
**Qualité de l'eau — Mesurage de
l'activité du polonium 210 dans l'eau par
spectrométrie alpha**

*Water quality — Measurement of polonium 210 activity concentration in
water by alpha spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13161:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13161:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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, définitions, symboles et unités	1
3.1 Termes et définitions	2
3.2 Symboles, définitions et unités	2
4 Principe	2
4.1 Généralités	2
4.2 Traitement	3
4.3 Principe de la spectrométrie alpha	3
5 Réactifs et appareillage	3
5.1 Réactifs	3
5.2 Matériel de préparation et traitement	4
5.3 Équipement de mesure par spectrométrie alpha	4
6 Échantillonnage et échantillons	4
7 Traitement chimique et procédé de dépôt	4
7.1 Généralités	4
7.2 Traitement chimique	5
7.3 Nettoyage du disque	5
7.4 Phase de dépôt	5
8 Mesurage par spectrométrie alpha	6
8.1 Généralités	6
8.2 Contrôle de la qualité	6
8.3 Mesurage	6
9 Expression des résultats	7
9.1 Généralités	7
9.2 Rendement total	7
9.3 Activité du ²¹⁰Po dans l'échantillon	7
9.4 Incertitudes combinées	8
9.5 Seuil de décision	8
9.6 Limite de détection	9
9.7 Limites de l'intervalle de confiance	9
10 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Exemples de dépôt de cellules	11
Annexe B (informative) Exemples de spectres	13
Bibliographie	15

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 13161 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Méthodes radiologiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13161:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011>

Introduction

Il existe différentes techniques de mesure de l'activité du ^{210}Po dans l'eau (spectrométrie alpha, comptage par scintillation liquide, comptage proportionnel alpha).

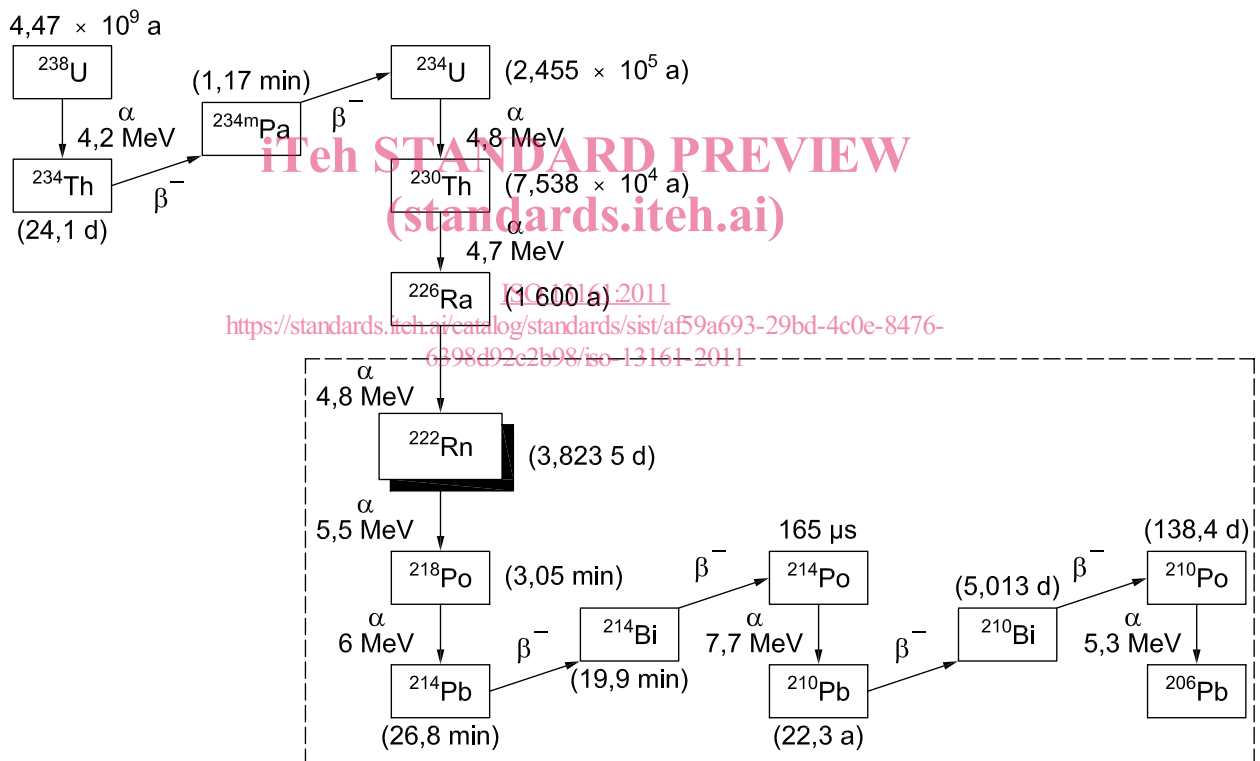
La présente Norme internationale décrit une méthode de mesure de l'activité du ^{210}Po dans les eaux naturelles par spectrométrie alpha.

