
Qualité de l'eau — Radium 226 —

Partie 3:

**Méthode d'essai par coprécipitation et
spectrométrie gamma**

Water quality — Radium-226 —

Part 3: Test method using coprecipitation and gamma-spectrometry

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

[ISO 13165-3:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2f7c0e1-f158-4fcb-9db2-c5e569bd8d76/iso-13165-3-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2f7c0e1-f158-4fcb-9db2-c5e569bd8d76/iso-13165-3-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13165-3:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2f7c0e1-f158-4fcb-9db2-c5e569bd8d76/iso-13165-3-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Symboles	2
5 Principe du mesurage	3
6 Réactifs et équipement	3
6.1 Réactifs.....	3
6.2 Équipements.....	4
7 Échantillonnage	4
7.1 Prélèvement des échantillons.....	4
7.2 Transport et conservation des échantillons.....	4
8 Modes opératoires	5
8.1 Préparation d'un blanc.....	5
8.2 Préparation de l'échantillon.....	5
8.3 Mode opératoire de comptage.....	5
9 Programme d'assurance qualité et de contrôle de la qualité	6
9.1 Généralités.....	6
9.2 Grandeurs d'influence.....	6
9.3 Vérification des instruments.....	6
9.4 Vérification de la méthode.....	6
9.5 Démonstration de l'aptitude de l'analyste.....	7
10 Expression des résultats	7
10.1 Généralités.....	7
10.2 Activité volumique du ²²⁶ Ra soluble dans l'eau.....	7
10.3 Incertitude-type de l'activité volumique.....	8
10.4 Seuil de décision.....	8
10.5 Limite de détection.....	8
10.6 Limites de l'intervalle de confiance.....	8
10.7 Corrections relatives aux contributions d'autres radionucléides et au bruit de fond.....	9
10.7.1 Généralités.....	9
10.7.2 Contribution des autres radionucléides.....	9
10.7.3 Contribution du bruit de fond.....	10
11 Expression des résultats	11
Annexe A (informative) L'uranium et sa chaîne de désintégration	12
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 (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 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 signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute 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/foreword.html

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*
- *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 certains radionucléides émetteurs gamma peuvent aussi se trouver dans les eaux naturelles suite à leur libération périodique dans l'environnement autorisée en faibles quantités dans l'effluent déversé par les installations concernant le cycle du combustible nucléaire. Ils sont également libérés dans l'environnement suite à leur utilisation sous une forme non scellée dans des applications industrielles et de médecine nucléaire. Il est également possible de les retrouver dans l'eau à la suite d'une contamination passée due aux retombées de l'explosion dans l'atmosphère d'engins nucléaires et d'accidents nucléaires tels que ceux qui se sont produits à Tchernobyl et 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 (y compris les eaux minérales et les eaux de source) en ce qui concerne 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) et ce contrôle peut être exigé par certaines autorités nationales.

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 Référence [\[13\]](#)).

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 13165-3:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2f7c0e1-f158-4fcb-9db2-c5e569bd8d76/iso-13165-3-2016>

Qualité de l'eau — Radium 226 —

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

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente partie de l'ISO 13165 connaissent bien les pratiques normales de laboratoire. La présente partie de l'ISO 13165 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 partie de l'ISO 13165 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 les types d'eaux par coprécipitation suivie d'une spectrométrie gamma (voir l'ISO 18589-3).

La méthode décrite est applicable pour la détermination de l'activité volumique du ^{226}Ra soluble ayant une activité volumique en ^{226}Ra supérieure à $0,02 \text{ Bq l}^{-1}$ en utilisant un volume d'échantillon compris entre 1 l et 100 l de tout type d'eau.

Pour des échantillons d'eau inférieurs à un volume de 1 l, la spectrométrie gamma directe peut être effectuée en se conformant à l'ISO 10703 avec une limite de détection supérieure.

NOTE Cette méthode d'essai permet également le mesurage d'autres isotopes du radium (^{223}Ra , ^{224}Ra et ^{228}Ra).

