
**Qualité de l'eau — Mesurage de l'activité
alpha globale des eaux non salines —
Méthode par source concentrée**

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9696:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9696:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2007

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et symboles	2
4 Principe	2
5 Réactifs et appareillage	3
6 Mode opératoire	4
7 Contrôle de contamination	8
8 Expression des résultats	8
9 Rapport d'essai	10
Bibliographie	12

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9696:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aef1ba6759a/iso-9696-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aef1ba6759a/iso-9696-2007>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée 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.

L'ISO 9696 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9696:1992), qui a fait l'objet d'une révision technique.

[ISO 9696:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007>

Qualité de l'eau — Mesurage de l'activité alpha globale des eaux non salines — Méthode par source concentrée

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale connaissent les bonnes pratiques de laboratoire usuelles. La présente Norme internationale n'a pas pour objectif d'aborder toutes les questions relatives à la sécurité associées à sa mise en œuvre. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de mettre en place les consignes de sécurité et de protection individuelle appropriées et de s'assurer de leur conformité avec la législation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément à la présente Norme internationale soient menés par un personnel qualifié.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie 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).

La méthode décrite est applicable à l'analyse des eaux brutes et des eaux potables.

La gamme de validité de la méthode dépend de la quantité de matière en suspension contenue dans l'eau et des caractéristiques du compteur (taux de comptage du fond de rayonnement et rendement de comptage).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 31-9, *Grandeurs et unités — Partie 9: Physique atomique et nucléaire*

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: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

ISO 5667-14, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 14: Lignes directrices pour le contrôle de la qualité dans l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales*

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

Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM), BIPM, CEI, FICC, ISO, OIML, UICPA, UIPPA

3 Termes, définitions et symboles

Pour les besoins du présent document, les termes, définitions et symboles donnés dans l'ISO 31-9 ainsi que les symboles suivants, s'appliquent.

V_t	Volume de l'échantillon d'eau, en litres
V	Volume de l'aliquote, en litres, équivalent à la masse de résidu sur la coupelle
m	Masse, en milligrammes, du résidu calciné du volume V
m_r	Masse de résidu déposé sur la coupelle, en milligrammes
A	Activité alpha de la source d'étalonnage, en becquerels
c_A	Activité volumique, en becquerels par litre
t_0	Temps de comptage du mouvement propre, en secondes
t_g	Temps de comptage de l'échantillon, en secondes
r_0	Taux de comptage du mouvement propre, par seconde
r_g	Taux de comptage brut de l'échantillon, par seconde
r_s	Taux de comptage de la source d'étalonnage, par seconde
ε	Rendement de comptage de l'étalon radioactif
S	Surface de la coupelle, en millimètres carrés
$u(c_A)$	Incertitude-type de l'activité volumique, en becquerels par litre
U	Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(a)$ avec $k = 1, 2, \dots$, en becquerels par litre
c_A^*	Seuil de décision, en becquerels par litre
$c_A^\#$	Limite de détection, en becquerels par litre
$c_A^<, c_A^>$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre

4 Principe

La radioactivité alpha globale est déterminée en mesurant l'activité du résidu d'évaporation d'un échantillon d'eau déposé sur une coupelle, en utilisant un compteur proportionnel ou un compteur à scintillation solide. Compte tenu de l'importance du phénomène d'absorption dans le résidu, on considère que l'émission alpha émise par la surface est proportionnelle à l'activité alpha du dépôt.

La détermination de l'activité alpha globale n'est pas une détermination absolue de la radioactivité alpha de l'échantillon, mais une détermination relative par rapport à un radioélément spécifique émetteur alpha qui constitue la source d'étalonnage. Ce type de détermination est également connu sous le nom d'indice alpha.

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 coupelle et l'activité alpha mesurée par comptage dans un système de comptage préalablement étalonné avec une source alpha de référence et l'activité volumique alpha est ensuite calculée.

5 Réactifs et appareillage

5.1 Réactifs

Excepté pour la solution certifiée de référence, tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne pas avoir d'activité alpha mesurable.

NOTE Une méthode de préparation des blancs pour contrôle de la radioactivité endémique ou de la contamination est indiquée dans l'Article 7.

5.1.1 Eau, distillée ou déminéralisée, pour toutes les applications.

5.1.2 Solution certifiée de référence.

Un laboratoire d'étalonnage assure la traçabilité de ses propres étalons et instruments de mesure au Système International (SI) au moyen de chaînes ininterrompues d'étalonnages ou d'intercomparaisons les raccordant aux étalons primaires du SI d'unités. Le lien au SI d'unités peut être effectué en se référant à des étalons nationaux. Les étalons nationaux peuvent être des étalons primaires qui sont des matérialisations des unités SI ou des représentations reconnues des unités SI basées sur des constantes physiques fondamentales, il peut aussi s'agir d'étalons secondaires raccordés à un autre institut national de métrologie. Lorsqu'il est fait appel à des services d'étalonnage extérieurs, la traçabilité des mesures doit être assurée en faisant appel à des laboratoires capables de démontrer leur compétence, leur capacité de mesure et leur raccordement. Les certificats d'étalonnage émis par ces laboratoires doivent obligatoirement comporter les résultats de mesure, y compris l'incertitude de mesure et/ou un certificat de conformité avec une spécification métrologique identifiée.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aefbaf6759a/iso-9696-2007>

