
**Qualité de l'eau — Radium 226 —
Partie 2:
Méthode d'essai par émanométrie**

Water quality — Radium-226 —

Part 2: Test method using emanometry

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

[ISO 13165-2:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13165-2:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 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 et symboles	1
3.1 Termes et définitions.....	1
3.2 Symboles.....	2
4 Principe	2
5 Réactifs et équipements	3
5.1 Réactifs.....	3
5.2 Équipements.....	3
6 Échantillonnage et conservation	4
6.1 Échantillonnage.....	4
6.2 Conservation des échantillons.....	4
7 Modes opératoires	4
7.1 Préparation de l'échantillon.....	4
7.2 Conditions de mesurage.....	5
7.3 Mode opératoire de comptage.....	5
8 Programme d'assurance qualité et de contrôle de la qualité	5
8.1 Généralités.....	5
8.2 Paramètres d'influence.....	6
8.3 Vérification des instruments et calibration.....	6
8.4 Vérification de la méthode.....	6
8.5 Démonstration de l'aptitude de l'analyste.....	6
9 Expression des résultats	7
9.1 Activité volumique du ²²⁶ Ra soluble dans l'eau.....	7
9.2 Incertitude-type de l'activité volumique.....	7
9.3 Limites de l'intervalle de confiance.....	8
9.4 Exemple.....	9
10 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Chaînes de désintégration de l'uranium 238 et du thorium 232	10
Annexe B (informative) Barboteur	12
Annexe C (informative) Ballon scintillant en verre	14
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 (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 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. 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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçus (voir www.iso.org/patents).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour plus d'explications sur la signification des termes et expressions spécifiques employés par l'ISO pour l'évaluation de la conformité, et pour plus d'informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC relatifs aux obstacles techniques au commerce (OTC), voir l'URL suivante: Avant-propos - Informations supplémentaires.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fd1d661a6e/iso-13165-2:2014>

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

L'ISO 13165 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Radium 226*:

- *Partie 1: Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide*
- *Partie 2: Méthode d'essai par émanométrie*

La partie suivante est en cours d'élaboration:

- *Partie 3: Méthode d'essai par coprécipitation et spectrométrie gamma*

Introduction

La radioactivité, naturelle ou engendrée par l'homme, est présente partout dans l'environnement. Il est donc possible de retrouver dans l'eau (eaux de surface et souterraines, eau de mer), des radionucléides d'origine naturelle ou artificielle (c'est-à-dire engendrée par l'homme):

les radionucléides naturels, y compris le potassium 40, et ceux des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le radium 226, le radium 228, l'uranium 234, l'uranium 238 et le plomb 210, peuvent se trouver dans l'eau pour des raisons naturelles (par exemple, désorption par le sol et lessivage par les eaux pluviales) ou ils 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 engendrés par l'activité humaine, tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), le tritium, le carbone 14, le strontium 90 et des radionucléides émetteurs gamma peuvent aussi se trouver dans les eaux naturelles car la réglementation autorise leur libération périodique dans l'environnement en faibles quantités dans l'effluent déversé par les installations concernant le cycle du combustible nucléaire et suite à leur utilisation dans le domaine de la médecine nucléaire ou de l'industrie. Il est également possible de retrouver des radionucléides dans l'eau suite aux retombées radioactives des explosions d'installations nucléaires qui ont eu lieu dans l'atmosphère, notamment lors des accidents de Tchernobyl et de Fukushima.

L'eau potable peut alors contenir des radionucléides dans des valeurs d'activité volumique représentant potentiellement un risque sanitaire pour l'homme. Afin d'évaluer la qualité de l'eau potable (eau minérale ou de source) en fonction de sa teneur en radionucléides, et pour émettre des avis dans le but de réduire ces activités volumiques et les risques sanitaires qui y sont liés, la teneur en radionucléides des ressources en eau (nappes phréatiques, rivières, lacs, mers, etc.), ainsi que l'eau destinée à la consommation, est contrôlée selon les recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS).

La nécessité d'une Norme internationale sur une méthode d'essai des activités volumiques du radium 226 dans les échantillons d'eau est justifiée pour les laboratoires d'essais qui procèdent à ces mesurages. Elle est parfois rendue obligatoire par les autorités locales pour l'obtention d'une accréditation à des mesurages de radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

L'activité volumique du radium 226 peut varier grandement selon la géologie et le climat local et se situe entre 0,001 Bq l⁻¹ dans les eaux de surface et 50 Bq l⁻¹ dans les eaux souterraines naturelles. La limite recommandée par l'OMS pour le radium 226 dans l'eau potable est de 1 Bq l⁻¹ (voir la Référence [1]).

