
Qualité de l'eau — Radium 226 —

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

Water quality — Radium-226 —

Part 1: Test method using liquid scintillation counting

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13165-1:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d173039b44/iso-13165-1-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d173039b44/iso-13165-1-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13165-1:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcf61147-bd7e-445d-aeb2-8d173039bf44/iso-13165-1-2013>



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, définitions et unités	1
4 Principe	2
5 Réactifs et appareillage	3
5.1 Réactifs.....	3
5.2 Équipement.....	3
6 Échantillonnage	3
7 Réglage et étalonnage de l'instrument	4
7.1 Préparation des sources d'étalonnage.....	4
7.2 Optimisation des conditions de comptage.....	4
7.3 Rendement de détection.....	4
7.4 Préparation et mesurage du blanc.....	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Comptage direct.....	5
8.2 Préconcentration thermique.....	5
8.3 Préparation de l'échantillon.....	6
8.4 Mesurage de l'échantillon.....	6
9 Contrôle qualité	6
10 Expression des résultats	7
10.1 Calcul de l'activité massique.....	7
10.2 Incertitude-type.....	7
10.3 Seuil de décision.....	8
10.4 Limite de détection.....	8
10.5 Limites de l'intervalle de confiance.....	8
10.6 Calculs à l'aide de l'activité volumique.....	9
11 Contrôle des interférences	9
12 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Paramètres de réglage et données de validation	10
Bibliographie	14

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 13165-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Méthodes radiologiques*.

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* [ISO 13165-1:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13165-1-2013)

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 notre 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).

- a) Les radionucléides naturels, dont fait partie le potassium 40 ainsi que ceux des familles radioactives du thorium et de l'uranium, notamment les radium 226, radium 228, uranium 234, uranium 238, plomb 210, peuvent se trouver naturellement dans l'eau (par exemple, désorption par le sol et entraînement par les eaux pluviales), ou bien être issus de processus technologiques employant des matériaux naturellement radioactifs (par exemple, extraction et traitement de minéraux, ou production et utilisation d'engrais phosphatés).
- b) 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 les émetteurs gamma peuvent se trouver dans des eaux naturelles, car leur présence est autorisée en petites quantités dans les rejets des installations du cycle du combustible nucléaire. Ces eaux peuvent aussi avoir été utilisées et remises en circuit dans un cadre médical ou industriel. Il est également possible de trouver 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 de 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'essai 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 des échantillons d'eau potable.

L'activité volumique du radium 226 peut varier grandement selon la géologie et le climat local et va de 0,001 Bq l⁻¹ dans les eaux de surface jusqu'à 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 (Référence [7]).

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 des radionucléides dans des échantillons d'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13165-1:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/iso-13165-1-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/DCF61147-BD7E-445D-AEB2-8D173039BF44/iso-13165-1-2013>

Qualité de l'eau — Radium 226 —

Partie 1:

Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 13165 connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 13165 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 s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est indispensable que les essais menés selon la présente partie de l'ISO 13165 soient effectués par un personnel adéquatement qualifié.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13165 spécifie la détermination de l'activité volumique du radium 226 (^{226}Ra) dans des échantillons d'eau non saline par extraction de son produit, le radon 222 (^{222}Rn), et son mesurage par comptage des scintillations en milieu liquide.

Les activités volumiques du radium 226 qui peuvent être mesurées au moyen de cette méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide vont jusqu'à 50 mBq l⁻¹. Cette méthode n'est pas applicable au mesurage d'autres isotopes du radium.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/DCF61147-bd7e-445d-aeb2-8d173039b44/iso-13165-1-2013>

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).

