
**Qualité de l'eau — Détermination de
l'activité volumique des radionucléides —
Méthode par spectrométrie gamma à
haute résolution**

*Water quality — Determination of the activity concentration of
radionuclides — Method by high resolution gamma-ray spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10703:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-fb50ef0d25fe/iso-10703-2007)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-
fb50ef0d25fe/iso-10703-2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-fb50ef0d25fe/iso-10703-2007)



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 10703:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-fb50ef0d25fe/iso-10703-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-fb50ef0d25fe/iso-10703-2007>



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 |
| Introduction | v |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 2 |
| 4 Symboles | 3 |
| 5 Principe | 4 |
| 6 Sources de référence | 4 |
| 7 Réactifs | 5 |
| 8 Équipement de spectrométrie gamma | 5 |
| 9 Échantillonnage | 7 |
| 10 Mode opératoire | 8 |
| 11 Expression des résultats | 11 |
| 12 Rapport d'essai | 16 |
| Annexe A (informative) Exemple de solution d'entraîneur pouvant être ajoutée à l'échantillon d'eau lorsqu'une eau de rejet d'une centrale nucléaire est analysée | 17 |
| Annexe B (informative) Calcul de l'activité mesurée par spectrométrie gamma utilisant une soustraction de bruit de fond linéaire (absence d'interférence dans le pic) | 18 |
| Bibliographie | 20 |

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 10703 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10703:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10703:2007
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-fb50ef0d25fe/iso-10703-2007>

Introduction

La présente Norme internationale présente une méthode de détermination simultanée de l'activité volumique de plusieurs radionucléides émetteurs de rayonnements gamma dans les échantillons d'eau par spectrométrie gamma utilisant des détecteurs de germanium de très haute pureté (HPGe), après prélèvement dans les règles de l'art, préparation et, si nécessaire ou souhaitable, traitement de ces échantillons. Les radionucléides émetteurs gamma sont très répandus et sont autant d'origine naturelle que d'origine artificielle. C'est pourquoi les échantillons environnementaux contiennent en général une multitude d'émetteurs gamma différents. La spectrométrie gamma à haute résolution offre donc un outil d'analyse utile pour effectuer des mesurages environnementaux.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 10703:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-fb50ef0d25fe/iso-10703-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-fb50ef0d25fe/iso-10703-2007>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10703:2007](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-fb50ef0d25fe/iso-10703-2007>

Qualité de l'eau — Détermination de l'activité volumique des radionucléides — Méthode par spectrométrie gamma à haute résolution

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 présente une méthode de détermination simultanée des activités volumiques de différents radionucléides émetteurs de rayonnements gamma d'énergies comprises entre 40 keV et 2 MeV, d'échantillons d'eau, par spectrométrie gamma en utilisant un détecteur de germanium de haute résolution couplé à un analyseur multicanal.

NOTE La détermination des activités volumiques des radionucléides émetteurs de rayonnement gamma d'énergie inférieure à 40 keV et supérieure à 2 MeV est également envisagée dans le cadre de la présente Norme internationale, à condition d'adapter à cette fin l'étalonnage du système de mesure et le blindage.

La présente Norme internationale comprend les procédures d'étalonnage et de détermination des efficacités du système de mesure en fonction des énergies, d'analyse du spectre et de détermination des activités volumiques des différents radionucléides présents dans l'échantillon étudié. Elle ne s'applique qu'aux échantillons homogènes. Les échantillons présentant une activité typiquement comprise entre 1 Bq et 10^4 Bq peuvent être mesurés tels quels, c'est-à-dire sans dilution, ni concentration, ni équipement (électronique) particulier.

En fonction de différents facteurs tels que l'énergie et le pourcentage d'émission des émetteurs gamma considérés, la taille et la géométrie de l'échantillon et du détecteur, le blindage, le temps de comptage et d'autres paramètres expérimentaux, l'échantillon peut être concentré par évaporation, lorsqu'il s'agit de mesurer des activités inférieures à 1 Bq. De la même façon, si l'activité est très supérieure à 10^4 Bq, on peut soit diluer l'échantillon, soit prélever un aliquote de l'échantillon, soit augmenter la distance entre le détecteur et la géométrie de comptage, soit appliquer une correction d'empilement (pics somme).

