
**Qualité de l'eau — Plomb 210 —
Méthode d'essai par comptage des
scintillations en milieu liquide**

*Water quality — Lead-210 — Test method using liquid
scintillation counting*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13163:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fda55e-296c-4418-bcd8-182f86d83db0/iso-13163-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fda55e-296c-4418-bcd8-182f86d83db0/iso-13163-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13163:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fda55e-296c-4418-bcd8-182f86d83db0/iso-13163-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

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 Symboles	2
4 Principe	3
5 Réactifs et matériel	4
6 Échantillonnage et conservation	5
6.1 Prélèvement de l'échantillon.....	5
6.2 Conservation des échantillons.....	5
7 Mode opératoire	5
7.1 Préparation de l'échantillon.....	6
7.2 Pré-concentration.....	6
7.3 Séparation du ²¹⁰ Pb.....	7
7.4 Mesurage.....	9
8 Programme d'assurance qualité et de contrôle de la qualité	10
8.1 Généralités.....	10
8.2 Variables d'influence.....	10
8.3 Vérification des instruments.....	11
8.4 Contamination.....	11
8.5 Vérification de la méthode.....	11
8.6 Démonstration de l'aptitude de l'analyste.....	11
9 Expression des résultats	11
9.1 Généralités.....	11
9.2 Détermination des rendements.....	12
9.3 Calcul de l'activité volumique.....	12
9.4 Seuil de décision.....	13
9.5 Limite de détection.....	14
9.6 Limites de l'intervalle de confiance.....	14
10 Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Exemples de spectres	16
Bibliographie	18

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, 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/CEI, Partie 2, 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 reçues, www.iso.org/brevets.

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.

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*.

[ISO 13163:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fda55e-296c-4418-bcd8-182f86d83db0/iso-13163-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fda55e-296c-4418-bcd8-182f86d83db0/iso-13163-2013>

Introduction

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

- les radionucléides naturels, y compris le potassium 40, et ceux issus 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 naturellement dans l'eau (par exemple par désorption du sol ou lessivage par les eaux pluviales) ou peuvent être libérés par des processus technologiques impliquant des matières radioactives naturelles (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 aussi se trouver dans les eaux naturelles car la réglementation autorise leur libération périodique dans l'environnement en faibles quantités dans les effluents rejetés par les installations de retraitement du combustible nucléaire. Ils sont également libérés dans l'environnement suite à leur utilisation sous forme non scellée en médecine nucléaire et dans des applications industrielles. Ils sont aussi présents dans l'eau suite aux retombées des essais nucléaires en atmosphère et aux accidents nucléaires tels que ceux qui se sont produits à Tchernobyl et Fukushima.

L'eau potable peut donc contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique susceptibles de présenter un risque pour la santé humaine. Afin d'évaluer la qualité de l'eau potable (y compris les eaux minérales et les eaux de source) en fonction de sa teneur en radionucléides et de fournir des lignes directrices pour réduire les risques pour la santé en prenant des dispositions visant à réduire les valeurs d'activité volumique des radionucléides, la radioactivité des ressources en eau (eaux souterraines, rivières, lacs, mers, etc.) et des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS) et aux exigences de certaines autorités nationales.

Une Norme internationale spécifiant une méthode d'essai concernant les valeurs d'activité volumique du plomb 210 dans les échantillons d'eau est justifiée pour les laboratoires d'essais réalisant ces mesures et qui sont parfois tenus d'obtenir une accréditation spécifique des autorités nationales pour la réalisation de mesures de radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

L'activité volumique du plomb 210 peut varier selon les caractéristiques géologiques et climatiques locales et se situe généralement entre 2 mBq·l⁻¹ et 300 mBq·l⁻¹ (Références [12][13]) Le niveau de plomb 210 dans l'eau potable recommandé par l'OMS est de 100 mBq·l⁻¹ (Référence [14]).

NOTE Le niveau recommandé est l'activité volumique correspondant à l'absorption de 2 l/jour d'eau potable pendant 1 an, qui donne une dose efficace de 0,1 mSv/an pour le public, c'est-à-dire une dose efficace présentant un très faible niveau de risque et censée ne donner lieu à aucun effet nocif notable pour la santé.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13163:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fda55e-296c-4418-bcd8-182f86d83db0/iso-13163-2013>

Qualité de l'eau — Plomb 210 — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide

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 la détermination de l'activité volumique du plomb 210 (^{210}Pb) dans des échantillons de tout type d'eau par comptage en scintillation liquide (CSL). Pour les eaux brutes et les eaux potables, il convient que l'échantillon soit dégazé afin de limiter la re-croissance du ^{210}Pb à partir du radon 222 (^{222}Rn).

