
**Qualité de l'eau — Mesurage des activités
alpha globale et bêta globale des eaux
non salines — Méthode par dépôt d'une
source fine**

*Water quality — Measurement of gross alpha and gross beta activity in
non-saline water — Thin source deposit method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10704:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009>



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 10704:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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 Symboles, définitions et unités	2
4 Principe	3
5 Réactifs et équipement	3
6 Échantillonnage	5
7 Mode opératoire	5
8 Expression des résultats	8
9 Contrôle de l'interférence	12
10 Rapport d'essai	13
Bibliographie	14

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10704:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009>

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 10704 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10704:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009>

Qualité de l'eau — Mesurage des activités alpha globale et bêta globale des eaux non salines — Méthode par dépôt d'une source fine

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien 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 indispensable que les essais menés conformément à la présente Norme internationale le soient par du personnel qualifié.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination des activités alpha globale et bêta globale des eaux non salines pour des radionucléides émetteurs alpha et bêta.

La méthode est applicable aux eaux brutes et aux eaux potables peu chargées en matières dissoutes. Elle peut, après adaptation, s'appliquer à d'autres types d'eaux.

Le domaine d'application dépend de la quantité de matières dissoutes dans l'eau et des caractéristiques de performance de l'équipement de mesurage (taux de comptage du bruit de fond 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 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/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*

ISO/CEI Guide 98-3:2008, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

3 Symboles, définitions et unités

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

A	activité de la source d'étalonnage	Bq
A_a	activité de l'échantillon a, préparé en vue d'estimer l'auto-absorption	Bq
c_A	activité volumique	Bq l ⁻¹
c_A^*	seuil de décision	Bq l ⁻¹
$c_A^\#$	limite de détection	Bq l ⁻¹
$c_A^<, c_A^>$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance	Bq l ⁻¹
$f_{a\alpha}, f_{a\beta}$	facteur d'auto-absorption de l'échantillon a pour les voies α et β , respectivement	—
m_d	masse du dépôt	mg
m_p	masse de la coupelle	mg
m_{pd}	masse de la coupelle et du dépôt	mg
m_{pf}	masse de la coupelle et du filtre	mg
m_{pfd}	masse de la coupelle, du filtre et du dépôt	mg
$r_{0\alpha}, r_{0\beta}$	taux de comptage du bruit de fond dans les voies α et β , respectivement	s ⁻¹
$r_{a\alpha}, r_{a\beta}$	taux de comptage de l'échantillon a dopé dans les voies α et β , respectivement	s ⁻¹
$r_{g\alpha}, r_{g\beta}$	taux de comptage global de l'échantillon dans les voies α et β , respectivement	s ⁻¹
$r_{s\alpha}, r_{s\beta}$	taux de comptage de l'étalon dans les voies α et β , respectivement	s ⁻¹
t_0	temps de comptage du bruit de fond	s
t_g	temps de comptage de l'échantillon	s
t_s	temps de comptage de l'étalon	s
U	incertitude élargie calculée par $U = k \cdot u(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$	Bq l ⁻¹
$u(c_A)$	incertitude type associée au résultat de mesurage	Bq l ⁻¹
V	volume de l'échantillon pour essai	l
$\varepsilon_\alpha, \varepsilon_\beta$	rendement de comptage pour les voies α et β , respectivement	—
$\varepsilon_{a\alpha}, \varepsilon_{a\beta}$	rendement de comptage de l'échantillon a pour les voies α et β , respectivement	—
χ	interférence alpha dans la voie bêta	—

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10704:2009
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009>

4 Principe

IMPORTANT — Les déterminations des activités alpha et bêta globales ne sont pas des déterminations absolues de la radioactivité alpha et bêta de l'échantillon, mais sont des déterminations relatives à des émetteurs alpha ou bêta spécifiques qui constituent les sources étalons de référence.

Afin d'obtenir un dépôt mince directement sur une coupelle, l'échantillon peut être progressivement évaporé à sec à une température inférieure à environ 85 °C. Sinon pour la détermination alpha, il peut également être concentré par coprécipitation, le coprécipité filtré étant mesuré sur la coupelle (Référence [3]). Les activités alpha globale et bêta globale du dépôt sont mesurées par comptage dans un détecteur de particules alpha et bêta ou un système de comptage préalablement étalonné par rapport à des étalons émetteurs alpha et bêta.

Lorsque les matières en suspension sont présentes en quantité significative, une étape de filtration est nécessaire et les activités alpha et bêta globales peuvent également être déterminées pour la matière retenue sur le filtre.

