
**Qualité de l'eau — Mesurage des activités
alpha globale et bêta globale des eaux
non salines — Méthode de comptage par
scintillation liquide**

*Water quality — Measurement of gross alpha and beta activity
concentration in non-saline water — Liquid scintillation counting method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11704:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82f7532-0f30-4c37-a221-99a698bddb9d/iso-11704-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82f7532-0f30-4c37-a221-99a698bddb9d/iso-11704-2010>



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 11704:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82f7532-0f30-4c37-a221-99a698bddb9d/iso-11704-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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.....	2
5 Réactifs et matériel.....	3
6 Prélèvement	4
7 Mode opératoire.....	5
7.1 Comptage direct	5
7.2 Préconcentration thermique.....	5
7.3 Préparation de l'échantillon	5
7.4 Mesurage par scintillation liquide	6
8 Expression des résultats	8
8.1 Calcul de l'activité par unité de masse	8
8.2 Incertitude-type	8
8.3 Seuil de décision	9
8.4 Limite de détection.....	9
8.5 Limites de l'intervalle de confiance	10
8.6 Contrôle de la qualité	10
9 Contrôle de l'interférence	10
9.1 Contamination	10
9.2 Accroissement du radon	11
9.3 Perte du polonium	11
10 Rapport d'essai.....	11
Bibliographie.....	12

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 11704 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11704:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82f7532-0f30-4c37-a221-99a698bddb9d/iso-11704-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82f7532-0f30-4c37-a221-99a698bddb9d/iso-11704-2010>

Qualité de l'eau — Mesurage des activités alpha globale et bêta globale des eaux non salines — Méthode de comptage par scintillation liquide

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 absolument essentiel que les essais réalisés conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des activités alpha globale et bêta globale dans les eaux, pour les radionucléides qui ne sont pas volatils à 80 °C. Les isotopes du radon et leurs produits de désintégration à période courte ne sont pas inclus dans la détermination.

La méthode est applicable aux eaux brutes et potables ayant un résidu sec inférieur à 5 g/l et lorsque aucune correction n'est nécessaire pour l'affaiblissement lumineux de couleur.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82f7532-0f30-4c37-a221-99a698bddb9d/iso-11704-2010>

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 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*

3 Symboles, définitions et unités

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

a_α, a_β	Activités alpha et bêta par unité de masse	Bq g ⁻¹
a^*	Seuil de décision	Bq g ⁻¹
$a^\#$	Limite de détection	Bq g ⁻¹
$a^\triangleleft, a^\triangleright$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance	Bq g ⁻¹
A_α, A_β	Activité de la solution de référence certifiée d'émetteur alpha ou bêta utilisée pour les sources d'étalonnage α et β	Bq
m	Masse de l'échantillon pour essai	g
m_1	Masse de l'échantillon initial soumis à la chaleur ou éventuellement à une concentration	g
m_2	Masse de l'échantillon chauffé ou concentré	g
m_3	Masse d'échantillon chauffé ou concentré transférée dans le flacon	g
$m_{S\alpha}, m_{S\beta}$	Masse de solutions de référence certifiées d'émetteurs alpha et bêta, respectivement	g
$r_{g\alpha}, r_{g\beta}$	Taux de comptage brut par seconde de l'échantillon, dans les fenêtres alpha et bêta respectivement	s ⁻¹
$r_{0\alpha}, r_{0\beta}, r_{0T}$	Taux de comptage du blanc par seconde, dans les fenêtres alpha, bêta et totale, respectivement	s ⁻¹
$r_{S\alpha,\alpha}, r_{S\alpha,\beta}, r_{S\alpha,T}$	Taux de comptage de la source d'étalonnage alpha dans la fenêtre alpha, bêta et totale	s ⁻¹
$r_{S\beta,\alpha}, r_{S\beta,\beta}, r_{S\beta,T}$	Taux de comptage de la source d'étalonnage bêta dans la fenêtre alpha, bêta et totale	s ⁻¹
t_g	Durée de comptage de l'échantillon	s
t_0	Durée de comptage du blanc	s
$t_{S\alpha}, t_{S\beta}$	Durée de comptage des sources d'étalonnage α et β	s
$u(a)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure	Bq g ⁻¹
U	Incertitude élargie, calculée par $U = ku(a)$ où $k = 1, 2, \dots$	Bq g ⁻¹
$\tilde{u}(\tilde{a}_\alpha)$	Incertitude-type de a_α en fonction de sa valeur vraie	Bq g ⁻¹
$\epsilon_\alpha, \epsilon_\beta$	Rendement de comptage pour alpha et bêta, respectivement	—
$\tau_\alpha(\chi_{\alpha \rightarrow \beta})$	Interférence alpha — Fraction d'impulsions observées dans la fenêtre bêta par rapport au nombre total d'impulsions mesuré par le compteur lorsqu'un émetteur alpha est mesuré	—
$\tau_\beta(\chi_{\beta \rightarrow \alpha})$	Interférence bêta — Fraction d'impulsions observées dans la fenêtre alpha par rapport au nombre total d'impulsions mesuré par le compteur lorsqu'un émetteur bêta est mesuré	—

