

---

---

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

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

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 9697:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-b50adecee7e9/iso-9697-2008)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-  
b50adecee7e9/iso-9697-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-b50adecee7e9/iso-9697-2008)



**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 9697:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-b50adecee7e9/iso-9697-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-b50adecee7e9/iso-9697-2008>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2008

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Symboles, définitions et unités</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs et matériel</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Contrôle de source</b> .....	<b>7</b>
<b>8</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>8</b>
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>10</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>12</b>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 9697:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-b50adecee7e9/iso-9697-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-b50adecee7e9/iso-9697-2008>

## 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 9697 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9697:1992), qui a fait l'objet d'une révision technique.

[ISO 9697:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-b50adecee7e9/iso-9697-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-b50adecee7e9/iso-9697-2008>

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

**AVERTISSEMENT** — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale soit familiarisé avec les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale 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 conduits conformément à la présente Norme internationale soient effectués par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'activité bêta globale des eaux non salines. La méthode couvre les radionucléides non volatils émetteurs bêta avec des énergies maximales  $> 0,3$  MeV. Le mesurage des émetteurs bêta de très faible énergie tels que  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{35}\text{S}$  et  $^{241}\text{Pu}$  n'est pas inclus dans la présente Norme internationale.

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fa34664-25f3-44ad-98d2-b50adecece7e9/iso-9697-2008>

## 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 3696:1987, *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 9696, *Qualité de l'eau — Mesurage de l'activité alpha globale des eaux non salines — Méthode par source concentrée*

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

ISO 80000-10, *Grandeurs et unités — Partie 10: Physique atomique et nucléaire* <sup>1)</sup>

1) À publier. (Révision de l'ISO 31-9:1992)

### 3 Symboles, définitions et unités

Pour les besoins du présent document, les symboles, définitions et unités donnés dans l'ISO 80000-10 ainsi que les suivants s'appliquent.

$A$	activité bêta, en becquerels, de la source d'étalonnage
$c_A$	concentration en activité bêta, en becquerels par litre
$c_A^*$	seuil de décision, en becquerels par litre
$c_A^\#$	limite de détection, en becquerel par litre
$c_A^<, c_A^>$	limites supérieure et inférieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre
$m$	masse, en milligrammes, de résidu calciné du volume, $V$
$m_r$	masse, en milligrammes, du résidu de l'échantillon déposé sur la coupelle
$r_0$	taux de comptage du bruit de fond, par seconde
$r_{0\alpha}$	taux de comptage du bruit de fond, par seconde, de la fenêtre alpha
$r_g$	taux de comptage global d'échantillon, par seconde
$r_{g\alpha}$	taux de comptage global, par seconde, de la source d'étalonnage alpha
$r_s$	taux de comptage de l'étalonnage, par seconde
$r_{s\alpha}$	taux de comptage d'étalonnage, par seconde, de la source d'étalonnage alpha
$S$	surface, en millimètres carrés, de la coupelle
$t_0$	temps de comptage du bruit de fond, en secondes
$t_g$	temps de comptage de l'échantillon, en secondes
$u(c_A)$	incertitude type, en becquerels par litre, associée au résultat de mesure
$U$	incertitude étendue, en becquerels par litre, calculée par $U = ku(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$
$V$	volume, en litres, de l'échantillon soumis à essai équivalent à la masse de solide sur la coupelle
$V_t$	volume, en litres, de l'échantillon d'eau
$\varepsilon$	efficacité de comptage pour l'étalon radioactif spécifié
$\chi$	taux de rejet alpha-bêta, pourcentage de comptage alpha passant dans la fenêtre bêta depuis la source d'étalonnage alpha

### 4 Principe

La détermination de l'activité bêta globale n'est pas une détermination absolue de la radioactivité de l'ensemble des radionucléides émetteurs bêta d'un échantillon, mais une détermination relative par rapport à un émetteur bêta spécifique qui constitue la source d'étalonnage de référence. Ce type de détermination est également appelé indice bêta.

L'échantillon, prélevé, manipulé et conservé comme spécifié dans l'ISO 5667-1 et dans l'ISO 5667-3, est évaporé pratiquement à sec, converti sous forme de sulfate puis calciné à 350 °C. Une partie du résidu est transférée sur une coupelle et l'activité bêta est mesurée par comptage dans un dispositif de comptage approprié étalonné par rapport à un étalon bêta approprié, tel que le potassium-40 ( $^{40}\text{K}$ ) ou le strontium-90-yttrium-90 ( $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ ).

