chemist (Grande-Bretagne) avec un écran à scintillation en sulfure de zinc activé à l'argent. Des rendements partiels varient pour des détecteurs différents.

9.4 Optimisation de la détermination

Les particules alpha étant absorbées par la matière, il est nécessaire d'optimiser l'épaisseur de la source afin d'assurer un comptage maximum de l'échantillon avec une absorption minimale. Pour la présente méthode, la valeur optimale est fixée à $0,1 \text{ mg}\cdot\text{mm}^{-2}$ ($10 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$). Même avec cette épaisseur constante, il faut veiller à ce que l'échantillon et la source étalon soient aussi semblables que possible, par exemple pour ce qui concerne leur masse volumique et la distribution de la radioactivité.

La sensibilité et l'erreur systématique obtenues avec différents étalons sont indiquées en A.6, le rendement de comptage augmentant avec l'énergie des particules alpha à dimensions de source constantes.

10 Mise en évidence des interférences

10.1 Contamination

Effectuer un contrôle de contamination des réactifs utilisés pour la détermination en concentrant un certain volume de chacun d'entre eux par évaporation sur des plaques séparées. Vérifier que les

valeurs de l'activité obtenues sont négligeables comparées à celle de l'échantillon. Effectuer un contrôle global de contamination du système en traitant 1 litre \pm 10 ml d'eau distillée acidifiée avec 20 ml d'acide nitrique (4.2) et additionnée de $0,14 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ de gel de silice de qualité réactif chromatographique, et en mesurant l'activité. Comparer le résultat obtenu avec l'activité de $0,14 \text{ mg}$ de gel de silice directement déposé sur une plaque.

Vérifier à nouveau que la différence d'activité est négligeable au regard de celle de l'échantillon. Si tel n'est pas le cas, choisir des réactifs d'activité plus faible, ou introduire dans la méthode l'analyse d'un échantillon à blanc en substituant à l'opération 7.7 la procédure de vérification de la contamination globale du système décrite au premier alinéa de ce paragraphe.

10.2 Pertes d'activité

10.2.1 Isotopes du radon

NOTE 20 L'application de la présente méthode entraîne la volatilisation, donc la perte, de certains radionucléides. Parmi les radionucléides de la famille de l'uranium, le ²²²Rn disparaît au cours du traitement mais, avec ses descendants émetteurs alpha et bêta, croît ensuite à nouveau dans la source analysée, à partir du ²²⁶Ra présent. Un phénomène identique se produit avec les radionucléides de la famille du ²³²Th.

10.2.2 Polonium

NOTE 21 Certains isotopes émetteurs alpha du polonium qui apparaissent naturellement dans les chaînes de désintégration de l'uranium et du thorium peuvent être à l'origine d'une partie significative à l'activité alpha globale de certaines eaux. L'élément et certains de ses composés, notamment les halogénures à point de sublimation relativement bas, peuvent être volatilisés (par exemple, voir [1]). Les nitrates ([1] et [2]) et les sulfates (par exemple, voir [1]) étant stables jusqu'à des températures de l'ordre de $400 \text{ }^\circ\text{C}$ à $500 \text{ }^\circ\text{C}$ au moins, les pertes prévisibles en polonium sont négligeables dans les échantillons ayant subi un traitement à l'acide nitrique et une sulfatation.

10.3 Variations de réponse du système

NOTE 22 Le phénomène, inévitable, d'auto-absorption se traduit par des variations du rendement de comptage, qui sont fonction de la composition de l'eau en éléments radioactifs. Il convient de déterminer la réponse du système aux radionucléides susceptibles d'être rencontrés en ensemençant de la silice, du sulfate de calcium ou une autre matière neutre avec des quantités connues de solutions étalons de ces radionucléides. Après séchage minutieux et homogénéisation, on peut préparer des sources d'épaisseur égale à $0,0014 \text{ mg}\cdot\text{mm}^{-2}$ ($0,14 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$) et analyser leur activité. Il est alors possible de calculer la réponse du compteur, en taux de comptage par unité d'activité ($\text{cps}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Bq}^{-1}$).

10.4 Contrôle de qualité

Suivre les suggestions du fabricant relatives au contrôle de qualité des instruments, et préparer en outre des cartes d'assurance qualité pour les étalons et le fond de rayonnement. Analyser des plaques de comptage de l'étalon et du fond de rayonnement pour chaque lot d'échantillons et établir des cartes de contrôle adaptées (voir par exemple [3] et [4]). On trouvera des informations plus détaillées dans l'ISO/CD 8465:—²⁾ *Guide pour les cartes de contrôle*.

NOTE 23 Il est possible de contrôler les performances d'un opérateur en lui faisant préparer six sources au moins, obtenues chacune en ajoutant à 1 litre d'eau distillée une quantité connue d'un radionucléide émetteur alpha, et du calcium soluble en quantité suffisante pour permettre l'obtention après calcination d'au moins 0,14 mg de résidu en vue de la préparation de la source à analyser.

11 Réglementation

S'assurer que l'ensemble des réglementations nationales et internationales qui régissent la manipulation des matières radioactives dans le pays d'application sont respectées.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon, y compris la durée de l'échantillonnage;
- c) radionucléides étalons utilisés;
- d) valeur de l'activité alpha globale, en $\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$, indiquée avec trois chiffres significatifs;

si le résultat est inférieur à la limite de détection telle que définie en 9.2, le signaler explicitement;
- e) dates de l'échantillonnage, de la calcination et du comptage;
- f) tous détails notables relevés au cours du dosage;
- g) tous détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale;
- h) tous détails opératoires considérés comme facultatifs, par exemple la filtration de l'échantillon.

ISO 9696:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a66a5021-e91e-46ff-91c2-cf91394e7c47/iso-9696-1992>

2) À publier.