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 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: 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

CEI 60973, *Méthodes d'essais de détecteurs gamma en germanium*

CEI 61151, *Instrumentation nucléaire — Amplificateurs et préamplificateurs utilisés avec des détecteurs de rayonnements ionisants — Méthodes d'essais*

CEI 61452, *Instrumentation nucléaire — Mesure des taux d'émission gamma de radionucléides — Étalonnage et utilisation des spectromètres germanium*

3 Termes et définitions

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

3.1 mouvement propre
conteneur de composition identique à celui utilisé pour l'essai sur l'échantillon d'eau rempli d'eau déminéralisée exempte de radon

3.2 temps mort
laps de temps devant s'écouler entre deux impulsions consécutives ou événements ionisants pour qu'ils soient reconnus par le système de détection comme impulsions ou événements différents

3.3 correction de temps mort
correction à appliquer au nombre d'impulsions observées de façon à prendre en compte le nombre d'impulsions perdues pendant le temps mort

3.4 constante de désintégration
 λ
(radionucléide dans un état énergétique particulier) quotient de dP par dt , où dP est la probabilité qu'un noyau donné subisse une transition nucléaire spontanée à partir de cet état d'énergie dans l'intervalle du temps dt

$$\lambda = \frac{dP}{dt} = - \frac{1}{N} \frac{dN}{dt}$$

où N est le nombre de noyaux concernés existant au temps t

3.5 efficacité de comptage
dans les conditions de détection définies, rapport du nombre de photons gamma détectés sur le nombre de photons gamma de même espèce émis par la source de radiation dans le même laps de temps

3.6 résolution en énergie
mesure, à une énergie donnée, de la plus petite différence entre l'énergie de deux rayonnements gamma pouvant être mise en évidence à l'aide de l'appareil utilisé pour la spectrométrie gamma

3.7**pic d'absorption totale**

pic du spectre correspondant à l'absorption totale de l'énergie des photons dans la partie sensible du détecteur par effet photoélectrique ou par interactions de photons consécutives à la création de paires électrons-trous (uniquement pour les photons d'énergie supérieure à 1 022 keV), à effet Compton et à l'absorption photoélectrique

3.8**cascade gamma**

deux ou plusieurs photons gamma différents émis successivement dans le temps de résolution, par un seul noyau lorsqu'il se désexcite en passant par un ou plusieurs niveaux d'énergie intermédiaires

3.9**rayonnement gamma**

rayonnement électromagnétique émis lors d'un processus de transition nucléaire ou d'annihilation de particule

3.10**spectrométrie gamma**

méthode de mesurage des rayonnements gamma fournissant un spectre énergétique

3.11**empilement**

génération, par un spectromètre, d'impulsions résultant de l'absorption simultanée par le détecteur de particules, ou photons, provenant de la désintégration de différents noyaux

NOTE Ces particules ou photons sont alors comptabilisé(e)s comme un(e) seul(e) et unique particule ou photon dont l'énergie est soit leur énergie individuelle, soit la somme de toutes leurs énergies.

3.12**probabilité de transition**

fraction du noyau qui se désintègre d'une manière spécifique

ISO 10703:2007
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7207ebf-1679-4c5f-9de9-fb50ef0d25fe/iso-10703-2007>

4 Symboles

| | |
|-------------------------------|--|
| V | Volume de l'échantillon d'eau pour essai, en litres |
| A | Activité de chacun des radionucléides dans la source d'étalonnage, au moment de l'étalonnage, en becquerels |
| $c_A, c_{A,c}$ | Activité volumique de chaque radionucléide, sans et avec corrections respectivement, en becquerels par litre |
| t_g | Temps de comptage de l'échantillon, en secondes |
| t_0 | Temps de comptage du mouvement propre, en secondes |
| t_s | Temps de comptage de la source d'étalonnage, en secondes |
| $n_{N,E}, n_{N0,E}, n_{Ns,E}$ | Nombre de coups dans l'aire nette du pic considéré, à l'énergie E , respectivement pour les spectres de l'échantillon, du mouvement propre et d'étalonnage |

| | |
|---|--|
| $n_{g,E}, n_{g0,E}, n_{gs,E}$ | Nombre de coups dans l'aire brute du pic considéré, à l'énergie E , respectivement pour les spectres de l'échantillon, du mouvement propre et d'étalonnage |
| $n_{b,E}, n_{b0,E}, n_{bs,E}$ | Nombre de coups dans la ligne de base du pic considéré, à l'énergie E , respectivement pour les spectres de l'échantillon, du mouvement propre et d'étalonnage |
| ε_E | Efficacité du détecteur à l'énergie E pour la géométrie de mesure utilisée |
| P_E | Probabilité d'émission d'un rayonnement gamma avec une énergie E de chaque radionucléide, par désintégration |
| λ | Constante de désintégration de chaque radionucléide, en secondes inverses |
| $u(c_A), u(c_{A,c})$ | Incertitude-type associée au résultat d'un mesurage, sans et avec corrections, en becquerels par litre |
| U | Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$, en becquerels par litre |
| $c_A^*, c_{A,c}^*$ | Seuil de décision, sans et avec corrections, en becquerels par litre |
| $c_A^\#, c_{A,c}^\#$ | Limite de détection, sans et avec corrections, en becquerels par litre |
| $c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$ | Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre |

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Principe

Les rayonnements gamma produisent des paires d'électron-trous en interagissant avec la matière. Lorsqu'on applique une tension aux bornes d'un détecteur semi-conducteur, ces paires d'électron-trous sont détectées, après amplification, comme des impulsions électriques. L'amplitude des impulsions dépend de l'énergie des photons gamma (ou photons) absorbée dans le temps de résolution du détecteur et de l'électronique associée. En établissant une discrimination entre les amplitudes des impulsions, on obtient un spectre de rayonnements gamma. Après analyse du spectre, on attribue les différents pics aux radionucléides ayant émis les rayonnements gamma correspondants. L'activité des radionucléides présents dans l'échantillon est ensuite calculée à l'aide de l'efficacité du détecteur associée à l'énergie déterminée précédemment.

