



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 13165-2

ISO/TC 147/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote
2012-10-29

Vote clos le
2013-01-29

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Qualité de l'eau — Radium 226 —

Partie 2: Méthode d'essai par émanométrie

Water quality — Radium 226 —

Part 2: Test method using emanometry

ICS 13.060.60; 17.240

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30b2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2-2014>

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées 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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et symboles	2
3.1 Termes et définitions	2
3.2 Symboles	2
4 Principe de la mesure	3
5 Réactifs et appareillage	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	6
8.1 Généralités	6
8.2 Grandeurs 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	7
9 Expression des résultats	7
9.1 Activité volumique du ²²⁶Ra soluble dans l'eau	7
9.2 Incertitude-type de l'activité volumique	7
9.3 Limites de l'intervalle de confiance	9
9.4 Exemple	9
10 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Chaînes de désintégration de l'uranium 238 et du thorium 232	11
Annexe B (informative) Barboteur	13
Annexe C (informative) Cellule de scintillation 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 (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 13165-2 a été élaborée par le comité technique 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*
- *Partie 3 : Méthode d'essai par coprécipitation et spectrométrie gamma*

Introduction

La présente Norme internationale décrit les conditions de mesurage de l'activité du ^{226}Ra dans l'eau par émanométrie. D'autres techniques existent :

- Co-précipitation et spectrométrie gamma (ISO 13165-3) ;
- comptage des scintillations en milieu liquide (ISO 13165-1) ;
- spectrométrie gamma, directe ou après concentration (ISO 10703).

Caractéristiques générales de chaque technique :

- Emanométrie : cette méthode est applicable à tous types d'eaux non-salines d'activités en ^{226}Ra supérieures à $0,02 \text{ Bq.L}^{-1}$ avec une prise d'essai supérieure ou égale à 500 ml. La présence du ^{228}Ra en forte concentration peut interférer sur la mesure. Le délai analytique est au moins de 7 jours.
- Spectrométrie gamma : cette méthode est applicable à tous types d'eaux d'activités en ^{226}Ra soluble supérieures à $0,02 \text{ Bq.L}^{-1}$ avec une prise d'essai de 5 l. La méthode permet d'analyser les autres isotopes naturels du radium (^{224}Ra et ^{228}Ra). Le délai analytique est d'environ d'un mois.
- Comptage de scintillations en milieu liquide : cette méthode est applicable aux eaux non précipitantes à pH supérieur à 10 et d'activités en ^{226}Ra supérieures à $0,02 \text{ Bq.L}^{-1}$ avec une prise d'essai de deux fois 5ml. Le délai analytique est d'au moins de 3 jours.

Tous les sols et toutes les eaux sont naturellement radioactifs, du fait principalement de leur teneur minérale naturelle en potassium, uranium et thorium. Les principaux radionucléides responsables sont le ^{40}K et les éléments radioactifs des chaînes de désintégration de ^{238}U et de ^{232}Th (voir Annexe A, Figures 1 et 2). La radioactivité d'origine naturelle peut varier dans des proportions importantes selon les caractéristiques géologiques et climatiques. Le tableau 1 donne les ordres de grandeur de cette radioactivité dans les eaux, sans prendre en compte les valeurs extrêmes.

Les principales autres sources de radium sont dues par exemple :

- à l'influence potentielle sur l'environnement des industries minières extractives, des industries travaillant sur des matériaux minéraux riches en radioéléments d'origine naturelle (usine d'engrais ou de séparation de terres rares par exemple) et des secteurs économiques divers mettant en œuvre des radioéléments d'origine naturelle ou artificielle ;
- à l'utilisation intensive d'engrais riches en phosphates pour les cultures agricoles.

Tableau 1

Échantillon	Gamme de variations Bq.L^{-1}
Eau de mer	0,0005 à 0,003
Eau douce	< 0,02 à 1,0
Eau minérale	< 0,02 à 1,0
Eau potable	< 0,02 à 0,05

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30b2-5f8e-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 la présente Norme internationale connaissent bien les pratiques normales de laboratoire. La présente norme 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 de la présente norme 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 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 Ra-226, dans tous types d'eaux par émanométrie.

- La méthode décrite est applicable pour la détermination de l'activité volumique du ^{226}Ra soluble, total et particulaire dans tous types d'eaux non-salines d'activité volumique en ^{226}Ra supérieure à $0,02 \text{ Bq.L}^{-1}$.
- Dans le cas d'eaux fortement chargées en $^{228}\text{Ra}/^{228}\text{Th}$, l'interférence des descendants du ^{220}Rn peut conduire à une surestimation des niveaux mesurés (voir Annexe A, Figure 2).

