

---

---

**Qualité de l'eau — Polonium 210 —  
Méthode d'essai par spectrométrie  
alpha**

*Water quality — Polonium 210 — Test method using alpha  
spectrometry*

iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 13161:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f8fc510a-5ec4-4bbc-94b5-793a1724fea5/iso-13161-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f8fc510a-5ec4-4bbc-94b5-793a1724fea5/iso-13161-2020>



iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 13161:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f8fc510a-5ec4-4bbc-94b5-793a1724fea5/iso-13161-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f8fc510a-5ec4-4bbc-94b5-793a1724fea5/iso-13161-2020>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)

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

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<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>Termes, définitions, symboles et termes abrégés</b> .....	<b>2</b>
3.1    Termes et définitions.....	2
3.2    Symboles et termes abrégés.....	2
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
4.1    Généralités.....	3
4.2    Traitement.....	4
4.2.1    Traitement pour un dépôt sur disque.....	4
4.2.2    Traitement pour une précipitation sur filtre.....	4
4.3    Principe de la spectrométrie alpha.....	5
<b>5</b> <b>Réactifs et équipement</b> .....	<b>5</b>
5.1    Réactifs.....	5
5.2    Équipement.....	6
5.3    Équipement de mesure par spectrométrie alpha.....	6
<b>6</b> <b>Échantillonnage et échantillons</b> .....	<b>6</b>
<b>7</b> <b>Traitement chimique et procédé de dépôt</b> .....	<b>7</b>
7.1    Généralités.....	7
7.2    Traitement chimique.....	7
7.2.1    Dépôt spontané de polonium sur un disque.....	7
7.2.2    Microprécipitation sur filtre.....	8
<b>8</b> <b>Mesurage par spectrométrie alpha</b> .....	<b>9</b>
8.1    Généralités.....	9
8.2    Contrôle de la qualité.....	9
8.3    Mesurage.....	10
<b>9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>10</b>
9.1    Généralités.....	10
9.2    Rendement total.....	10
9.3    Activité volumique du <sup>210</sup> Po dans l'échantillon.....	11
9.4    Incertitudes composées.....	11
9.5    Seuil de décision.....	11
9.6    Limite de détection.....	12
9.7    Limites de l'intervalle élargi.....	12
9.7.1    Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique.....	12
9.7.2    Intervalle élargi le plus court.....	13
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe A (informative) Exemples de cellules de dépôt</b> .....	<b>15</b>
<b>Annexe B (informative) Exemples de spectres</b> .....	<b>17</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>19</b>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13161:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- ajout d'une introduction commune;
- ajout d'une nouvelle option pour la préparation chimique, au moyen de la précipitation sur filtre.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

La radioactivité provenant de sources d'origine naturelle et anthropique est présente partout dans l'environnement. Par conséquent, les masses d'eau (par exemple, eaux de surface, eaux souterraines, eau de mer) peuvent contenir des radionucléides d'origine naturelle et/ou d'origine anthropique:

- les radionucléides naturels, dont le  $^{40}\text{K}$ , le  $^3\text{H}$ , le  $^{14}\text{C}$ , et ceux issus des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le  $^{226}\text{Ra}$ , le  $^{228}\text{Ra}$ , le  $^{234}\text{U}$ , le  $^{238}\text{U}$  et le  $^{210}\text{Pb}$ , peuvent se trouver dans l'eau pour des raisons naturelles (par exemple, désorption du sol et lessivage par les eaux pluviales) ou peuvent être libérés par des processus technologiques impliquant des matériaux radioactifs existant à l'état naturel (par exemple, extraction minière et traitement de sables minéraux ou production et utilisation d'engrais phosphatés);
- les radionucléides anthropiques, tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), le  $^3\text{H}$ , le  $^{14}\text{C}$ , le  $^{90}\text{Sr}$  et certains radionucléides émetteurs gamma peuvent également être présents dans les eaux naturelles. Ces radionucléides peuvent être rejetés dans l'environnement en petites quantités par des installations du cycle du combustible nucléaire dans le cadre de rejets de routine autorisés. Certains de ces radionucléides, utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles, peuvent également être libérés dans l'environnement après utilisation. Les radionucléides anthropiques se retrouvent aussi dans les eaux suite à une contamination antérieure par des retombées radioactives résultant de l'explosion au-dessus du sol de dispositifs nucléaires et d'accidents tels que ceux survenus à Tchernobyl et Fukushima.