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

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

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

Guide ISO/CEI 98-3:2008, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM 1995)*

3 Symboles, définitions et unités

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

a Activité massique de l'échantillon au moment du mesurage, en becquerels par gramme

ISO 13165-1:2013(F)

a_S	Activité massique de la solution étalon ^{226}Ra au moment du mesurage, en becquerels par gramme
a^*	Seuil de décision pour l'activité alpha massique, en becquerels par gramme
$a^\#$	Limite de détection pour l'activité alpha massique, en becquerels par gramme
$a^<, a^>$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par gramme
c_A	Activité volumique, en becquerels par litre
m	Masse de la prise d'essai, en grammes
m_1	Masse de l'échantillon initial soumis à un chauffage ou éventuellement à une concentration, en grammes
m_2	Masse de l'échantillon chauffé ou concentré, en grammes
m_3	Masse de l'échantillon chauffé ou concentré transféré dans le flacon, en grammes
m_S	Masse de la solution étalon ^{226}Ra utilisée pour la préparation de l'échantillon d'étalonnage, en grammes
r_0	Taux de comptage du blanc dans la fenêtre alpha, en secondes à la puissance moins un
r_g	Taux de comptage de l'échantillon dans la fenêtre alpha, en secondes à la puissance moins un
r_S	Taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage dans la fenêtre alpha, en secondes à la puissance moins un
t_0	Durée de comptage du blanc, en secondes
t_g	Durée de comptage de l'échantillon, en secondes
t_S	Durée de comptage de l'échantillon d'étalonnage, en secondes
$u(a)$	Incertitude-type associée au résultat du mesurage, en becquerels par gramme
U	Incertitude élargie, calculée à l'aide de $U = ku(a)$, où $k = 1, 2, \dots$, en becquerels par gramme
w	Facteur égal à $1/\varepsilon m$
ε	Rendement alpha
ρ	Densité, en grammes par litre

4 Principe

L'activité massique du ^{226}Ra est déterminée par comptage des scintillations en milieu liquide des descendants du ^{222}Rn lorsqu'un équilibre isotopique (99,56 %) est atteint dans les 30 jours suivant la préparation de l'échantillon. À l'aide d'un cocktail scintillant non miscible à l'eau, le ^{222}Rn est extrait de la solution aqueuse dans un flacon à scintillation (Références [1] à [4]).

L'échantillon aqueux est acidifié, chauffé et, si possible, concentré par lente évaporation pour désorber le ^{222}Rn et pour obtenir une meilleure limite de détection. L'échantillon aqueux concentré est transféré dans un flacon à scintillation étanche au radon et un cocktail scintillant non miscible à l'eau est ajouté.

Après 30 jours, l'échantillon est mesuré par comptage des scintillations en milieu liquide (LSC) en appliquant la discrimination alpha et bêta: seule l'émission alpha du ^{222}Rn et celle de ses descendants à

vie courte (^{218}Po , ^{214}Po) sont considérées car cette condition de comptage garantit une meilleure limite de détection.

5 Réactifs et appareillage

5.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne doivent présenter aucune activité alpha et bêta détectable, sauf pour [5.1.3](#) et [5.1.4](#).

5.1.1 Eau de laboratoire, distillée ou dé ionisée, conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

L'eau dé ionisée peut contenir des quantités détectables de ^{222}Rn et de descendants à vie courte. Il est donc vivement recommandé de faire bouillir l'eau en l'agitant vigoureusement et de la laisser reposer un jour avant de l'utiliser. Il est également possible d'y ajouter un volume d'azote de 2 l pendant 1 h.

5.1.2 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol l}^{-1}$, $\rho = 1,42 \text{ g ml}^{-1}$, fraction massique $w(\text{HNO}_3) = 70 \%$.

5.1.3 Cocktail scintillant, cocktails scintillants disponibles dans le commerce, non miscibles à l'eau et adaptés à la discrimination alpha et bêta (cocktails à base de diisopropylnaphtalène par exemple).

5.1.4 Solution étalon de ^{226}Ra

Les solutions étalons de ^{226}Ra doivent être accompagnées de certificats d'étalonnage comprenant au moins l'activité volumique, l'incertitude de mesure et/ou une déclaration de conformité avec une spécification métrologique identifiée.