À l'aide d'un compteur à scintillation liquide standard, cette méthode d'essai peut mesurer les valeurs d'activité volumique du plomb 210 sur un domaine allant de moins de 20 $\text{mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ à 50 $\text{mBq}\cdot\text{l}^{-1}$. Ces valeurs peuvent être atteintes avec un temps de comptage compris entre 180 min et 720 min pour une prise d'essai de 0,5 l à 1,5 l.

Des valeurs plus élevées d'activité volumique du plomb 210 peuvent être mesurées en effectuant une dilution de l'échantillon et/ou en utilisant des aliquotes plus petites.

Il incombe au laboratoire de s'assurer de la pertinence de la présente méthode d'essai pour les échantillons d'eau soumis à essai.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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).

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

Guide ISO/CEI 99, *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*

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

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*

3 Symboles

Pour les besoins du présent document, les symboles et désignations donnés dans l'ISO 80000-10, l'ISO 11929, le Guide ISO/CEI 98-3 et le Guide ISO/CEI 99 ainsi que les suivants s'appliquent.

C_{coeff}	coefficient de la montée à l'équilibre du ^{210}Bi dans l'échantillon au cours du temps écoulé entre l'élution du bismuth et le temps de comptage
c_A	activité volumique dans l'échantillon, en becquerels par litre
c_{A0}	activité volumique de l'étalon, 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 basse et haute de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre
R_c	rendement chimique
r_b	taux de comptage du blanc de réactifs, en coups par seconde
r_g	taux de comptage de l'échantillon, en coups par seconde
r_s	taux de comptage de l'étalon, en coups par seconde
r_0	taux de comptage du mouvement propre, en coups par seconde
S1	solution éluee contenant le plomb ISO 13163:2013
t_g	temps de comptage de l'échantillon, en secondes
t_s	temps de comptage de l'étalon, en secondes
t_0	temps de comptage du mouvement propre, en secondes
U	incertitude élargie, calculée par $U = ku(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$, en becquerels par litre
$u(c_A)$	incertitude-type associée au résultat de mesure, en becquerels par litre
V	volume de la phase S1 éluee contenant le plomb, en litres
V_e	volume total de la prise d'essai et de l'entraîneur, en litres
V_s	volume de la prise d'essai de l'étalon, en litres
$V_{\text{éch}}$	volume de la prise d'essai, en litres
V_1	volume aliquote prélevé sur S1 pour le comptage du ^{210}Pb , en litres
V_2	volume aliquote prélevé sur S1 pour la détermination du rendement chimique du plomb, en litres
ε	rendement de détection du ^{210}Pb
ρ	concentration volumique en plomb de l'éluat, en milligrammes par litre
ρ_e	concentration en plomb mesurée dans l'échantillon après l'ajout de l'entraîneur, en milligrammes par litre

4 Principe

Le plomb 210 est un radionucléide émetteur bêta naturel ayant une énergie bêta maximale de 63,9 keV et une période radioactive de 22,3 ans (Références [15][16]). Il apparaît dans la chaîne de désintégration du ^{238}U ($4n+2$) comme un produit de désintégration de longue période du ^{222}Rn (voir [Figure 1](#)).

Le plomb 210 est séparé de ses descendants, le bismuth 210 et le polonium 210, par chromatographie d'extraction et son activité est mesurée par comptage en scintillation liquide, soit directement après sa séparation soit indirectement après re-croissance de son descendant le bismuth 210. D'autres méthodes de séparation existent (Référence [17]).

Pour éviter les interférences éventuelles des isotopes plomb 211 et plomb 214 et de leurs descendants pendant le comptage en scintillation liquide, il est recommandé d'attendre au moins 3 h entre l'élution du plomb et le comptage de l'échantillon pour permettre à ces radionucléides de se désintégrer totalement.

En ce qui concerne les radio-isotopes de plus longue période, tels que le plomb 212 et ses descendants, leurs interférences sont évitées en choisissant des fenêtres de comptage appropriées car leur énergie est beaucoup plus élevée que celle du ^{210}Pb (voir [7.4.2](#)).

Les échantillons ayant une activité volumique élevée doivent être dilués afin d'éviter une saturation de la résine et du détecteur, respectivement, pendant les étapes de séparation et de comptage.