4 Principe

Les activités alpha globale et bêta globale sont déterminées par comptage par scintillation liquide sur un échantillon d'eau mélangé à un cocktail de scintillation.

Les déterminations alpha globale et bêta globale ne sont pas des déterminations absolues de la teneur radioactive de l'échantillon, mais des déterminations relatives en référence à un émetteur alpha ou bêta spécifique qui constitue les sources d'étalonnage de référence. Ces types de déterminations sont également connus en tant qu'indices alpha et bêta.

L'échantillon aqueux est acidifié à l'aide d'acide nitrique et chauffé. L'eau à faible teneur en sels peut ensuite être concentrée thermiquement par évaporation lente afin d'améliorer la sensibilité de la méthode. Une aliquote de l'échantillon est transférée dans un flacon de scintillation liquide avec un cocktail de scintillation; les scintillations provenant du flacon sont alors mesurées au moyen d'un appareillage équipé d'un dispositif de discrimination alpha et bêta.

Le compteur est préalablement optimisé en ce qui concerne le réglage du discriminateur alpha et bêta, puis étalonné par rapport aux solutions de référence certifiées d'émetteurs alpha et bêta. Lors de l'évaluation des résultats, aucune correction n'est appliquée pour l'affaiblissement lumineux chimique, car le mode opératoire est conçu pour fournir des échantillons ayant un niveau d'affaiblissement lumineux constant.

La méthode ne tient pas compte du ^{222}Rn et de ses descendants à période courte et n'est pas appropriée pour le mesurage de ^3H et ^{14}C .

Quand des matériaux en suspension sont présents en quantité significative, une étape de filtration est requise avant l'acidification.

5 Réactifs et matériel

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue, à l'exception du cocktail de scintillation, et ne doivent pas présenter d'activités alpha et bêta détectables, à l'exception des solutions de référence radioactives certifiées.

5.1 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,42 \text{ g/ml}$, fraction massique $w(\text{HNO}_3) = 70 \%$.

5.2 Eau, ISO 3696^[1], qualité 3.

L'eau déionisée peut contenir des quantités détectables de ^{222}Rn et de produits de désintégration à période courte. Il est donc fortement recommandé de faire bouillir l'eau en l'agitant vigoureusement, puis de la laisser reposer pendant une journée avant de l'utiliser. Il est également possible d'utiliser un barbotage d'azote d'environ 1 h pour un échantillon de 2 l.

5.3 Cocktail de scintillation. Cocktails de scintillation disponibles dans le commerce pour discrimination alpha et bêta (par exemple cocktails à base de diisopropylnaphtalène).

5.4 Solvants organiques volatils. Méthanol ou éthanol.

5.5 Solutions de référence certifiées. Un laboratoire d'étalonnage établit la traçabilité de ses propres sources d'étalonnage et instruments de mesure au Système international d'unités (SI) au moyen d'une chaîne ininterrompue d'étalonnages ou de comparaisons les reliant à des solutions de référence certifiées appropriées des unités SI de mesure. Le lien avec les unités SI peut être réalisé par référence à des matériaux de référence nationaux certifiés. Ceux-ci peuvent être des réalisations primaires des unités SI, ou des représentations agréées des unités SI fondées sur des constantes physiques fondamentales, ou peuvent être des matériaux secondaires qui sont des matériaux certifiés par un autre institut national de métrologie. Lorsque l'on fait appel à des services d'étalonnage externe, la traçabilité des mesurages doit être assurée en ayant recours à des services d'étalonnage de laboratoires capables de démontrer leur compétence et leur aptitude en matière de mesure et de traçabilité. Les certificats d'étalonnage émis par ces laboratoires doivent contenir les résultats de mesure, y compris l'incertitude de mesure et/ou une déclaration de conformité à une spécification métrologique identifiée.