NOTE La limite recommandée pour un individu moyen correspond à l'activité volumique d'une prise de 2 l d'eau potable par jour pendant une année, soit une dose effective de 0,1 mSv/an, ce qui représente un très faible niveau de risque d'engendrer des effets sanitaires suffisamment néfastes pour être détectés.

La présente Norme internationale fait partie d'une série de normes internationales relatives aux méthodes d'essai qui traitent du mesurage de l'activité volumique de radionucléides dans des échantillons d'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13165-2:2014](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2-2014>

Qualité de l'eau — Radium 226 —

Partie 2: Méthode d'essai par émanométrie

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant le présent document connaissent bien les pratiques normales de laboratoire. Le présent document n'a pas pour objectif de traiter l'ensemble des problèmes de sécurité associés, le cas échéant, 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 au présent document soient effectués par du personnel ayant une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13165 spécifie la détermination de l'activité volumique du radium 226 (^{226}Ra), dans tous types d'eaux par émanométrie.

La méthode spécifiée est applicable pour la détermination de l'activité volumique du ^{226}Ra soluble, total et particulaire dans tous types d'eaux d'activité volumique en ^{226}Ra supérieure à $0,02 \text{ Bq l}^{-1}$.

Dans les eaux fortement chargées en ^{228}Th , l'interférence due aux descendants du ^{220}Rn peut conduire à une surestimation des niveaux mesurés (voir [Figure A.2](#)).

<https://standards.iteh.ai/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2-2014>

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

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

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

3 Termes, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

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

3.1.1

étalon de référence

étalon conçu pour l'étalonnage d'autres étalons de grandeurs de même nature dans une organisation donnée ou en un lieu donné

3.1.2

étalon de travail

étalon qui est utilisé couramment pour étalonner ou contrôler des instruments de mesure ou des systèmes de mesure

Note 1 à l'article: Un étalon de travail peut être utilisé comme solution d'activité volumique connue obtenue par dilution précise ou dissolution d'un étalon de référence.

3.2 Symboles

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

c_A	activité volumique de ^{226}Ra dans l'eau, en becquerels par litre
c_A^*	seuil de décision, en becquerels par litre
$c_A^\#$	limite de détection, en becquerels par litre
$c_A^<, c_A^>$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre
f_a	facteur de correction d'accumulation du ^{222}Rn dans le barboteur, sans dimension
f_d	facteur de correction de décroissance du ^{222}Rn dans le volume de détection, sans dimension
n	nombre de cycles de comptage
n_α	nombre d'émetteurs alpha présents dans la cellule par becquerels de radon, après une période de temps d'attente entre le moment de remplissage et le temps de comptage de la cellule (n_α est d'environ 3 à un temps d'attente de 3 h à 1 Bq de radon)
N_0	nombre d'impulsions dues au bruit de fond
N	nombre d'impulsions brutes
t_c	temps de comptage (commun à N , N_0), en secondes
t_i	heure des différentes étapes de la procédure de mesurage, $i = 0, 1$ et 2
U	incertitude élargie calculée par $U = ku(c_A)$ avec $k = 2$
$u(c_A)$	incertitude-type associée au résultat de mesurage
V	volume de la prise d'essai, en litres
ε	efficacité totale, y compris l'efficacité de dégazage et l'efficacité de comptage du système pour un comptage effectué avec un équilibre radioactif entre ^{222}Rn et ses descendants à vie courte, en impulsions par seconde par becquerel
λ	constante de désintégration du ^{222}Rn , par seconde

4 Principe

Cette méthode d'essai repose l'émanation et le comptage des scintillations du ^{222}Rn , un descendant gazeux du ^{226}Ra , à partir d'une solution (voir la Référence [6]).

La mesure de l'activité volumique du ^{226}Ra dans l'eau s'effectue en deux étapes distinctes, à savoir la préparation de l'échantillon puis le mesurage de la prise d'essai.

La préparation consiste en:

- une mise en solution quand il s'agit de mesurer le radium total ou particulaire;
- une filtration quand il s'agit de mesurer le radium soluble.

Elle est suivie d'une pré-concentration, le cas échéant, et d'une accumulation des descendants sans séparation initiale.