Si des mesurages alpha et bêta globaux sont nécessaires simultanément sur le même échantillon d'eau, le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale est identique à celui spécifié dans l'ISO 9696 et les sources d'échantillon peuvent être mesurées jusqu'à 10 mg/cm<sup>2</sup>.

## 5 Réactifs et matériel

### 5.1 Réactifs

À l'exception de la solution de référence certifiée, tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne doivent contenir aucune activité bêta détectable.

NOTE Une méthode permettant de préparer des blancs de réactif afin de contrôler l'absence de toute radioactivité endémique ou de contamination est présentée à l'Article 7.

**5.1.1 Eau**, conforme à l'ISO 3696:1987, qualité 3.

**5.1.2 Solution de référence certifiée.** Un laboratoire d'étalonnage établit la traçabilité de ses propres étalons de mesure et instruments de mesure conformément au Système international d'unités (système SI) au moyen d'une chaîne continue d'étalonnages ou de comparaisons reliant ceux-ci à des étalons primaires appropriés du système d'unités SI. Le lien avec les unités SI peut être établi en référence à des étalons de mesure nationaux. Les étalons de mesure nationaux peuvent être des étalons primaires, qui sont des réalisations primaires des unités SI ou des représentations reconnues d'unités SI basées sur des constantes physiques fondamentales, ou peuvent être des étalons secondaires qui sont des étalons étalonnés par un autre institut de métrologie nationale. Lors de l'utilisation de services d'étalonnage externes, la traçabilité de mesure doit être assurée par l'utilisation de services d'étalonnage de laboratoires qui peuvent démontrer leur compétence, leur capacité de mesure et leur traçabilité. Les certificats d'étalonnage émis par ces laboratoires doivent contenir les résultats de mesure, comprenant l'incertitude de mesure et/ou une déclaration de conformité à une spécification métrologique identifiée.

Le choix d'étalons bêta dépendra de la connaissance du type de contaminant radioactif susceptible d'être présent dans les eaux soumises à essai. Parmi les solutions étalons de radionucléides émetteurs bêta, celles avec du  $^{90}\text{Sr}$  et du  $^{40}\text{K}$  sont couramment utilisées.

NOTE L'activité bêta du  $^{40}\text{K}$  dans le potassium naturel est de 27,4 Bq/g et donc dans le chlorure de potassium, elle est de 14,4/1 000 Bq/mg.

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

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

**5.1.5 Solvants organiques volatils**: méthanol et acétone.

**5.1.6 Sulfate de calcium**,  $\text{CaSO}_4$ .

**ATTENTION** — Étant donné que les sels de calcium peuvent contenir des traces de  $^{226}\text{Ra}$  et/ou de  $^{210}\text{Pb}$ , le contrôle de la présence de ces nucléides doit être effectué.

## 5.2 Matériel

Matériel courant de laboratoire et en particulier ce qui suit.

**5.2.1 Compteur bêta**, de préférence du type utilisant un compteur proportionnel à circulation de gaz, comportant un détecteur de scintillation plastique ou un détecteur de particules chargées de silicium [silicium plan implanté passivé (PIPS)].

Si un compteur proportionnel à circulation de gaz est utilisé, il est recommandé de choisir la fenêtre bêta de manière à obtenir un taux de rejet bêta-alpha proche de zéro et de prendre en compte le taux de rejet alpha-bêta. Si un matériel autre qu'un compteur proportionnel à circulation de gaz est utilisé, le taux de rejet peut être ignoré.

Si un compteur proportionnel à circulation de gaz sans fenêtre est utilisé, effectuer des contrôles réguliers à l'aide de comptage d'échantillons de blanc pour détecter une contamination éventuelle du système de comptage.

NOTE La nature particulière de la source à compter peut conduire à des contaminations si elle est utilisée sous vide (comme dans le cas du PIPS) ou dans des systèmes à circulation de gaz (comme dans le cas d'un compteur proportionnel).

**5.2.2 Coupelle, plateau de comptage**, ayant une masse superficielle d'au moins 2,5 mg/mm<sup>2</sup> (250 mg/cm<sup>2</sup>), avec rebord et en acier inoxydable.

Le diamètre de la coupelle à utiliser est déterminé par les exigences du compteur, c'est-à-dire le diamètre du détecteur et les dimensions du porte-source.