IMPORTANT — Compte tenu de la recroissance des produits de filiation du radon au cours du temps, les résultats dépendent du temps écoulé entre la préparation de l'échantillon et le mesurage. À des fins de comparaison, il est recommandé de réaliser le mesurage au même moment après la préparation de l'échantillon.

5 Réactifs et équipement

5.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne doivent contenir aucune activité alpha et bêta détectable, à l'exception des solutions étalons radioactives.

5.1.1 Solutions étalons

5.1.1.1 Étalon alpha

Le choix de l'étalon alpha dépend de la connaissance du type de contaminant radioactif susceptible d'être présent dans les eaux soumises à essai. En général, cela équivaut à choisir entre des émetteurs naturels et des émetteurs artificiels.

^{241}Am et ^{239}Pu sont couramment utilisés parmi les solutions étalons de radionucléides artificiels émetteurs alpha. Lorsque ^{239}Pu est utilisé, la présence de ^{241}Pu en tant qu'impureté doit être prise en compte puisqu'elle est source de ^{241}Am dans les solutions étalons préparées. Lorsque ^{241}Am est utilisé, prendre en compte les interférences potentielles de ses émissions gamma.

NOTE Un composé d'uranium ayant une composition isotopique connue ou naturelle certifiée présente un avantage discutable, étant donné que son activité spécifique peut être calculée à partir de constantes physiques établies et de données d'abondance isotopique qui ne dépendent pas des modes opératoires d'étalonnage d'un organisme donné. Néanmoins, il est difficile d'obtenir un composé d'uranium dont la composition isotopique est connue. De plus, étant donné que les énergies des émissions alpha des isotopes d'uranium sont moins importantes que celles des nucléides transuraniens artificiels, l'utilisation d'un étalon d'uranium a tendance à donner un résultat plus élevé pour les éléments transuraniens.

5.1.1.2 Étalon bêta

Le choix de l'étalon bêta dépend de la connaissance du type de contaminant radioactif susceptible d'être présent dans les eaux soumises à essai.

Parmi les matières naturelles, ^{40}K sous la forme de chlorure de potassium, séché jusqu'à masse constante à 105 °C, peut être utilisé. Les solutions étalons de radionucléides artificiels émetteurs bêta ^{90}Sr / ^{90}Y sont couramment utilisées.

5.1.2 Agents mouillants ou tensioactifs

5.1.2.1 Acétate de vinyle

5.1.3 Solvants organiques volatils

5.1.3.1 Alcool éthylique

5.1.4 Eau, conforme aux exigences de l'ISO 3696, qualité 3.

5.1.5 Réactifs spécifiques pour la coprécipitation de radionucléides émetteurs alpha

5.1.5.1 Solution d'hydroxyde d'ammonium, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 6 \text{ mol/l}$.

5.1.5.2 Acide nitrique, concentré, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol/l}$.

5.1.5.3 Solution d'acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

5.1.5.4 Entraîneur de fer, solution de 5 mg de fer par millilitre.

5.1.5.5 Entraîneur de baryum, solution de 5 mg de baryum par millilitre.

5.2 Équipement

5.2.1 Équipement de laboratoire pour l'évaporation directe

Appareillage de laboratoire courant pour conserver et préparer l'échantillon tel que spécifié dans l'ISO 5667-3.

Une plaque chauffante, un évaporateur automatique ou tout autre appareillage approprié.

5.2.2 Équipement spécial pour la coprécipitation des radionucléides émetteurs alpha

5.2.2.1 Plaque chauffante avec agitateur

5.2.2.2 Lampe à infrarouge

5.2.2.3 Système de filtration sous vide

5.2.2.4 Filtres, taille des pores de $0,45 \mu\text{m}$.

5.2.3 Coupelle (plateaux de comptage)

Il doit s'agir d'une coupelle en acier inoxydable, à rebord. Le diamètre de la coupelle est déterminé en tenant compte du diamètre du détecteur et des dimensions du porte-source du compteur utilisé. Dans le cas spécifique de la coprécipitation, un support annulaire est utilisé pour fixer le filtre sur un porte-filtre ou sur la coupelle.

NOTE En tant que source, la prise d'essai et l'étalon, sont répandus directement sur la coupelle pour être évaporés. Il est plus facile de produire un dépôt régulier sur une surface métallique rugueuse; un sablage ou un décapage chimique peut être appliqué dans ce but, sinon, une coupelle ondulée peut être employée.