Les matières en suspension sont éliminées avant l'analyse par filtration à l'aide de filtres de $0,45\ \mu\text{m}$. L'analyse de la fraction insoluble nécessite une étape de minéralisation qui n'est pas traitée dans la présente Norme internationale.

NOTE Une étape de minéralisation appropriée est spécifiée dans l'ISO 18589-2[10].

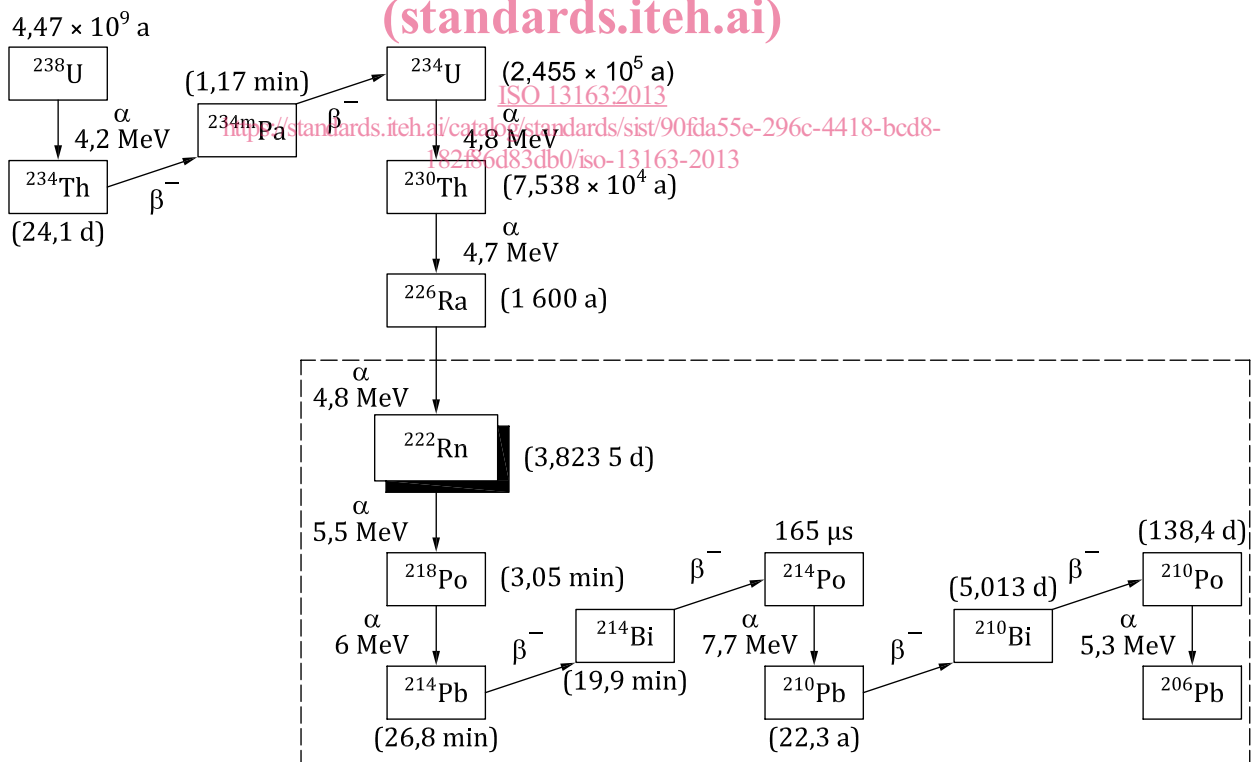


Figure 1 — Uranium 238 et ses produits de désintégration (voir l'ISO 13164-1)

Il est nécessaire de connaître la concentration en plomb stable dans l'échantillon afin de déterminer la masse d'entraîneur de plomb à ajouter, et de calculer le rendement chimique de la séparation du ^{210}Pb .

Il est possible de confirmer la pureté radiologique de la fraction contenant le ^{210}Pb en contrôlant l'activité de la montée à l'équilibre du ^{210}Bi , par des comptages répétés pendant un intervalle de temps approprié.