NOTE Une source uniformément répartie est requise et certains opérateurs trouvent plus commode de préparer celle-ci sur une surface métallique polie, tandis que d'autres préfèrent utiliser une coupelle gravée ou rugueuse (le décapage au sable et l'attaque chimique ont été utilisés à cette fin).

**5.2.3 Four à moufle**, pouvant être maintenu à une température de  $(350 \pm 10)$  °C.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Échantillonnage

L'échantillonnage, la manipulation et la conservation des échantillons d'eau doivent être effectués comme spécifié dans l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-3 et l'ISO 5667-14.

Effectuer la filtration immédiatement après la collecte et avant acidification, le cas échéant, si le mesurage de l'activité est à réaliser sur l'échantillon d'eau filtré.

NOTE L'acidification de l'échantillon d'eau réduit au minimum la perte de matériau radioactif de la solution par adsorption. Si elle est effectuée avant la filtration, l'acidification désorbe le matériau radioactif initialement adsorbé sur le matériau particulaire.

### 6.2 Prétraitement

La détermination des matières solides totales dans l'eau peut être effectuée pour déterminer le plus faible volume d'eau nécessaire au mesurage. En tenant compte de manière appropriée des changements de composition dus à la calcination à 350 °C et à la sulfatation du résidu, calculer le volume d'échantillon requis pour produire une masse par unité de surface de résidu solide légèrement en excès,  $\rho_S$ , donnée par:

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

où

$m_r$  est la masse, en milligrammes, du résidu de l'échantillon déposé sur la coupelle;

$S$  est la surface, en millimètres carrés, de la coupelle.

Utiliser cette valeur en tant qu'indication pour le volume d'échantillon requis pour l'étape de concentration qui suit.

### 6.3 Étape de concentration

Transférer dans un bécher un volume mesuré,  $V$ , en litres, à  $\pm 1\%$  près, de l'échantillon choisi de sorte qu'après calcination, la valeur de  $\rho_S$  soit au moins égale à 0,1.

Avec des eaux très douces, il est possible que le volume requis pour obtenir  $\rho_S \geq 0,1$  soit trop important dans la pratique. Dans de tels cas, il convient d'utiliser le plus grand volume possible dans la pratique ou d'ajouter des sels de calcium.

Évaporer soigneusement sur une plaque chaude jusqu'à ce que le volume soit réduit à environ 50 ml et laisser refroidir.

Transférer la solution concentrée dans une capsule en silice (ou en porcelaine vitrifiée) tarée ayant été au préalable calcinée à 350 °C. Laver soigneusement le bécher avec une quantité minimale d'eau (5.1.1) et transférer les lavages dans la capsule.

NOTE Si le bécher est grand, il peut être pratique de transférer les lavages dans un bécher plus petit. Les lavages peuvent ensuite être réduits par évaporation à un volume plus faible pour faciliter le transfert dans la capsule en silice.

### 6.4 Étape de sulfatation

ISO 9697:2008

Certaines eaux peuvent, après séchage et calcination, produire un résidu inadéquat pour le mesurage de la radioactivité, parce qu'il est hygroscopique ou difficile à disperser. Un traitement de sulfatation est alors un traitement approprié pour de tels échantillons d'eau.

Veiller à ce que les lavages dans la capsule soient refroidis et ajouter ( $1 \pm 0,2$ ) ml d'acide sulfurique (5.1.4).

Le volume d'acide sulfurique choisi est capable de sulfater environ 1,8 g de carbonate de calcium. Afin d'obtenir un excès d'acide, il convient de choisir le volume d'échantillon initial de sorte que la teneur en matières solides totales ne dépasse pas 1 g (l'expérience avec certaines eaux peut démontrer que cette étape n'est pas nécessaire).

Évaporer soigneusement le contenu de la capsule à sec.

Afin d'éviter les projections, exposer la capsule à la chaleur par le dessus (à l'aide d'une lampe infrarouge) et continuer le chauffage jusqu'à ce que des fumées d'acide sulfurique se dégagent. Ensuite, transférer les capsules sur une plaque chaude et continuer le chauffage jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement de fumées.

### 6.5 Étape de calcination

Transférer la capsule et son contenu dans le four à moufle (5.2.3), calciner pendant 1 h à une température de ( $350 \pm 10$ ) °C et laisser refroidir à température ambiante, dans un dessiccateur.

Peser la capsule avec le résidu pour obtenir par différence la masse,  $m$ , en milligrammes, du résidu calciné.