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 5667-1, *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 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

ISO 6107-2, *Qualité de l'eau — Partie 2 : Vocabulaire*

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 et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans les différentes parties de la norme ISO 80000, ainsi que les suivants, s'appliquent.

3.1.2

étalon de référence

étalon, généralement ayant les plus hautes qualités métrologiques à un endroit ou dans un organisme donné, duquel dérivent les mesurages effectués

3.1.3

étalon de travail

étalon qui, habituellement calibré selon un étalon de référence, est régulièrement utilisé pour calibrer ou vérifier les mesurages des matériaux, les instruments de mesure, ou les matériaux de référence. Il 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 les différentes parties de la norme ISO 80000, ainsi que les suivants, s'appliquent.

C_A	activité volumique de ^{226}Ra dans l'eau, en becquerel par litre
N_0	Nombre d'impulsions dans le bruit de fond
N	Nombre d'impulsions brutes
t_c	temps de comptage (commun à N , N_0), en secondes
f_a	Facteur de correction d'accumulation du ^{222}Rn dans le barboteur, sans dimensions
f_d	Facteur de correction de décroissance de ^{222}Rn dans le volume de détection, sans dimensions
λ	Constante de désintégration du ^{222}Rn , par seconde
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
t_i	Heure des différentes étapes de la procédure de mesurage
V	Volume de la prise d'essai, en litres
$u(C_A)$	Incertitude type associée au résultat de mesurage
U	Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(C_A)$ avec $k = 2$
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

4 Principe de la mesure

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

La préparation consiste en :

- une mise en solution si nécessaire 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.

La méthode dite d'émanométrie par scintillation solide, nécessite essentiellement un confinement du ^{222}Rn , descendant du ^{226}Ra , pendant un temps donné de mise en équilibre avant son mesurage [1].

Après filtration et acidification, l'échantillon à doser est introduit dans un barboteur (voir Annexe B) où le radon s'accumule pendant une période de mise en équilibre.

La détermination de l'activité volumique du ^{226}Ra soluble est effectuée par mesure de ses descendants (^{222}Rn , ^{218}Po , ^{214}Po) dans un état d'équilibre connu après le transfert du ^{222}Rn dans un ballon scintillant (voir Annexe C). Un balayage de gaz, exempt de radioactivité, chasse le radon de l'échantillon dans le ballon, dont la surface interne est revêtue d'une couche de sulfure de zinc activé à l'argent ($\text{ZnS}(\text{Ag})$) [2].

Les particules alpha produites par la désintégration du radon et de ses descendants à vie courte 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 ZnS 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 dans l'air à l'intérieur du ballon.

Compte tenu de son fort pouvoir d'émanation, le radon peut aussi s'échapper des particules en suspension dans l'eau. Dans le cas d'analyse sur eau brute, il est donc conseillé d'effectuer une mise en solution de la phase particulaire (voir norme NF M-60-790-4).

5 Réactifs et appareillage

5.1 Réactifs

- 5.1.1 **Solution d'acide nitrique concentré**, HNO_3
- 5.1.2 **Solution d'acide nitrique dilué**, inférieure ou égale à 10 % 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 doit être 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 \cong 30 mm, diamètre \cong 1,5 mm.
- 5.2.3 Barboteurs**, volume minimum de 125 ml avec 2 robinets à pointe en Téflon (voir Figure B.1).
- 5.2.4 Ensemble spécialisé de détection par scintillation solide**, équipé d'un photomultiplicateur.
- 5.2.5 Manomètre**, mesurant une dépression.
- 5.2.6 Ballon scintillant en verre**, de 250 à 500 ml à fond plat. 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 Annexe C).
- 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, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

6.2 Conservation des échantillons

Conserver l'échantillon d'eau (de 0,5 l à 1,0 l) dans un récipient en plastique.

Lorsqu'une pré-concentration est souhaitée, acidifier l'échantillon à un pH compris entre 1 et 3 avec 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 maximum la perte de matière radioactive de la solution par adsorption. Si une filtration de l'échantillon est requise, l'acidification est effectuée ultérieurement ; faute de quoi la matière radioactive déjà adsorbée sur la matière particulaire peut être désorbée.

7 Modes opératoires

7.1 Préparation de l'échantillon

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

Filtrer si nécessaire l'échantillon pour essai à $0,45 \mu\text{m}$ afin de ne conserver que la fraction soluble de ^{226}Ra .

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

Pour 0,5 l, ajouter 5 ml de solution d'acide nitrique concentré (5.1.1) au filtrat précédent. 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 SO_4 suivie d'une dissolution avec de l'EDTA. Dans ce cas, si une récupération complète de Ra-226 n'est pas garantie, il convient de déterminer et de corriger le rendement chimique.