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

Parmi les solutions d'étalonnage des radionucléides artificiels émetteurs alpha, les plus utilisées sont ^{241}Am et ^{239}Pu . En cas d'utilisation de ^{239}Pu , la présence de l'impureté ^{241}Pu doit être prise en compte puisqu'elle peut induire une augmentation de la présence de ^{241}Am dans les solutions d'étalonnage préparées. En cas d'utilisation de ^{241}Am , les interférences possibles avec ses émissions gamma, ou les réjections alpha-bêta, doivent être prises en compte (voir Référence [1]).

NOTE 1 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.

NOTE 2 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.

ISO 9696:2007(F)

5.1.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/l}$.

5.1.4 Acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$, fraction massique $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 95 \%$

5.1.5 Solvants organiques volatils.

Méthanol et acétone.

5.1.6 Acétate de vinyle.

5.1.7 Sulfate de calcium (CaSO_4).

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.

5.2 Appareillage

5.2.1 Matériel courant de laboratoire.

5.2.2 Compteur alpha.

Le comptage de l'activité alpha doit être effectué en utilisant un des systèmes suivants: un détecteur à scintillation solide de sulfure de zinc activé à l'argent ou un détecteur à semi-conducteur [jonction en silicium implantée ou détecteur à barrière de surface en silicium (SSB)], ou encore un compteur proportionnel à gaz (avec ou sans fenêtre d'épaisseur $\leq 100 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$).

Si l'on utilise un compteur proportionnel à gaz, il est conseillé de choisir un système avec fenêtre alpha, ainsi la réjection bêta-alpha sera proche de zéro.

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

NOTE 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).

5.2.3 Coupelles, d'une épaisseur au moins égale à $2,5 \text{ mg}\cdot\text{mm}^{-2}$ ($250 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$), en acier inoxydable, avec un rebord; **plateaux de comptage**.

NOTE 1 Le diamètre de la coupelle est choisi en fonction des caractéristiques du compteur, c'est-à-dire du diamètre du détecteur et des dimensions de l'élément porte-source.

NOTE 2 Il est nécessaire de répartir uniformément la source. Certains opérateurs trouvent cela 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 par corrosion chimique).

5.2.4 Four à moufle, permettant de maintenir la température à $(350 \pm 10) \text{ }^\circ\text{C}$.

6 Mode opératoire

6.1 Échantillonnage

L'échantillonnage, le prélèvement et la conservation des échantillons d'eau doivent être conformes à l'ISO 5667-1, à l'ISO 5667-3 et à l'ISO 5667-14.

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

NOTE L'acidification réduit la perte par adsorption des éléments radioactifs en solution. Si elle est effectuée avant la filtration, elle entraîne la désorption des éléments radioactifs déjà adsorbés sur les particules en suspension.

6.2 Étape préliminaire

La détermination de la teneur totale de l'eau en matières solides doit être réalisée pour déterminer le plus petit volume d'eau nécessaire pour la mesure. 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 R tel que:

$$R = \frac{m_r}{S} \geq 0,1 \quad (1)$$

En fonction du résultat obtenu, prélever un échantillon de volume suffisant pour l'étape de concentration décrite ci-dessous.

Il convient de ne pas réaliser l'analyse dans un local où sont utilisés des traceurs radioactifs.

6.3 Concentration

Transvaser dans un bécher un volume, V , en litres ($\pm 1\%$), de l'échantillon choisi, permettant d'obtenir après calcination une valeur de R supérieure à 0,1.

Dans le cas d'eaux très douces, le volume nécessaire pour obtenir $R > 0,1$ peut être trop important pour que son prélèvement soit possible. Il convient alors d'utiliser le plus grand volume possible ou d'ajouter des sels de calcium.

(standards.iteh.ai)

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

ISO 9696:2007

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

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

6.4 Sulfatation

Vérifier que les eaux de lavage contenues dans la capsule ont refroidi, et ajouter 1 ml ($\pm 20\%$) d'acide sulfurique (5.1.4).

Avec certaines eaux, le résidu obtenu après évaporation et séchage est impropre à la mesure de l'activité (parce qu'hygroscopique ou difficile à étaler). La sulfatation permet souvent de résoudre cette difficulté. Le volume d'acide sulfurique (5.1.4) employé permet la sulfatation de 1,8 mg environ de carbonate de calcium. Pour avoir un excès d'acide, il convient de choisir le volume initial de l'échantillon de façon que sa teneur totale en matière 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), et chauffer jusqu'à dégagement de vapeurs d'acide sulfurique. Transférer alors la capsule sur une plaque chauffante et continuer à chauffer jusqu'à dégagement total des vapeurs.