Le polonium 210 (^{210}Po) est un radionucléide émetteur alpha naturel de période égale à 138 jours. Il est présent dans la chaîne naturelle de l'uranium 238 (^{238}U) (voir Figure 1). Il s'agit d'un descendant à vie longue issu de la désintégration du radon 222 (^{222}Rn), par l'intermédiaire du plomb 210 (^{210}Pb) (voir Références [5] à [9]).

Il est nécessaire de prendre des précautions lors de la manipulation des matériaux radioactifs tels que les isotopes du polonium.

Les valeurs d'activité du ^{210}Po , mesurées dans l'eau potable par exemple, sont généralement très faibles et normalement comprises entre 1 mBq l⁻¹ et 30 mBq l⁻¹.

La présente Norme internationale est applicable à tous les types d'eau, y compris l'eau de mer; elle permet normalement de mesurer une activité du ^{210}Po supérieure ou égale à 5 mBq l⁻¹.



NOTE ^{206}Pb est stable.

Figure 1 — Uranium 238 et ses produits de désintégration

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13161:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011>

Qualité de l'eau — Mesurage de l'activité du polonium 210 dans l'eau par spectrométrie alpha

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 le mesurage de l'activité du ^{210}Po par spectrométrie alpha dans tout type d'eau naturelle.

La limite de détection de cette méthode dépend du volume de l'échantillon, du temps de comptage, du taux de comptage du bruit de fond et du rendement de détection. Dans le cas de l'eau potable, l'analyse s'effectue généralement sur l'échantillon brut n'ayant subi ni filtration, ni prétraitement.

S'il est nécessaire de séparer les matières en suspension ou de les analyser, une filtration à 0,45 μm est recommandée. L'analyse de la fraction insoluble nécessite une étape de minéralisation qui n'est pas couverte par la présente Norme internationale (voir NF M60-790-414). Dans ce cas, le mesurage est effectué sur les différentes phases obtenues. L'activité finale est la somme de toutes les activités mesurées.

[ISO 13161:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011)

2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011>

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: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 11929, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle de confiance) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications*

ISO 80000-10, *Grandeurs et unités — Partie 10: Physique atomique et nucléaire*

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

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

3 Termes, définitions, symboles et unités

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

3.1 Termes et définitions

3.1.1

solution de référence certifiée

solution de concentration connue raccordée à des solutions étalons de radioactivité certifiées primaires ou secondaires

3.1.2

solution de traceur

habituellement, une matière étalon ou de référence secondaire, tel le ^{208}Po ou le ^{209}Po , utilisée pour déterminer le rendement chimique de l'analyse

3.1.3

étalon de contrôle de la qualité

source de radioactivité utilisée pour démontrer que l'équipement de mesure utilisé fonctionne dans les limites définies

NOTE Le contrôle de la qualité s'effectue normalement par la mesure régulière d'une source de radioactivité appropriée conformément à l'ISO 7870-1^[1], l'ISO 7870-2^[2] et l'ISO 7871^[3].

3.2 Symboles, définitions et unités

A	activité de traceur ajouté	Bq
c_A	activité du ^{210}Po	Bq l ⁻¹
c_A^*	seuil de décision	Bq l ⁻¹
$c_A^\#$	limite de détection	Bq l ⁻¹
$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance	Bq l ⁻¹
R_C	rendement chimique	1
R_T	rendement total	1
r_0	taux de comptage du bruit de fond dans la région d'intérêt du ^{210}Po	s ⁻¹
r_{0T}	taux de comptage du bruit de fond dans la région d'intérêt du traceur	s ⁻¹
r_g	taux de comptage brut de l'échantillon dans la région d'intérêt du ^{210}Po	s ⁻¹
r_T	taux de comptage brut dans la région d'intérêt du traceur	s ⁻¹
t_0	temps de comptage du bruit de fond	s
t_g	temps de comptage de l'échantillon	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 initial	Bq l ⁻¹
V	volume de l'aliquote de l'échantillon pour essai	l
ε	rendement de comptage	1

4 Principe

4.1 Généralités

Après l'échantillonnage, l'échantillon pour essai est soumis à un traitement à l'issue duquel une couche extrêmement mince de polonium est déposée sur un disque de métal afin d'être mesurée par spectrométrie alpha.

^{210}Po a une période de 138,376 jours \pm 0,002 jours (voir Référence [11]).

