NORME INTERNATIONALE

ISO 10704

Deuxième édition
2019-02

Qualité de l'eau — Activités alpha globale et bêta globale — Méthode d'essai par dépôt d'une source fine

Water quality — Gross alpha and gross beta activity — Test method using thin source deposit

Numéro de référence
ISO 10704:2019(F)

© ISO 2019



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **v**
Introduction ..... **vii**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes, définitions et symboles **2**
4 Principe **3**
5 Réactifs et équipement **3**
5.1 Réactifs 3
5.1.1 Généralités 3
5.1.2 Solutions étalons 3
5.1.3 Agents mouillants ou tensioactifs 4
5.1.4 Solvants organiques volatils 4
5.1.5 Eau 4
5.1.6 Réactifs spécifiques pour la coprécipitation de radionucléides émetteurs alpha 4
5.2 Équipement 4
5.2.1 Équipement de laboratoire pour l'évaporation directe 4
5.2.2 Équipement général 5
5.2.3 Équipement spécial pour la coprécipitation des radionucléides émetteurs alpha 5
5.2.4 Équipement de mesurage 5
6 Échantillonnage **5**
7 Mode opératoire **6**
7.1 Préliminaire 6
7.2 Préparation de la source 6
7.2.1 Préparation de la coupelle 6
7.2.2 Évaporation 6
7.2.3 Coprécipitation 7
7.3 Étape de comptage 7
7.4 Détermination du bruit de fond et du blanc 8
7.5 Préparation de la source d'étalonnage 8
7.6 Préparation de la source étalon pour la détermination de l'auto-absorption 8
7.6.1 Généralités 8
7.6.2 Dopage d'une des deux prises d'essai 8
7.6.3 Courbe d'auto-absorption 9
8 Expression des résultats **9**
8.1 Généralités 9
8.2 Activité volumique alpha 9
8.3 Activité volumique bêta 10
8.4 Incertitude type de l'activité volumique alpha 10
8.5 Incertitude type de l'activité volumique bêta 11
8.6 Seuil de décision 12
8.6.1 Seuil de décision de l'activité volumique alpha 12
8.6.2 Seuil de décision de l'activité volumique bêta 12
8.7 Limite de détection 13
8.7.1 Limite de détection de l'activité volumique alpha 13
8.7.2 Limite de détection de l'activité volumique bêta 13
8.8 Limites de l'intervalle de confiance 14
9 Contrôle des interférences **14**
9.1 Généralités 14
9.2 Humidité relative 14
9.3 Géométrie du dépôt 15
9.4 Interférence 15

© ISO 2019 – Tous droits réservés

9.5 Émetteurs gamma 15
9.6 Énergie bêta faible 15
9.7 Chlorures 16
9.8 Matières organiques 16
9.9 Contamination 16
9.10 Pertes d'activité 16
9.11 Contribution des radionucléides naturels 16
9.12 Pertes d'activité 17
10 Rapport d'essai 17
Annexe A (informative) **Applications numériques 19**
Bibliographie 20

 © ISO 2019 – Tous droits réservés

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).

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).

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, de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute autre 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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

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*.

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.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10704:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

— Introduction: ajout d'une introduction;

— Article 1: modification du domaine d'application de façon à spécifier l'applicabilité aux situations d'urgence et l'applicabilité des eaux usées comme échantillon pour essai; ajout d'informations sur l'exclusion des émetteurs bêta de faible énergie;

— Article 4: spécification de réalisation de la filtration à 0,45 µ;

— 5.1.2.2: introduction du ^{137}Cs comme étalon utilisable;

— 5.2.4: augmentation de l'épaisseur recommandée jusqu'à 400 µg/cm^2;

— 7.6.3.1: pour évaluer le phénomène d'auto-absorption, la méthode de dopage est recommandée pour reproduire la nature du sel;

— Article 8:

  — introduction d'une nouvelle Formule (9) pour obtenir l'activité volumique bêta lorsque la correction systématique n'est pas requise;

© ISO 2019 – Tous droits réservés

— renumérotation des Formules suivantes;

— Article 9: spécification de plusieurs limites et interférences;

— 9.1: spécification des contributions des radionucléides naturels.