5.2 Équipement

ISO 13165-1:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/DCF61147-bd7e-445d-aeb2-8d173039b44/iso-13165-1-2013>

5.2.1 Balance.

5.2.2 Plaque chauffante avec agitateur magnétique et barreau aimanté.

5.2.3 pH-mètre.

5.2.4 Flacons d'échantillons à col large en HDPE, volumes compris entre 100 ml et 500 ml.

5.2.5 Compteur à scintillations en milieu liquide, équipé de l'option de discrimination alpha et bêta, d'une chambre de comptage thermostatée et, de préférence, d'un compteur ultra-bas niveau pour atteindre de meilleures limites de détection.

5.2.6 Flacons à scintillation en polyéthylène, garnis de PTFE, 20 ml.

Les flacons en polyéthylène garnis de PTFE sont les mieux adaptés car ils empêchent à la fois la diffusion du cocktail dans la paroi du flacon et l'absorption du radon depuis l'environnement. Les flacons en verre présentent un bruit de fond nettement supérieur et dégradent généralement la discrimination alpha et bêta réalisable.

6 Échantillonnage

Il est de la responsabilité du laboratoire de s'assurer de la conformité de cette méthode d'essai aux échantillons d'eau soumis à essai.

Prélever l'échantillon conformément à l'ISO 5667-1. Conserver l'échantillon d'eau (de 0,1 l à 1 l) dans un flacon en plastique (5.2.4) conformément à l'ISO 5667-3. Si l'on souhaite effectuer une préconcentration, acidifier l'échantillon à un pH compris entre 1 et 3 avec du HNO₃ (5.1.2). Si nécessaire, 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 dépôt sur la paroi du récipient contenant l'échantillon. 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.

Si l'échantillon n'est pas acidifié, il convient de commencer la préparation de l'échantillon dès que possible et toujours moins d'un mois après la date d'échantillonnage (ISO 5667-3).

7 Réglage et étalonnage de l'instrument

7.1 Préparation des sources d'étalonnage

Transférer une masse précisément connue, m_S , de la solution étalon ²²⁶Ra (5.1.4) dans un flacon à scintillation (5.2.6). Faire en sorte que l'activité massique au moment du mesurage soit a . Diluer avec de l'eau (5.1.1) jusqu'au volume préalablement choisi, par exemple 10 ml. Ajouter le cocktail scintillant (5.1.3), par exemple 10 ml.

Conserver l'échantillon pendant au moins 30 jours de façon à atteindre l'équilibre séculaire.

S'assurer que le pH des solutions étalons diluées soit compris entre 0 et 2.

Conserver les échantillons de manière à optimiser leur préservation. Il est recommandé de les conserver à l'abri de la lumière. Choisir une température unique applicable de façon générale afin de ne pas influencer sur les coefficients de distribution. La température doit être conforme aux caractéristiques du cocktail scintillant (5.1.3, voir les instructions des fabricants). En général, et si possible, une conservation dans la chambre à scintillation à 15 °C environ est appropriée.

7.2 Optimisation des conditions de comptage

Régler la fenêtre de comptage alpha de façon que les énergies des trois émetteurs alpha présents dans la phase du cocktail (²²²Rn: 5,49 MeV, ²¹⁸Po: 6,00 MeV et ²¹⁴Po: 7,69 MeV) soient couvertes.

Pendant une durée appropriée, compter l'échantillon d'étalonnage ²²⁶Ra en mode de discrimination alpha et bêta (voir les instructions du fabricant), en utilisant différents réglages pour le discriminateur.

Le réglage optimal du discriminateur (point de fonctionnement) est choisi par inspection visuelle des spectres afin d'obtenir un spectre alpha dépourvu de dénombrements bêta (voir l'Annexe A).

NOTE Étant donné qu'il n'y a pas d'eau dans la phase du cocktail scintillant, le quenching est faible et constant et la discrimination alpha et bêta est relativement nette.