L'échantillon doit être analysé le plus tôt possible pour donner l'activité à la date d'échantillonnage. S'il s'écoule beaucoup de temps entre l'échantillonnage et le mesurage, l'activité mesurée nécessite une correction, auquel cas il est nécessaire de connaître l'activité du ^{210}Pb et l'activité du ^{210}Bi de l'échantillon pour ajuster l'activité du ^{210}Po à la date d'échantillonnage.

4.2 Traitement

Les principales étapes du traitement de l'échantillon sont:

- filtration si nécessaire;
- acidification à l'aide d'acide chlorhydrique ou d'acide nitrique concentré et ajout d'une solution de traceur du polonium (^{208}Po ou ^{209}Po);

NOTE Les isotopes du polonium ^{208}Po (émission alpha: 5,11 MeV) ou ^{209}Po (émission alpha: 4,88 MeV) peuvent être utilisés comme traceurs car l'interférence avec le ^{210}Po (émission alpha: 5,31 MeV) est minimale pour les sources ayant une bonne résolution (<50 keV FWHM); ^{209}Po est préférable mais ^{208}Po est acceptable.

- ajout d'un agent réducteur (par exemple acide ascorbique);
- dépôt spontané en couche mince sur un disque de métal.

La mesure de l'activité, comme la détermination du rendement total, s'effectue par spectrométrie alpha.

4.3 Principe de la spectrométrie alpha

La couche mince déposée sur le disque de métal permet de détecter les particules alpha. L'interaction des particules alpha avec le détecteur entraîne une modification du courant (de polarisation), qui est proportionnelle à l'énergie des particules.

Les impulsions électriques générées par le détecteur sont amplifiées et présentées sous forme d'un spectre d'énergies en utilisant une conversion analogique-numérique, un analyseur multicanaux et un traitement informatique. L'affichage du spectre permet d'identifier les radionucléides présents dans la source et l'intégration des impulsions permet de déterminer l'activité de l'échantillon pour essai, en tenant compte du bruit de fond et/ou de l'essai à blanc et du rendement total.

Il convient qu'un essai à blanc soit effectué avec les mêmes réactifs, en remplaçant l'échantillon d'eau par de l'eau conforme à l'ISO 3696, qualité 3, utilisée préalablement pour la préparation des réactifs, sans élément traceur.

Pour garantir la performance du système de détection, un étalon de contrôle qualité doit être mesuré.

Le rendement chimique du mesurage du ^{210}Po est déterminé en ajoutant un traceur radioactif. Le rendement total est un produit du rendement chimique et du rendement de détection.

5 Réactifs et appareillage

5.1 Réactifs

Pour le traitement chimique et le nettoyage du disque de métal, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Utiliser uniquement des réactifs exempts d'activité de ^{210}Po mesurable.

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

5.1.2 Solution de traceur.

Solution de traceur ^{208}Po ($T_{1/2} = 1\,058,5$ jours \pm 0,7 jour) ou ^{209}Po ($T_{1/2} = 37\,300$ jours \pm 1 800 jours) d'activité connue; l'activité de traceur ajoutée est ajustée en fonction de l'activité de ^{210}Po attendue dans l'échantillon pour essai (Références [12] et [13]).

Lorsqu'on utilise ^{208}Po , sa désintégration doit être prise en compte conformément aux informations figurant sur le certificat d'étalonnage.

NOTE La période du ^{209}Po et l'incertitude qui lui est couramment associée ont récemment fait l'objet d'une étude qui suggère une incertitude de $\pm 25\%$ au lieu de $4,8\%$ (Référence [14]).

5.1.3 Acide chlorhydrique concentré, 37 % (fraction massique), ou acide nitrique concentré.

5.1.4 Acide chlorhydrique dilué ou acide nitrique dilué, pour ajuster le pH au début du traitement.

5.1.5 Acide ascorbique ou chlorhydrate d'hydroxylamine.

5.1.6 Éthanol.

5.2 Matériel de préparation et traitement

Il convient que le matériel de préparation soit approprié pour le mode opératoire utilisé (Article 7).

5.2.1 Matériel courant de laboratoire, incluant un matériel de filtration, une plaque chauffante, un pH-mètre ou du papier pH.

5.2.2 Balance de précision analytique.

5.2.3 Agitateur.

5.2.4 Matériel pour la préparation du dépôt en couche mince.

5.2.5 Disque de métal, en métal permettant un dépôt de polonium par réduction (par exemple acier inoxydable [type 304L], argent, nickel ou autre métal ayant cette propriété).

5.3 Équipement de mesure par spectrométrie alpha

Le comptage par spectrométrie alpha peut s'effectuer en utilisant soit des chambres d'ionisation à grille, soit des détecteurs à semi-conducteurs minces.

Un affichage du spectre est essentiel.