Après filtration et acidification, la prise d'essai est introduite dans un barboteur (voir [Figure B.1](#)) et stockée pour l'accumulation du ^{222}Rn .

Après une période d'accumulation appropriée, le radon est extrait de la solution par une purge avec du gaz exempt de radon, puis transféré dans un ballon scintillant, dont la surface interne est revêtue d'une couche de sulfure de zinc activé à l'argent, $\text{ZnS}(\text{Ag})$ (voir [Figure C.1](#)) (voir la Référence [8]).

Les particules alpha produites par la désintégration de ^{222}Rn et de ses descendants à vie courte (^{218}Po , ^{214}Po) cèdent leur énergie au fur et à mesure de leur parcours dans le milieu scintillant. Lorsqu'ils reviennent à leur état fondamental, les électrons excités dans le milieu scintillant émettent des photons à partir de la couche de $\text{ZnS}(\text{Ag})$ qui peuvent être détectés par un système photomultiplicateur. Le système photomultiplicateur convertit les photons en impulsions électriques qui sont ensuite comptées. Le comptage des impulsions est directement proportionnel à l'activité volumique du radon et de ses descendants présents dans le ballon scintillant.

L'activité volumique du ^{226}Ra soluble est calculée, en tenant compte de l'état d'équilibre connu entre le ^{226}Ra et le ^{222}Rn après le transfert du ^{222}Rn dans un ballon scintillant.

Compte tenu de son fort pouvoir d'émanation, le radon peut aussi s'échapper des particules en suspension dans l'eau. Dans le cas de l'analyse sur eau brute, il est donc conseillé d'effectuer une mise en solution de la phase particulaire (voir la Référence [7]).

ISO 13165-2:2014

5 Réactifs et équipements

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2-2014>

5.1 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente et ne présentant aucune radioactivité indésirable.

5.1.1 Solution d'acide nitrique concentré, HNO_3 .

5.1.2 Solution d'acide nitrique dilué, inférieure ou égale à 100 g l^{-1} , exempte de radioactivité alpha.

5.1.3 Solution de référence de ^{226}Ra .

5.1.4 Filtre en ester de cellulose, de porosité $0,45 \mu\text{m}$.

5.1.5 Solution d'acide chlorhydrique, si la fraction particulaire du ^{226}Ra exige une mise en solution.

5.2 Équipements

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, les éléments suivants.

5.2.1 Plaques chauffantes.

5.2.2 Aiguilles, longueur d'environ 30 mm , diamètre d'environ $1,5 \text{ mm}$.

5.2.3 Barboteurs, volume minimum de 125 ml avec deux robinets à pointeau en (poly) tétrafluoroéthylène (voir [Figure B.1](#)).

5.2.4 Ensemble spécialisé de détection par scintillation solide, équipé d'un photomultiplicateur.

5.2.5 **Manomètre**, mesurant une pression.

5.2.6 **Ballon scintillant en verre à fond plat**, de 250 ml à 500 ml de volume.

La surface interne du ballon, mis à part le fond, est revêtue d'une couche de sulfure de zinc activé à l'argent (ZnS(Ag)). La surface externe est revêtue d'un matériau protégeant de la lumière, à l'exception du fond plat qui constitue la fenêtre de mesure (voir [Figure C.1](#)).

5.2.7 **Pompe à vide**, permettant d'obtenir une dépression d'environ 300 Pa.

5.2.8 **Source radioactive constante émettrice alpha**, par exemple de ^{239}Pu .

6 Échantillonnage et conservation

6.1 Échantillonnage

Les conditions de prélèvement des échantillons doivent être conformes à la norme ISO 5667-3.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon qui n'a pas été endommagé ou modifié lors du transport ou de l'entreposage.

6.2 Conservation des échantillons

Si nécessaire, l'échantillon d'eau (de 0,5 l à 1,0 l) doit être conservé conformément à l'ISO 5667-3.

Lorsqu'une pré-concentration est souhaitée, acidifier l'échantillon à un pH compris entre pH 1 et pH 3 avec du HNO_3 . Le cas échéant, effectuer immédiatement la filtration au moment du prélèvement et avant l'acidification.

L'acidification de l'échantillon d'eau réduit au minimum la perte de matière radioactive de la solution par adsorption. Si la filtration de l'échantillon est requise, effectuer l'acidification après celle-ci; sinon, la matière radioactive déjà adsorbée sur le matériau particulaire peut être désorbée.