L'activité volumique des radionucléides dans les masses d'eau peut varier en fonction des caractéristiques géologiques et des conditions climatiques locales; elle peut être localement et temporairement plus élevée suite aux rejets d'installations nucléaires au cours de situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence<sup>[1]</sup>. L'eau potable peut donc contenir des radionucléides à des niveaux d'activité volumique qui sont susceptibles de présenter un risque pour la santé humaine.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides font habituellement l'objet de contrôles avant d'être rejetés dans l'environnement<sup>[2]</sup> et les masses d'eau. La radioactivité de l'eau potable est surveillée selon les recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS)<sup>[3]</sup>, de sorte que des actions appropriées peuvent être mises en œuvre pour garantir l'absence d'effets nocifs sur la santé publique. Conformément à ces recommandations internationales, les limites de concentration en radionucléides autorisées pour les effluents liquides rejetés dans l'environnement et les valeurs guide de radionucléides pour les masses d'eau et les eaux potables sont généralement spécifiées par la réglementation nationale s'appliquant aux situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence. La conformité à ces limites peut être évaluée en utilisant des résultats de mesure et leur incertitude associée, tel que spécifié dans l'ISO/IEC Guide 98-3 et l'ISO 5667-20<sup>[4]</sup>.

En fonction de la situation d'exposition, les limites et les valeurs de référence qui donneraient lieu à une action visant à réduire le risque sanitaire diffèrent. À titre d'exemple, pendant une situation planifiée ou existante, la valeur de référence de l'OMS pour l'activité volumique du polonium-210 dans l'eau potable est de  $0,1 \text{ Bq l}^{-1}$ .

NOTE 1 La valeur de référence est l'activité volumique avec un apport de 2 l/j d'eau potable pendant un an, qui produit une dose efficace de  $0,1 \text{ mSv/a}$  pour le public. Il s'agit d'une dose efficace qui représente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas donner lieu à des effets nocifs sur la santé détectables<sup>[3]</sup>.

En cas de situation d'urgence nucléaire, les limites indicatives du Codex de l'OMS<sup>[5]</sup> montrent que l'activité volumique pourrait être supérieure.

NOTE 2 Les limites indicatives (LI) du Codex s'appliquent aux radionucléides contenus dans des denrées alimentaires destinées à la consommation humaine et faisant l'objet d'un commerce international, qui ont été contaminées à la suite d'une urgence nucléaire ou radiologique. Ces LI s'appliquent aux aliments reconstitués ou tels que préparés pour la consommation, c'est-à-dire à l'exclusion des aliments séchés ou concentrés, et sont fondées sur un niveau d'exemption pour l'intervention d'environ  $1 \text{ mSv par an}$  pour la population (nourrissons et adultes)<sup>[5]</sup>.

## ISO 13161:2020(F)

Par conséquent, la méthode d'essai peut être adaptée de manière que les limites caractéristiques, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes permettent de vérifier que les résultats d'essai des activités volumiques des radionucléides sont inférieurs aux niveaux de référence spécifiés par l'autorité nationale pour les situations prévues/existantes ou une situation d'urgence<sup>[6][7]</sup>.

Habituellement, les méthodes d'essai peuvent être ajustées pour mesurer l'activité volumique du ou des radionucléides dans les eaux usées avant stockage ou dans les effluents liquides avant de les rejeter dans l'environnement. Les résultats d'essai permettront à l'exploitant de la centrale/de l'installation de vérifier que, avant leur déversement, les eaux usées/les effluents liquides présentent bien des activités volumiques radioactives ne dépassant pas les limites autorisées.

La ou les méthodes d'essai décrites dans le présent document peuvent être utilisées pendant les situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence, ainsi que pour les eaux usées et les effluents liquides, avec des modifications spécifiques qui pourraient accroître l'incertitude globale, la limite de détection et le seuil.

La ou les méthodes d'essai peuvent être utilisées pour les échantillons d'eau après échantillonnage, manipulation des échantillons et préparation des échantillons pour essai appropriés (se référer à la partie correspondante de la série ISO 5667).

Le présent document a été élaboré pour répondre à un besoin des laboratoires d'essai effectuant ces mesurages, parfois exigés par les autorités nationales, car ceux-ci peuvent devoir obtenir une accréditation spécifique pour le mesurage des radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

Le présent document fait partie d'une famille de normes internationales sur les méthodes d'essai relatives au mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans les échantillons d'eau.

(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 13161:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f8fc510a-5ec4-4bbc-94b5-793a1724fea5/iso-13161-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f8fc510a-5ec4-4bbc-94b5-793a1724fea5/iso-13161-2020>

# Qualité de l'eau — Polonium 210 — Méthode d'essai par spectrométrie alpha

**AVERTISSEMENT** — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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 de la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

**IMPORTANT** — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

## 1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode pour le mesurage par spectrométrie alpha du  $^{210}\text{Po}$  dans tous les types d'eaux.

Cette méthode s'applique aux échantillons pour essai d'eau courante et d'eau potable, d'eau de pluie, d'eau de surface et d'eau souterraine, d'eau de mer, ainsi que d'eau de refroidissement, d'eau industrielle, ou encore d'eaux usées domestiques et industrielles, après échantillonnage et manipulation puis préparation des échantillons pour essai dans des conditions appropriées. Une filtration de l'échantillon peut être nécessaire.