5.2.4 Équipement de mesurage: compteur alpha-bêta

Les activités alpha globale et bêta globale peuvent être mesurées à l'aide d'un détecteur à barrière de surface en silicium (SSB) ou d'un compteur proportionnel (sans fenêtres). Des détecteurs au Si implanté d'ions et des compteurs proportionnels à fenêtre mince ($\leq 100 \mu\text{g cm}^{-2}$) peuvent également être utilisés. Les activités alpha globale et bêta globale peuvent également être comptées au moyen d'un écran à scintillation au sulfure de zinc activé à l'argent et d'un détecteur à scintillation plastique, respectivement.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage, la manipulation et la conservation des échantillons d'eau doivent être réalisés conformément à l'ISO 5667-1 et l'ISO 5667-3.

L'échantillon pour laboratoire n'est généralement pas acidifié puisque la prise d'essai est directement évaporée sur la coupelle. L'acidification minimise la perte de matière radioactive de la solution par adsorption sur la paroi du flacon, mais elle est réalisée après la filtration, car sinon la matière radioactive déjà adsorbée sur la matière particulaire désorbe, ce qui augmente la teneur en sel de l'échantillon pour essai et donc l'épaisseur du dépôt. Si nécessaire, l'acide nitrique concentré peut être utilisé (il est recommandé d'éviter l'acide chlorhydrique).

7 Mode opératoire

7.1 Préliminaire

Calculer le volume d'échantillon pour laboratoire pour le mesurage de l'activité alpha globale, c'est-à-dire le volume de la prise d'essai, afin de produire un dépôt de masse superficielle inférieure à 5 mg cm^{-2} sur la coupelle (Références [6] et [7]). Avec les dépôts de masse superficielle inférieure à 5 mg cm^{-2} , le phénomène d'auto-absorption peut être négligé pour le mesurage de l'activité bêta globale.

Lorsque le même dépôt est utilisé pour le mesurage simultané des activités alpha globale et bêta globale, la limite de masse superficielle sur la coupelle pour les déterminations de l'activité alpha s'applique.

7.2 Préparation de la source

7.2.1 Préparation de la coupelle

Dégraissier les coupelles (5.2.3) à l'aide d'un solvant ou d'un agent tensioactif pour garantir une bonne répartition de la prise d'essai sur l'ensemble de la surface et par conséquent un dépôt de masse superficielle uniforme et adhérent aux coupelles. Certains fournisseurs dégraissent les coupelles à la fin d'un cycle de fabrication et délivrent, sur demande, un certificat d'attestation.

Conserver les coupelles qui ne sont pas utilisées immédiatement dans un dessiccateur afin d'éviter toute modification par l'atmosphère ambiante du laboratoire.

Peser les coupelles avant utilisation et enregistrer la masse, m_p . Si une méthode par coprécipitation est mise en œuvre, peser la coupelle et le filtre (5.2.2.4) avant utilisation et enregistrer la masse, m_{pf} .

Éviter de réutiliser les coupelles pour réduire toute contamination croisée. En cas de réutilisation des coupelles, l'absence de contamination doit être démontrée.

7.2.2 Évaporation

Transférer la prise d'essai sur la coupelle à l'aide d'un équipement, automatique ou non, d'incertitude connue (pipette, système de distribution de liquide) puis évaporer à sec avec soin.

Il convient que le résidu de dépôt forme une couche fine de masse superficielle uniforme pour limiter le phénomène d'auto-absorption et pour être similaire à la géométrie de la source d'étalonnage.

Après avoir refroidi les coupelles à température ambiante, les peser et enregistrer la masse, m_{pd} . La masse du dépôt, m_d , est donnée par l'Équation (1):

$$m_d = m_{pd} - m_p \quad (1)$$

Pour éviter des pertes par projection, maintenir la température en dessous d'environ 85 °C sur l'ensemble de la surface de la coupelle afin d'éviter les zones de surchauffe.

Avant de réaliser l'évaporation à sec de la prise d'essai sur la coupelle, il est possible de réaliser une étape de pré-évaporation avec l'équipement approprié (5.2.1).

Un dépôt homogène peut être obtenu de manière optimale sur des coupelles décapées et sablées. Si le dépôt n'est pas répandu de manière homogène, ajouter un agent mouillant ou un agent tensioactif (5.1.2).

7.2.3 Coprécipitation

Le volume utile recommandé est de 500 ml.

Si une prise d'essai de plus petit volume est analysée, compléter avec de l'eau jusqu'à 500 ml.

Si une prise d'essai de plus grand volume est analysée, concentrer par évaporation (5.2.1) jusqu'à 500 ml.

Ajuster le pH du volume utile à $7,0 \pm 0,5$.

Ajouter 20 ml d'acide sulfurique (5.1.5.3) et laisser bouillir pendant 5 min sur une plaque chauffante avec agitateur (5.2.2.1).

À une température de 50 °C environ, ajouter 1 ml de solution d'entraîneur de baryum (5.1.5.5) et agiter pendant 30 min.