NOTE Les laboratoires d'étalonnage satisfaisant aux exigences de la présente Norme internationale sont considérés comme compétents. Un certificat d'étalonnage portant le logo d'un organisme d'accréditation, émis par un laboratoire

d'étalonnage accrédité conformément à la présente Norme internationale pour l'étalonnage concerné, est une preuve suffisante de la traçabilité des données d'étalonnage consignées.

En général, les paramètres expérimentaux (rendement, discrimination optimale alpha et bêta) dépendent des énergies alpha et bêta; en conséquence, le choix des solutions de référence certifiées d'émetteurs alpha et bêta dépend de la connaissance du type de contaminant radioactif susceptible d'être présent dans les eaux soumises à essai (voir l'ISO 9696^[4] et la Référence [11]).

5.5.1 Solution de référence certifiée d'émetteur alpha. La solution de référence certifiée d'émetteur alpha ne doit contenir aucune activité alpha et bêta détectable inattendue.

NOTE ²³⁶U est un choix convenable lorsque les eaux sont contrôlées pour leur teneur en radioactivité naturelle car son énergie est proche de celle de la plupart des radionucléides naturels les plus répandus (isotopes de l'uranium et du thorium, ²²⁶Ra, par exemple) et il est disponible dans le commerce sans produits de désintégration à période courte. Le fournisseur peut fournir des informations relatives à l'absence de produits de désintégration.

²⁴¹Am est couramment utilisé lorsqu'une contamination par des radionucléides artificiels est suspectée. ²³⁹Pu peut également être utilisé dans de telles circonstances.

5.5.2 Solution de référence certifiée d'émetteur bêta. La solution de référence certifiée d'émetteur bêta ne doit pas contenir de radio-isotopes émetteurs alpha.

NOTE Un mélange ⁹⁰Sr et ⁹⁰Y ou ⁴⁰K sont couramment utilisés. Une solution de potassium pour spectrométrie d'absorption atomique offre un avantage défendable en ce que son activité massique peut être calculée à partir de constantes physiques établies et de données de teneur isotopique qui sont indépendantes des procédures d'étalonnage d'un organisme particulier.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.6 Matériel.

5.6.1 Balance analytique.

5.6.2 Plaque chauffante avec agitateur magnétique et barreau agitateur.

ISO 11704:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8217952-0130-4c37-a221-99a698bddb9d/iso-11704-2010>

5.6.3 pH-mètre.

5.6.4 Flacons à échantillons en polyéthylène haute densité à large ouverture, d'une capacité de 100 ml à 500 ml.

5.6.5 Compteur à scintillation liquide, avec option de discrimination alpha et bêta, de préférence un compteur à niveau de bruit de fond ultra-bas pour obtenir de meilleures limites de détection.

5.6.6 Flacons de scintillation en polyéthylène, d'une capacité de 20 ml, flacons en poly(téréphtalate d'éthylène) (PET), flacons en PET à faible diffusion ou flacons en polyéthylène revêtu de polytétrafluoroéthylène (PTFE).

Les flacons en polyéthylène revêtu de PTFE sont le meilleur choix car ils empêchent à la fois la diffusion du cocktail dans la paroi du flacon et l'absorption du radon provenant de l'environnement extérieur. Les flacons en verre altèrent généralement la discrimination alpha et bêta.

6 Prélèvement

Prélever 0,1 l à 1 l d'eau dans un flacon en plastique (5.6.4) conformément à l'ISO 5667-3. Si nécessaire, filtrer immédiatement après le prélèvement et avant l'acidification. Si possible, procéder immédiatement à l'acidification avec de l'acide nitrique (5.1) de manière à atteindre un pH qui ne soit pas inférieur à $1,7 \pm 0,2$ (7.1) ou à $2,7 \pm 0,2$ si une préconcentration est souhaitée (7.2). Vérifier à l'aide d'un pH-mètre.