La limite de détection dépend du volume de l'échantillon, de l'instrument utilisé, du temps de comptage, du taux de comptage du bruit de fond, du rendement de détection et du rendement chimique. La méthode décrite dans le présent document, qui recourt à l'utilisation d'un appareil de spectrométrie alpha usuel, présente une limite de détection d'environ  $5 \text{ mBq l}^{-1}$ , ce qui est inférieur aux critères de l'OMS pour une consommation sûre d'eau potable ( $100 \text{ mBq l}^{-1}$ ). Cette valeur peut être obtenue avec un temps de comptage de 24 h pour un volume d'échantillon de 500 ml.

La méthode décrite dans le présent document est également applicable dans les situations d'urgence.

L'analyse du  $^{210}\text{Po}$  adsorbé sur les matières en suspension dans l'échantillon n'est pas couverte par la présente méthode.

S'il est nécessaire de séparer les matières en suspension ou de les analyser, une filtration à l'aide d'un filtre à porosité de  $0,45 \mu\text{m}$  est recommandée. L'analyse de la fraction insoluble nécessite une étape de minéralisation qui n'est pas couverte par le présent document<sup>[13]</sup>. Dans ce cas, le mesurage est effectué sur les différentes phases obtenues. L'activité finale est la somme de toutes les activités volumiques mesurées.

Il incombe à l'utilisateur de s'assurer de la validité de la présente méthode d'essai pour les échantillons d'eau soumis à essai.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 13161:2020(F)

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 5667-10, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 10: Guide pour l'échantillonnage des eaux résiduaires*

ISO 11929-1, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle élargi) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications — Partie 1: Applications élémentaires*

ISO 11929-3, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle élargi) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications — Partie 3: Applications aux méthodes de déploiement*

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

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

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

### 3 Termes, définitions, symboles et termes abrégés

#### 3.1 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

##### 3.1.1

##### **solution étalon certifiée**

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

##### 3.1.2

##### **solution de traceur**

habituellement, matériau étalon ou de référence secondaire, telle que le  $^{208}\text{Po}$  ou le  $^{209}\text{Po}$ , 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 1 à l'article: Le contrôle de la qualité s'effectue normalement par la mesure régulière d'une source de radioactivité appropriée conformément à l'ISO 7870-1<sup>[14]</sup>, l'ISO 7870-2<sup>[15]</sup>, et l'ISO 7870-4<sup>[16]</sup>.

#### 3.2 Symboles et termes abrégés

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



$A$	activité de traceur ajouté	Bq
$c_A$	activité volumique du $^{210}\text{Po}$	$\text{Bq l}^{-1}$
$c_A^*$	seuil de décision	$\text{Bq l}^{-1}$
$c_A^\#$	limite de détection	$\text{Bq l}^{-1}$
$c_A^<, c_A^>$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi le plus court	$\text{Bq l}^{-1}$
$c_A^<, c_A^>$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	$\text{Bq l}^{-1}$
$R_c$	rendement chimique	/
$R_T$	rendement total	/
$r_0$	taux de comptage du bruit de fond dans la région d'intérêt du $^{210}\text{Po}$	$\text{s}^{-1}$
$r_{0T}$	taux de comptage du bruit de fond dans la région d'intérêt du traceur	$\text{s}^{-1}$
$r_g$	taux de comptage brut de l'échantillon dans la région d'intérêt du $^{210}\text{Po}$	$\text{s}^{-1}$
$r_T$	taux de comptage brut dans la région d'intérêt du traceur	$\text{s}^{-1}$
$t_0$	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 $k = 1, 2, \dots$	$\text{Bq l}^{-1}$
$u(c_A)$	incertitude-type liée au résultat de mesure initial	$\text{Bq l}^{-1}$
$V$	volume de l'aliquote de l'échantillon pour essai	l
$\varepsilon$	rendement de comptage	1