6 Sources de référence

Toutes les sources certifiées de référence doivent être raccordées à un étalon national ou international.

6.1 Source(s) de référence pour l'étalonnage en énergie

Il est impératif d'utiliser une ou plusieurs sources de référence émettant des rayonnements gamma avec des énergies précisément connues et couvrant la gamme entière des énergies à mesurer.

Il est recommandé d'utiliser des sources qui couvrent la gamme d'énergie d'intérêt. Choisir une source de telle sorte qu'au moins neuf pics d'absorption totale soient répartis uniformément sur la gamme d'énergie étudiée; pour ce faire, il est recommandé d'utiliser des sources contenant des radionucléides à vie longue (europium-152, americium-241, cobalt-60, césium-137). Pour un contrôle périodique de l'étalonnage en énergie, un plus petit nombre de pics d'énergie peut être utilisé.

6.2 Source(s) de référence pour l'étalonnage en efficacité

Il est impératif d'utiliser une ou plusieurs sources de référence, reliée(s) aux étalons nationaux, dont l'incertitude sur les activités est connue. Des sources multi-radionucléides (multi-gamma) peuvent être utilisées. Les énergies des rayonnements gamma émis doivent être réparties sur toute la gamme d'énergie à analyser, pour pouvoir déterminer de façon suffisamment précise la dépendance en énergie de l'efficacité de l'appareil de mesure. La plupart du temps, la précision est suffisante si on obtient une différence inférieure à 10 % de l'efficacité de comptage à 120 keV, entre les efficacités de comptage obtenues pour 2 énergies qui se suivent, lorsque les radionucléides requis sont présents. Pour déterminer l'activité d'un radionucléide émetteur de rayonnements gamma dans la gamme d'énergie allant de 40 keV à 100 keV, il convient d'évaluer l'efficacité de comptage pour ce type de rayonnement gamma sur la base d'un étalonnage avec ce radionucléide particulier.

NOTE Pour une gamme d'énergie allant de 100 keV à 2 000 keV, les radionucléides suivants peuvent être utilisés: manganèse-54, cobalt-57, zinc-65, strontium-85, yttrium-88, cadmium-109, étain-113, césium-137, cérium-139. Les radionucléides présentant des transitions en cascade (p.e. le cobalt-60 et le césium-134) devraient être utilisés avec précautions. Le mercure étant volatil, il ne peut pas être incorporé dans les sources solides préparées par évaporation.

7 Réactifs

Les réactifs suivants doivent être utilisés lorsque l'échantillon est concentré par évaporation avec rétention de l'iode. Utiliser uniquement des réactifs reconnus de bonne qualité analytique. Uniquement de l'eau conforme au grade 3 de l'ISO 3696 doit être utilisée pour toutes les applications.

7.1 Acide nitrique concentré, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mole/l}$, fraction volumique ou fraction massique = 69 % [$\rho(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ g/ml}$].

7.2 Acide sulfurique concentré, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 17,9 \text{ mole/l}$, fraction volumique ou fraction massique = 95 % [$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$].

7.3 Solution de nitrate d'argent, $c(\text{AgNO}_3) = 3,2 \text{ g/l}$.

Dissoudre 3,2 g de nitrate d'argent dans l'eau acidifiée avec 0,1 ml d'acide nitrique et diluer avec de l'eau jusqu'à un volume total de 1 l.

7.4 Solution d'iodure de potassium, $c(\text{KI}) = 1,3 \text{ g/l}$.

Dissoudre 1,3 g de iodure de potassium dans 1 l d'eau.

7.5 Sulfite de sodium, Na_2SO_3 .

7.6 Solution de peroxyde d'hydrogène, $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 0,3 \text{ g/l}$.

7.7 Solution de carbonate de sodium, Na_2CO_3 , saturée à 20 °C.

8 Équipement de spectrométrie gamma

L'appareil de mesure consiste en deux parties principales: le détecteur et le dispositif permettant de traiter, de mémoriser et d'analyser les signaux émis par le détecteur. Le signal de sortie du détecteur est en général transmis à un analyseur multicanal avec mémoires tampons (MCA et MCB) et le traitement, l'affichage, la mémorisation et l'analyse des données sont effectués par un microprocesseur à l'aide de logiciels et de matériels périphériques associés.

Pour les parties électroniques, des composants de traitement numérique du signal (DSP, *digital signal processing*) sont de plus en plus communément utilisés.

L'appareillage doit comprendre les parties décrites en 8.1 à 8.8.