6 Échantillonnage et échantillons

Il est important que le laboratoire reçoive l'échantillon pour essai le plus tôt possible.

Effectuer l'échantillonnage, la manipulation et le stockage comme spécifié dans l'ISO 5667-1 et l'ISO 5667-3.

7 Traitement chimique et procédé de dépôt

7.1 Généralités

Le volume de l'échantillon pour essai est variable; la quantité habituelle se situe entre 150 ml et 2 000 ml.

Si nécessaire, l'échantillon pour essai peut être filtré sur un filtre de porosité $0,45\ \mu\text{m}$ (il est recommandé d'utiliser un dispositif de filtration à usage unique).

Acidifier le filtrat, de préférence avec de l'acide chlorhydrique dilué (5.1.4), pour s'assurer que le pH de l'échantillon pour essai est inférieur à 1,5.

Il convient de prendre toutes les précautions utiles pendant la manipulation et le stockage de l'échantillon pour essai afin d'éviter toute contamination ou dégradation.

La vérification qu'une éventuelle contamination des réactifs et une éventuelle contamination résiduelle du matériel d'analyse sont inférieures à la limite de détection de l'analyse doit être effectuée et documentée (essai à blanc).

L'essai doit être effectué sous une hotte aspirante.

NOTE Si des échantillons pour essai de grand volume sont utilisés, ou si une étude spéciale est réalisée, il est possible qu'une concentration préliminaire avant la première étape du traitement chimique soit nécessaire, par exemple une coprécipitation de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ avec ajout de Fe^{3+} peut être utilisée. Si la coprécipitation est utilisée, le volume de l'échantillon analysé peut être important et la limite de détection diminue dans la même proportion.

7.2 Traitement chimique

Prélever une aliquote de volume V de l'échantillon pour essai, par exemple 500 ml.

Ajuster le pH avec de l'acide chlorhydrique concentré ou de l'acide nitrique concentré (5.1.3) afin d'obtenir une valeur de pH inférieure à 1,5. Ajouter une quantité connue de solution de traceur (5.1.2) afin de permettre la détermination du rendement chimique sans introduire de grandes incertitudes de mesure et en évitant une contamination du matériel de laboratoire. Idéalement, il convient que les pics du ^{210}Po et de l'élément traceur aient la même amplitude (l'idéal est d'essayer d'obtenir un nombre de coups compris entre 400 et 10 000 dans le pic du traceur).

À ce stade, une étape de concentration [évaporation à sec et ajout d'acide chlorhydrique dilué (5.1.4)] peut être réalisée par évaporation lente à une température inférieure à 80 °C (pour éviter des pertes de Po) à sec, puis ajout, par exemple, de 20 ml de HCl à 6 mol/l.

Ajuster le volume de la solution à environ 100 ml avec de l'eau (5.1.1).

Il est recommandé d'utiliser une concentration finale en HCl comprise entre 0,1 mol/l et 3 mol/l et de toujours utiliser la même concentration en HCl afin de maintenir le niveau de répétabilité. Le volume final peut varier entre 50 ml et 100 ml.

7.3 Nettoyage du disque

Le disque doit être parfaitement nettoyé, par exemple avec de l'éthanol, pour éliminer les dépôts d'impuretés organiques; il peut également être nécessaire d'éliminer les dépôts superficiels d'oxyde avec de l'acide chlorhydrique dilué.

NOTE Dans le cas de disques en argent non protégés, les dépôts d'oxyde et de soufre présents en surface peuvent être éliminés par polissage ou par lavage avec une solution d'ammoniaque diluée.

Rincer le disque avec de l'eau.

7.4 Phase de dépôt

Transférer la solution dans l'équipement de dépôt (Annexe A) et ajouter l'agent réducteur en excès, par exemple 0,1 g d'acide ascorbique ou de chlorhydrate d'hydroxylamine (5.1.5).

Pendant la phase de dépôt, le disque de métal catalyse la réduction du polonium de Po^{4+} ou Po^{2+} en polonium métallique. L'ajout d'un agent réducteur dans la solution empêche la réoxydation (et donc la redissolution) du polonium déposé sur le disque par d'éventuels oxydants susceptibles d'être présents dans la solution, par exemple Fe^{3+} .

Agiter la solution de façon continue au moyen d'un agitateur automatique pendant toute la phase de dépôt.

La cinétique de réduction de Po^{4+} ou de Po^{2+} en polonium métallique est lente à température ambiante. La vitesse de dépôt peut être accélérée en chauffant la solution à une température maximale de 90 °C, tout en s'assurant que la solution est en contact permanent avec le disque de métal, sans bouillonnement excessif. Il est donc conseillé de limiter les pertes par évaporation en maintenant la faible acidité de la solution. Cette