## 4 Principe

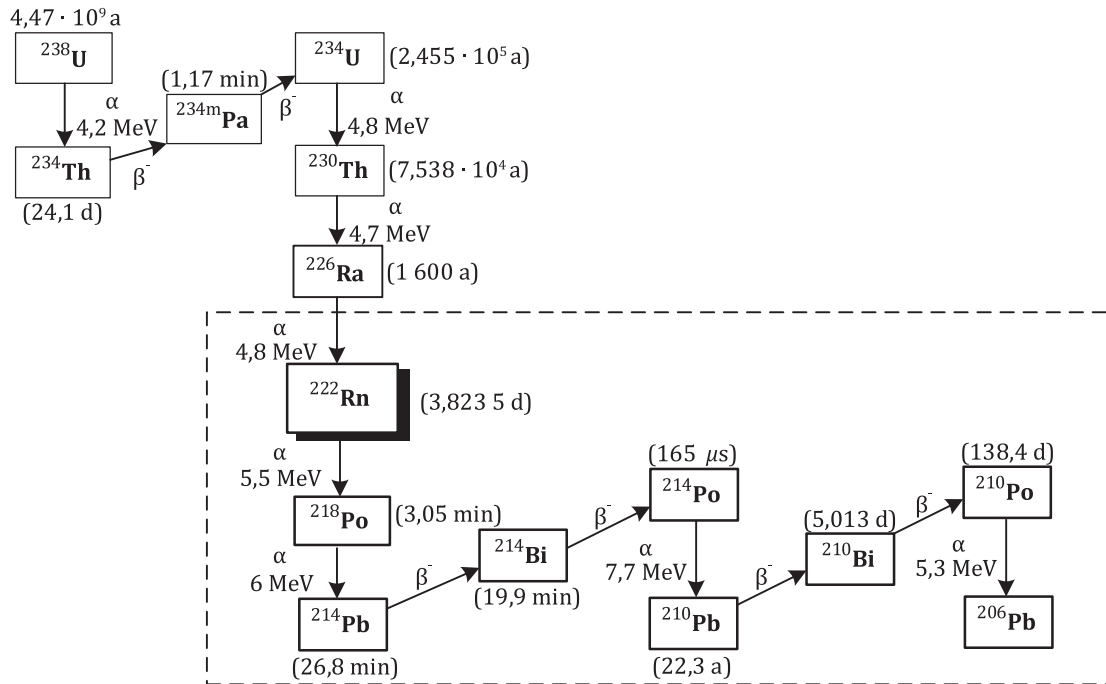
### 4.1 Généralités

Le polonium-210 est un radionucléide émetteur alpha naturel de période égale à  $(138,376 \pm 0,002)$  j<sup>[17]</sup>. Il est présent dans la chaîne naturelle du  $^{238}\text{U}$  (voir [Figure 1](#)). Il s'agit d'un descendant à vie longue issu de la désintégration du  $^{222}\text{Rn}$  ([Figure 1](#)), par l'intermédiaire du  $^{210}\text{Pb}$ <sup>[8][12]</sup>.

Il existe différentes techniques de mesure de l'activité volumique du  $^{210}\text{Po}$  dans l'eau: la spectrométrie alpha, le comptage par scintillation liquide et le comptage proportionnel alpha. Le présent document décrit la technique par spectrométrie alpha.

Après l'échantillonnage, l'échantillon pour essai est soumis à un traitement visant à produire un dépôt extrêmement mince de polonium sur un disque de métal ou sur un filtre afin d'être mesuré par spectrométrie alpha.

L'échantillon doit être analysé le plus tôt possible afin d'évaluer son activité volumique à la date d'échantillonnage. S'il s'écoule beaucoup de temps entre l'échantillonnage et le mesurage, l'activité volumique mesurée nécessite une correction. Il est alors nécessaire de connaître l'activité volumique du  $^{210}\text{Pb}$  et l'activité volumique du  $^{210}\text{Bi}$  dans l'échantillon pour ajuster l'activité volumique du  $^{210}\text{Po}$  à la date d'échantillonnage.



NOTE <sup>206</sup>Pb est stable.

Figure 1 — Uranium-238 et ses produits de désintégration

## 4.2 Traitement

### 4.2.1 Traitement pour un dépôt sur disque

Les principales étapes du traitement de l'échantillon sont: [2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f8fc510a-5ec4-4bbc-94b5-793a1724fea5/iso-13161-2020)

- filtration, si nécessaire;
- acidification à l'aide d'acide chlorhydrique (ou d'acide nitrique) concentré;
- ajout d'une solution de traceur du polonium (<sup>208</sup>Po ou <sup>209</sup>Po);

Les isotopes du polonium <sup>208</sup>Po (émission alpha: 5,11 MeV) ou <sup>209</sup>Po (émission alpha: 4,88 MeV) peuvent être utilisés comme traceurs car l'interférence avec le <sup>210</sup>Po (émission alpha: 5,31 MeV) est minimale pour les sources ayant une bonne résolution (<50 keV FWHM); <sup>209</sup>Po est préférable, mais <sup>208</sup>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 volumique, comme la détermination du rendement total, s'effectue par spectrométrie alpha.

### 4.2.2 Traitement pour une précipitation sur filtre

Les principales étapes du traitement de l'échantillon sont<sup>[18][19]</sup>:

- filtration;
- acidification à l'aide d'acide chlorhydrique concentré;
- ajout d'une solution de traceur du polonium (<sup>208</sup>Po ou <sup>209</sup>Po);