Le sulfate de baryum précipite.

Ajouter ensuite 1 ml de solution d'entraîneur de fer (5.1.5.4).

Ajuster le pH avec de l'hydroxyde d'ammonium (5.1.5.1) goutte à goutte, jusqu'à ce que l'hydroxyde de fer(III) précipite.

Maintenir l'agitation pendant 30 min.

Filtrer (5.2.2.4) les coprécipités.

Placer le filtre sur la coupelle identifiée et le fixer à l'aide d'un support annulaire pour éviter toute déformation pendant le séchage.

Sécher à une température modérée.

Après avoir refroidi la coupelle et le filtre à température ambiante, les peser et enregistrer leur masse, m_{pfd} . Déterminer la masse du dépôt, m_{d} , à l'aide de l'Équation (2):

$$m_{\text{d}} = m_{\text{pfd}} - m_{\text{pf}} \quad (2)$$

NOTE Le radium, le polonium et les actinides coprécipitent de manière quantitative avec le sulfate de baryum ou l'hydroxyde de fer(III) (Référence [2]).

7.3 Étape de comptage

Après l'évaporation (7.2.2) ou la coprécipitation (7.2.3), garder la coupelle avec le dépôt dans un dessiccateur avant le mesurage.

Le mesurage de l'activité du résidu sur la coupelle est réalisé par comptage pendant une durée appropriée pour atteindre les limites caractéristiques nécessaires dépendantes du taux de comptage de la prise d'essai et du bruit de fond.

Effectuer le mesurage dès que possible pour limiter la recroissance des produits de filiation du radium. À des fins de comparaison, il est recommandé de réaliser le mesurage au même moment après la préparation de l'échantillon. Afin de vérifier la recroissance des produits de filiation du radium, il convient de répéter le comptage périodiquement sur une période d'un mois.

NOTE Le recomptage sur une période d'un mois peut révéler une recroissance des radionucléides de filiation des isotopes du radium. L'interprétation de ces données peut être compliquée par la présence de radionucléides des séries de l'uranium et/ou du thorium. À des niveaux d'activité environnementaux, ces phénomènes sont rarement visibles, en particulier lorsque les temps de comptage sont longs. Néanmoins, sur une période d'un mois, les sources issues des eaux brutes présentant des niveaux d'activité naturellement élevés en ^{226}Ra peuvent montrer une émanation quatre fois supérieure au comptage initial.

7.4 Détermination du bruit de fond et du blanc

Mesurer l'activité du bruit de fond à l'aide d'une coupelle propre (5.2.3) dans des conditions représentatives de la méthode de mesurage. Des comptages répétés confirment la stabilité du niveau du bruit de fond.

Dans le cas où des réactifs sont utilisés, mesurer l'activité du blanc à l'aide d'une coupelle propre et des réactifs dans des conditions représentatives de la méthode de mesurage. Des comptages répétés confirment la stabilité du niveau du blanc.

7.5 Préparation de la source d'étalonnage

Préparer une source d'étalonnage de géométrie et de matrice identiques [coupelle (5.2.3) ou filtre (5.2.2.4) avec précipités avec support de coupelle annulaire] pour reproduire au plus près le mode opératoire appliqué aux prises d'essai afin d'obtenir le même effet de rétrodiffusion.

Ajouter une quantité exactement connue (environ 5 Bq à 10 Bq) d'une solution étalon (5.1.1.1) au volume d'eau de départ et utiliser le même mode opératoire de préparation de la source ou ajouter directement la solution étalon sur la coupelle.

Ces sources étalons sont mesurées dans le détecteur avec une durée de comptage qui conduit à une incertitude de comptage de 1 % (il convient d'enregistrer plus de 10 000 impulsions).

Le rendement de comptage est calculé en divisant le taux de comptage mesuré (prise d'essai moins bruit de fond) par l'activité de la source d'étalonnage.

$$\varepsilon_{\alpha} = \frac{r_{s\alpha} - r_{0\alpha}}{A} \quad (3)$$

Une source d'étalonnage certifiée disponible dans le commerce peut être utilisée.

7.6 Préparation de la source étalon pour la détermination de l'auto-absorption

7.6.1 Généralités

Le rendement de comptage des particules alpha étant directement dépendant de l'épaisseur de la source, estimer le facteur d'auto-absorption, défini par l'Équation (4):

$$f_{a\alpha} = \frac{\varepsilon_{a\alpha}}{\varepsilon_{\alpha}} \quad (4)$$

Deux possibilités sont données:

- doper un échantillon unique (7.6.2);
- doper un ensemble d'échantillons de masse croissante qui permettent de tracer une courbe d'auto-absorption.