7 Modes opératoires

7.1 Préparation de l'échantillon

Lorsque le radium soluble et le radium particulaire doivent être mesurés séparément, l'échantillon d'eau est filtré à l'aide d'un filtre de porosité 0,45 μm .

L'échantillon initial est généralement de 0,5 l ou 1,0 l.

Pour 0,5 l, ajouter 5 ml de la solution d'acide nitrique concentré ([5.1.1](#)) à l'échantillon (brut ou filtré). Concentrer la solution par évaporation, sans la faire bouillir, jusqu'à un volume de 25 ml environ. Il est possible d'utiliser d'autres méthodes pour concentrer l'échantillon, comme la co-précipitation de sulfate suivie d'une dissolution avec de l'EDTA. Dans ce cas, si une récupération complète de radium 226 n'est pas garantie, il convient de déterminer et de corriger le rendement chimique.

NOTE La fraction particulaire du ^{226}Ra est mise en solution par minéralisation avec de l'acide chlorhydrique ou nitrique.

Après refroidissement, verser la solution dans un barboteur, rincer plusieurs fois avec la solution d'acide nitrique dilué ([5.1.2](#)) en frottant les parois internes du récipient. Les solutions de rinçage sont successivement transférées dans le barboteur. Le volume total ne doit pas dépasser 50 ml.

Le Rn 222 initialement dissous dans l'eau est éliminé par un premier barbotage:

— ouvrir les robinets;

- faire barboter le gaz exempt de radon à travers l'échantillon d'eau, dans une fine bulle d'air pendant au moins 20 min;
- fermer les robinets.

Noter la date et l'heure correspondant à l'instant t_0 .

Laisser le ^{222}Rn s'accumuler dans le barboteur pendant 5 jours au moins (2 jours au minimum en cas d'urgence et sous réserve d'une activité volumique minimale égale à 2 Bq l^{-1}).

La formation de précipités dans le barboteur pendant l'accumulation du ^{222}Rn prouve que la récupération du ^{222}Rn peut être affectée et que le mode opératoire de préparation de l'échantillon nécessite l'ajout d'une étape de filtration.

7.2 Conditions de mesurage

Du fait du processus de dégazage, seuls les radionucléides émetteurs alpha gazeux, ^{219}Rn (actinon) et ^{220}Rn (thoron), peuvent interférer. Il est prévu que l'interférence de ces radionucléides soit très rare dans l'eau non contaminée par des déchets industriels tels que les effluents des usines de concentration d'uranium. Comme les demi-vies de ces nucléides sont courtes, moins d'une minute, seuls leurs descendants émetteurs alpha peuvent interférer.

7.3 Mode opératoire de comptage

Conjointement, préparer le ballon scintillant comme suit:

- produire un vide de quelques kPa avec la pompe pour éliminer l'air du ballon scintillant;
- remplir le ballon de gaz exempt de radon jusqu'à la pression atmosphérique;
- mesurer le bruit de fond par comptage des impulsions électriques émis pendant une période suffisante égale à la durée de comptage de l'échantillon;
- produire un vide de quelques kPa avec la pompe pour éliminer de nouveau l'air du ballon scintillant.

Raccorder le barboteur (robinet 2) au ballon scintillant. Pour procéder au transfert du radon, ouvrir le robinet 1 puis, quand il ne se produit plus de bulles, ouvrir le robinet 2. Le barbotage doit être très lent (bulles fines). Quand l'équilibre des pressions est réalisé, le transfert est terminé (environ 20 minutes).

Noter la date et l'heure correspondant à l'instant t_1 .

Fermer les robinets. Isoler le ballon.

Pour un comptage optimal, attendre que l'équilibre radioactif entre le ^{222}Rn et ses descendants à vie courte (^{214}Po , ^{218}Po) soit atteint dans le ballon scintillant. L'équilibre radioactif est atteint 3 h après l'introduction du radon dans le ballon scintillant.

Placer le ballon scintillant sur la photocathode du détecteur et procéder à un comptage pendant un minimum de 1 h, ou à des comptages répétés pour s'assurer de l'état d'équilibre. L'instant de début de comptage correspond à t_2 .

Enfin, immédiatement après le comptage, rincer le ballon scintillant avec un gaz exempt de radon afin d'éviter toute accumulation supplémentaire de $^{210}\text{Pb}/^{210}\text{Po}$ dans le ballon.

8 Programme d'assurance qualité et de contrôle de la qualité

8.1 Généralités

Les opérations de contrôle de la qualité doivent satisfaire aux exigences de l'ISO/IEC 17025.