7.3 Rendement de détection

Faire en sorte que le taux de comptage soit r_S pour les dénombrements de l'échantillon d'étalonnage ²²⁶Ra dans la fenêtre alpha, conformément aux mesurages effectués avec les réglages optimaux du discriminateur définis au préalable.

Déterminer le rendement alpha:

$$\varepsilon = \frac{r_S - r_0}{a m_S} \quad (1)$$

Il convient de définir les limites d'acceptation du rendement.

NOTE Le rendement alpha inclut à la fois l'efficacité de comptage et le rendement d'extraction. Les valeurs habituelles se situent entre 200 % et 300 % (émissions alpha de ^{222}Rn , ^{218}Po et ^{214}Po).

Il est conseillé de vérifier la linéarité de la méthode. Évaluer le rendement en utilisant des échantillons d'étalonnage dont les activités couvrent l'ensemble de l'étendue de mesure.

Une estimation plus précise du rendement peut être obtenue en préparant et en mesurant un nombre suffisant d'échantillons d'étalonnage.

Vérifier les rendements selon une périodicité établie par le laboratoire et en cas de changements de matériaux (par exemple, cocktail scintillant) ou lorsque des opérations de maintenance sont effectuées sur le compteur à scintillations (5.2.5). Il est nécessaire d'effectuer une vérification ou un nouvel étalonnage lorsque les exigences de contrôle qualité de l'instrument (voir Article 9) ne sont pas respectées.

7.4 Préparation et mesurage du blanc

Acidifier un échantillon d'eau de laboratoire de façon à obtenir un pH compris entre 0 et 2. Transférer la quantité choisie (par exemple, 10 ml) dans le flacon à scintillation (5.2.6). Ajouter le cocktail scintillant (5.1.3), par exemple 10 ml, et bien mélanger.

Conserver le blanc pendant 30 jours puis le compter en utilisant les conditions de comptage optimales choisies. Faire en sorte que le taux de comptage mesuré dans la fenêtre alpha soit r_0 . Si le mode opératoire de préconcentration est utilisé normalement, préparer les blancs selon la même méthode.

Il convient également de définir les limites d'acceptation des blancs d'après la sensibilité souhaitée. Pour ce faire, il est conseillé d'utiliser des cartes de contrôle (voir l'ISO 8258[5]).

Il est recommandé de compter les blancs pendant la même durée que pour les prises d'essai habituelles.

Mesurer les blancs selon une périodicité établie par le laboratoire (par exemple, tous les mois) et en cas de changements de matériaux (par exemple, lot de cocktails scintillants) ou lorsque des opérations de maintenance sont effectuées sur le compteur à scintillations (5.2.5). Il est nécessaire d'effectuer une vérification ou un nouvel étalonnage lorsque les exigences de contrôle qualité de l'instrument (voir Article 9) ne sont pas respectées.

8 Mode opératoire

8.1 Comptage direct

Transférer une aliquote (m_1) pesée (5.2.1) de l'échantillon d'eau initial (environ 50 g) dans un bécher. Si l'échantillon n'a pas encore été acidifié, l'acidifier en utilisant de l'acide nitrique (5.1.2) pour ajuster le pH entre 0 et 2 à l'aide d'un pH-mètre (5.2.3).

Chauffer à environ 80 °C en agitant pendant 30 min dans un flacon fermé de façon à dégazer le ^{222}Rn dissous. Laisser l'échantillon refroidir et le peser à nouveau pour évaluer les pertes dues à l'évaporation (m_2).

8.2 Préconcentration thermique

Une préconcentration thermique peut être utilisée pour l'examen d'eaux douces (par exemple, résidu sec < 500 mg l⁻¹, comme dans la plupart des eaux potables) afin d'abaisser la limite de détection de la méthode. Les eaux dures peuvent provoquer des précipitations de sel qui sont difficiles à dissoudre complètement.