 © ISO 2019 – Tous droits réservés

Introduction

La radioactivité, provenant de diverses sources naturelles et anthropiques, est présente partout dans l'environnement. Les masses d'eau (par exemple, eaux de surface, eaux souterraines, eaux de mer) peuvent donc contenir des radionucléides d'origine naturelle et/ou engendrés par l'Homme:

— les radionucléides naturels, y compris le potassium 40, le tritium, le carbone 14 et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, en particulier le radium 226, le radium 228, l'uranium 234, l'uranium 238, le polonium et le plomb 210, peuvent être retrouvés dans l'eau pour des raisons naturelles (par exemple, désorption par le sol et lessivage par les eaux pluviales) ou peuvent être rejetés par des procédés technologiques impliquant des matières radioactives existant à l'état naturel (par exemple, extraction minière et traitement de sables minéraux, ou production et utilisation d'engrais phosphatés);

— les radionucléides artificiels tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), le tritium, le carbone 14, le strontium 90 et les radionucléides émetteurs gamma peuvent également être retrouvés dans les eaux naturelles. En raison de rejets réguliers autorisés, de faibles quantités de ces radionucléides sont rejetées dans l'environnement par les installations du cycle du combustible nucléaire. Certains de ces radionucléides, employés dans des applications médicales et industrielles, sont également rejetés dans l'environnement après usage. Il est également possible de retrouver des radionucléides anthropiques dans les eaux suite à une contamination passée, due aux retombées de l'explosion d'engins nucléaires dans l'atmosphère et d'accidents nucléaires tels que ceux qui se sont produits à Tchernobyl et Fukushima.

L'activité volumique d'un radionucléide dans les masses d'eau peut varier selon les caractéristiques géologiques locales et les conditions climatiques; elle peut localement et temporairement être accrue suite aux rejets par des installations nucléaires dans des situations d'exposition prévues, existantes et d'urgence.[1] L'eau potable peut alors contenir des radionucléides à des niveaux d'activité volumique pouvant représenter un risque pour la santé humaine.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont généralement contrôlés avant d'être rejetés dans l'environnement[2] et les masses d'eau. La radioactivité des eaux potables est contrôlée, comme le recommande l'Organisation mondiale de la santé (OMS).[3] Cela permet de mener des actions appropriées pour s'assurer de 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 limites recommandées de radionucléides pour les masses d'eau et les eaux potables sont généralement spécifiées par des réglementations nationales applicables dans des situations d'exposition prévues, existantes et d'urgence. Le respect de ces limites peut être déterminé à l'aide de résultats de mesure assortis de leurs incertitudes respectives, comme exigé par l'ISO/IEC Guide 98-3 et l'ISO 5667-20[4].

Selon la situation d'exposition, les limites autorisées et recommandées, qui aboutiraient à des actions visant à réduire le risque pour la santé, diffèrent. Par exemple, au cours d'une situation prévue ou existante, les niveaux de référence dans l'eau potable recommandés par l'OMS sont, pour l'activité alpha globale, de 0,5 Bq/L et, pour l'activité bêta globale, de 1 Bq/L.

NOTE La limite recommandée pour les membres du public est l'activité volumique correspondant à une consommation de 2 L d'eau potable par jour pendant une année, donnant une dose efficace de 0,1 mSv/an, ce qui représente un très faible niveau de risque d'engendrer des effets nocifs pour la santé détectables[3].

Les méthodes d'essai doivent donc être adaptées de sorte que leurs limites caractéristiques, leur seuil de décision, leur limite de détection et les incertitudes associées garantissent que les résultats d'essai de l'activité volumique des radionucléides permettent de vérifier que celle-ci est inférieure aux limites recommandées requises par l'autorité nationale pour les situations prévues/existantes ou une situation d'urgence[5][6][7].

Généralement, les méthodes d'essai peuvent être adaptées pour mesurer l'activité volumique d'un ou de plusieurs radionucléides dans les eaux usées avant stockage ou dans les effluents liquides avant rejet dans l'environnement. Les résultats d'essai permettront à l'exploitant de l'installation industrielle

© ISO 2019 – Tous droits réservés

de se conformer aux réglementations nationales en vérifiant, avant rejet, que les activités volumiques d'éléments radioactifs dans les eaux usées/effluents liquides sont inférieures aux limites autorisées.

La ou les méthodes d'essai décrites dans la présente norme peuvent être utilisées au cours de situations d'exposition prévues, existantes ou d'urgence, aussi bien pour les eaux usées que pour les effluents liquides avec des modifications spécifiques qui pourraient augmenter l'incertitude globale, la limite de détection et le seuil de décision.

La ou les méthodes d'essai peuvent être utilisées pour des échantillons d'eau après échantillonnage approprié, manipulation de l'échantillon et préparation de l'échantillon pour essai (voir la partie *ad hoc* de l'ISO 5667).