5 Réactifs et matériel

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Réactifs

5.1.1 Acide nitrique, HNO_3 , concentré, par exemple $700 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$.

5.1.2 Acide chlorhydrique, HCl , concentré, par exemple $370 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$.

5.1.3 Solution d'acide chlorhydrique, HCl , $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

5.1.4 Solution d'acide nitrique, HNO_3 , $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

5.1.5 Solution d'acide nitrique, HNO_3 , $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

5.1.6 Solution de Fe(III), à environ $1 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ dans de l'acide nitrique $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ou de l'acide chlorhydrique $0,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

5.1.7 Solution étalon de Pb(II), à environ $1 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ dans de l'acide nitrique $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ou de l'acide chlorhydrique $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

5.1.8 Ammoniaque, NH_4OH , concentré, par exemple $280 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$.

5.1.9 Solution de citrate d'ammonium ou **d'acide citrique**, $0,01 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ à $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ou **solution d'EDTA**, $0,01 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

5.1.10 Résine d'extraction chromatographique, par exemple une résine de type «éther-couronne 18C6».

5.1.11 Cocktail scintillant, choisi en fonction des caractéristiques de l'échantillon à analyser et des propriétés du matériel de détection. Les caractéristiques du cocktail scintillant doivent permettre l'obtention d'un mélange homogène et stable.

5.1.12 Eau de laboratoire, distillée ou déionisée, conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696[1].

L'eau déionisée peut contenir des quantités détectables de ^{222}Rn et de ses descendants à courte période. Il est donc fortement recommandé de faire bouillir l'eau en l'agitant vigoureusement, puis de la laisser reposer pendant une journée avant de l'utiliser. Sinon, un dégazage à l'azote pendant environ 1 h pour 2 l est recommandé.

Tous les réactifs doivent être de grande pureté (ne contenant aucune quantité détectable de plomb) ou avoir une teneur certifiée en plomb. Cela est validé par la réalisation régulière d'un contrôle de blanc de réactifs.

5.1.13 Solution radioactive, solution étalon de ^{210}Pb en équilibre avec le ^{210}Bi pour la détermination du rendement de comptage en scintillation liquide.

5.1.14 Agent d'affaiblissement lumineux, par exemple acide nitrique, acétone, composés organochlorés (chloroforme par exemple), nitrométhane. N'importe lequel de ces agents d'affaiblissement lumineux peut être utilisé.

ATTENTION — Certains agents d'affaiblissement lumineux sont dangereux ou toxiques.

5.2 Matériel

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

5.2.1 Centrifugeuse ou système de filtration sous vide.

5.2.2 Membrane filtrante, avec une taille de pore de 0,45 µm.

5.2.3 Balance analytique, d'une précision de 0,1 mg.

5.2.4 Équipement pour la mesure du plomb stable (par exemple spectroscopie d'absorption atomique, ICP-MS, ICP-OES).

5.2.5 Compteur bêta, compteur à scintillation liquide muni d'un système d'affichage et d'un dispositif d'enregistrement des spectres.

5.2.6 Flacons à scintillation, par exemple en polyéthylène, adaptés au compteur à scintillation liquide.

6 Échantillonnage et conservation

6.1 Prélèvement de l'échantillon

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif, non modifié au cours du transport ou de la conservation, et dans un récipient non endommagé (voir l'ISO 5667-3).

6.2 Conservation des échantillons

Les échantillons doivent être conservés conformément aux exigences générales de l'ISO 5667-3.

Le ^{222}Rn présent dans un échantillon à $100 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ génère environ $40 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ de ^{210}Pb pendant une durée de conservation de 10 jours. En conséquence, la durée de conservation du ^{210}Pb doit être prise en compte lorsque l'échantillon contient du radon.

7 Mode opératoire

La mesure est réalisée en 3 étapes:

- étape 1: pré-concentration du plomb par co-précipitation avec $\text{Fe}(\text{OH})_3$ préparé in situ (Référence [18]);
- étape 2: séparation du plomb sur la résine d'extraction chromatographique (Références [17][18][19][20][21][22][23]);
- étape 3: détermination de l'activité bêta du ^{210}Pb ou de son descendant le ^{210}Bi (Référence [24]).

Le rendement chimique de la séparation est obtenu en mesurant le rendement de plomb stable utilisé comme entraîneur. Il est donc nécessaire de:

- mesurer la teneur initiale en plomb de l'échantillon pour déterminer la quantité d'entraîneur à ajouter;
- mesurer la teneur en plomb de l'aliquote chargé avec l'entraîneur avant séparation chimique;
- mesurer la teneur en plomb présente dans l'éluat final qui servira au comptage du ^{210}Pb afin de calculer le rendement chimique.