NOTE L'acidification de l'échantillon d'eau réduit au minimum la perte de matière radioactive de la solution par adsorption. Si elle est effectuée avant la filtration, elle désorbe la matière radioactive déjà adsorbée sur la matière particulaire.

L'acidification relativement faible de l'échantillon ne permet pas une conservation à long terme. Préparer l'échantillon dans les 48 h qui suivent le prélèvement. Les eaux souterraines sont généralement plus stables que les eaux brutes (voir l'ISO 5667-3).

7 Mode opératoire

7.1 Comptage direct

Transférer une aliquote pesée (5.6.1) de l'échantillon d'eau d'environ 50 g, m_1 , dans un bécher. Si l'échantillon pour laboratoire n'a pas déjà été acidifié, acidifier l'aliquote à l'aide d'acide nitrique (5.1) de manière à atteindre un pH de $1,7 \pm 0,2$ (vérifier à l'aide d'un pH-mètre, 5.6.3).

Couvrir le bécher et chauffer à environ 80 °C tout en agitant pendant 30 min (5.6.2) pour éliminer le ^{222}Rn dissous. Laisser refroidir l'aliquote et la peser à nouveau pour tenir compte des pertes dues à l'évaporation. Noter la masse, m_2 .

NOTE La quantité d'acide nécessaire est faible (normalement de l'ordre de 0,15 g pour un échantillon de 50 g) et sa masse peut être négligée.

7.2 Préconcentration thermique

Lorsque des eaux douces sont considérées (par exemple résidu sec < 500 mg/l, comme la plupart des eaux potables), il est possible d'appliquer une préconcentration thermique afin d'augmenter la sensibilité de la méthode. Les eaux dures (résidu sec > 500 mg/l) peuvent donner lieu à la précipitation de sels ou à une homogénéisation difficile avec le cocktail de scintillation.

Transférer une aliquote pesée (5.6.1) de l'échantillon d'eau d'environ 200 g, m_1 , dans un bécher. Si l'échantillon pour laboratoire n'a pas déjà été acidifié, acidifier l'aliquote à l'aide d'acide nitrique (5.1) de manière à atteindre un pH de $2,7 \pm 0,2$ (vérifier à l'aide d'un pH-mètre).

Évaporer lentement l'aliquote sur une plaque chauffante (5.6.2) jusqu'à une masse finale d'environ 20 g. Laisser l'échantillon refroidir à température ambiante et peser l'aliquote concentrée. Noter la masse, m_2 . Le pH de l'aliquote concentrée doit être de $1,7 \pm 0,2$.

Il convient qu'aucune précipitation ne soit observée, sinon un comptage direct (7.1) ou de plus faibles facteurs de préconcentration doivent être appliqués.

NOTE Si le résidu sec n'est pas connu, seule une évaluation même grossière est nécessaire. Il est possible d'adopter n'importe quelle technique couramment utilisée.

7.3 Préparation de l'échantillon

Nettoyer le flacon de scintillation (5.6.6) avec de l'éthanol ou du méthanol (5.4). Transférer une prise d'essai (7.1 ou 7.2) pesée (5.6.1), m_3 , de l'aliquote dans le flacon. Ajouter le cocktail de scintillation (5.3) et secouer vigoureusement. Calculer la masse exacte, m , d'échantillon analysé:

$$m = \frac{m_1 m_3}{m_2} \quad (1)$$

Les quantités relatives de prise d'essai et de cocktail de scintillation dépendent des caractéristiques de ce dernier. Suivre les instructions du fabricant. Pour un grand nombre de cocktails du commerce, un rapport en volume de 8:12 peut être utilisé. Le rapport échantillon:cocktail doit être choisi une fois pour toutes et être utilisé pour chaque mesurage (par exemple 8 ml d'échantillon + 12 ml de cocktail de scintillation). Avant le mesurage, il est important de s'assurer de l'homogénéité du mélange prise d'essai et cocktail.