Une Norme internationale sur une méthode d'essai des activités volumiques alpha globale et bêta globale dans des échantillons d'eau est justifiée pour les laboratoires d'essais procédant à ces mesurages, parfois requis par les autorités nationales, car les laboratoires peuvent être dans l'obligation d'obtenir une accréditation spécifique pour le mesurage des radionucléides dans des échantillons d'eau potable.

La présente Norme internationale fait partie d'une série de Normes internationales sur les méthodes d'essai relatives au mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans les échantillons d'eau.

 © ISO 2019 – Tous droits réservés

Qualité de l'eau — Activités alpha globale et bêta globale — Méthode d'essai par dépôt d'une source fine

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 d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

IMPORTANT — Il est indispensable que les essais menés conformément au présent document soient effectués par du personnel qualifié.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination des activités volumiques alpha globale et bêta globale pour des radionucléides émetteurs alpha et bêta. Le mesurage des activités alpha globale et bêta globale n'est pas destiné à déterminer de façon absolue l'activité volumique de tous les radionucléides émetteurs alpha et bêta dans un échantillon pour essai, mais à s'assurer, par dépistage, que les niveaux de référence particuliers des émetteurs spécifiques alpha et bêta n'ont pas été dépassés. Ce type de détermination est également connu en tant qu'indice alpha et bêta global. On ne s'attend pas à ce que l'analyse alpha et bêta globale soit aussi précise que l'analyse de radionucléides spécifiques après séparations radiochimiques.

Des énergies bêta maximales sont correctement mesurées à partir d'environ 0,1 MeV ou plus. Les émetteurs bêta de faible énergie peuvent ne pas être détectés (par exemple ^{3}H, ^{55}Fe, ^{241}Pu) ou peuvent être seulement partiellement détectés (par exemple ^{14}C, ^{35}S, ^{63}Ni, ^{210}Pb, ^{228}Ra).

La méthode couvre les radionucléides non volatils, car certains radionucléides gazeux ou volatils (par exemple le radon et l'iode radioactif) peuvent être perdus au cours de la préparation de la source.

La méthode d'essai est applicable à des échantillons pour essai d'eau potable, d'eau de pluie, d'eau de surface et d'eau souterraine ainsi que d'eau de refroidissement, d'eau industrielle, d'eaux usées domestiques et industrielles après échantillonnage approprié, manipulation de l'échantillon et préparation de l'échantillon pour essai (filtration si nécessaire et en tenant compte de la quantité de matières dissoutes dans l'eau).

La méthode décrite dans le présent document est applicable dans le cas d'une situation d'urgence car les résultats peuvent être obtenus en moins d'1 h. Les limites de détection atteintes pour l'activité alpha globale et l'activité bêta globale sont inférieures à 10 Bq/L et 20 Bq/L, respectivement. L'évaporation d'un échantillon de 10 mL s'effectue en 20 min et est suivie d'un comptage de 10 min à l'aide de compteurs proportionnels à fenêtre.

Il incombe au laboratoire de s'assurer de l'aptitude à l'emploi de cette méthode d'essai pour les échantillons d'eau soumis à essai.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de telle sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les 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 2019 – Tous droits réservés

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/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 et symboles

Pour les besoins du présent document, les termes, définitions et symboles donnés dans 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 (OBP): disponible à l'adresse https://www.iso.org/obp

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

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}
$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$	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}

© ISO 2019 – Tous droits réservés

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,...	Bq L^{-1}
$u(c_A)$	incertitude-type associée au résultat de mesure	Bq L^{-1}
V	volume de l'échantillon pour essai	L
ε_α, ε_β	rendement de comptage pour les voies α et β, respectivement	—
$\varepsilon_{a\alpha}$, $\varepsilon_{a\beta}$	rendement de comptage de l'échantillon pour les voies α et β, respectivement	—
χ	interférence alpha dans la voie bêta	—

4 Principe

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. Afin d'obtenir un dépôt mince et homogène 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 globale, les radionucléides peuvent être concentrés par coprécipitation, le coprécipité filtré déposé sur la coupelle étant mesuré[8].

Lorsque des matières en suspension sont présentes, une filtration à travers un milieu filtrant ayant une taille de pores de 0,45 µm est nécessaire et les activités alpha et bêta globales peuvent également être déterminées pour la matière retenue sur le filtre.

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 et bêta spécifiques qui constituent les sources étalons de référence.

5 Réactifs et équipement

5.1 Réactifs

5.1.1 Généralités

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.

5.1.2 Solutions étalons

5.1.2.1 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

© ISO 2019 – Tous droits réservés