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 10703, *Qualité de l'eau — Détermination de l'activité volumique des radionucléides — Méthode par spectrométrie gamma à haute résolution*

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/IEC 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*

3 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 activité

nombre de désintégrations nucléaires spontanées qui se produisent dans une quantité donnée de matière pendant un intervalle de temps convenablement petit, divisé par cet intervalle de temps

[SOURCE: ISO 921:1997, 23]

3.2 étalon de référence

étalon, en général de la plus haute qualité métrologique disponible en un lieu ou un organisme donné, duquel dérivent les mesurages effectués en ce lieu ou dans cet organisme

3.3 étalon de travail

étalon qui, habituellement calibré selon un *étalon de référence* (3.2), est utilisé couramment pour étalonner ou contrôler des appareils de mesure ou des matériaux de référence. Il peut être utilisé comme solution d'*activité* (3.1) volumique connue obtenue par dilution précise ou dissolution d'un étalon de référence

4 Symboles

iTeh STANDARD PREVIEW

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 13165, les symboles définis dans l'ISO 11929 et l'ISO 80000-10 ainsi que les suivants s'appliquent.

ISO 13165-3:2016
 Tableau 1 — Liste des symboles
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c217c0e1-f158-4fcb-9db2-5e569bd8d76/iso-13165-3-2016>

V	Volume de la prise d'essai, en litres
A	Activité de chaque radionucléide de la source d'étalonnage, à la date de l'étalonnage, en becquerels
c_A, c_{Ac}	Activité volumique du ^{226}Ra , sans et avec corrections, exprimée en becquerels par litre
M_{sulfate}	Masse de sulfate de baryum, en grammes
M_{nitrate}	Masse de nitrate de baryum, en grammes
$M_{\text{carbonate}}$	Masse de carbonate de baryum, en grammes
t_g	Temps de comptage du spectre de l'échantillon, en secondes
t_0	Temps de comptage du spectre du bruit de fond, en secondes
t_s	Temps de comptage du spectre d'étalonnage, en secondes
n_N, n_{N0}, n_{Ns}	Nombre de coups dans l'aire nette du pic considéré, à l'énergie E , respectivement dans l'échantillon, les spectres du bruit de fond et d'étalonnage
n_g, n_{g0}, n_{gs}	Nombre de coups dans l'aire brute du pic considéré, à l'énergie E , respectivement dans l'échantillon, les spectres du bruit de fond et d'étalonnage
n_b, n_{b0}, n_{bs}	Nombre de coups dans bruit de fond du pic considéré, à l'énergie E , respectivement dans l'échantillon, les spectres du bruit de fond et d'étalonnage
ε	Efficacité du détecteur à l'énergie E avec la géométrie de comptage utilisée
R_C	Rendement chimique
P	Probabilité d'émission d'un rayon gamma d'énergie, E , de chaque radionucléide, par désintégration, c'est-à-dire le rapport d'embranchement ou le nombre de quanta γ par désintégration
$u(c_A)$	Incertitude-type de l'activité volumique, en becquerels par litre
$u(x)$	Incertitude-type du mesurande x
$u_{\text{rel}}(x)$	Incertitude relative: $u(x)/x$

Tableau 1 (suite)

U	Incertitude élargie calculée par $U = k u(c_A)$ avec k généralement égal à 2, en becquerels par litre
c_A^*	Seuil de décision, en becquerels par litre
$c_A^\#$	Limite de détection, en becquerels par litre
$C_A^\triangleleft, C_A^\triangleright$	Extrémités basse et haute de l'intervalle de confiance, de chaque radionucléide, en becquerels par litre

5 Principe du mesurage

Le mesurage de l'activité volumique du ^{226}Ra dans l'eau s'effectue en deux étapes distinctes: la préparation de l'échantillon, puis le mesurage par spectrométrie gamma[13][14][15].

La préparation de l'échantillon consiste en une filtration de l'échantillon d'eau (voir l'ISO 5667-3) pour assurer le mesurage de l'activité volumique de la fraction soluble du ^{226}Ra . La filtration est suivie d'une pré-concentration, d'une coprécipitation et d'une accumulation des descendants du ^{226}Ra .

Après filtration et acidification de l'échantillon d'eau, le ^{226}Ra est coprécipité dans le sulfate en utilisant un entraîneur tel que le nitrate de baryum ou le carbonate de baryum. Les sulfates de radium et de baryum sont ensuite lavés, séchés et pesés. Le rendement chimique est obtenu par gravimétrie. Pour les échantillons d'eau pouvant présenter une concentration initiale en baryum soluble, il convient d'utiliser un autre élément traceur pour éviter un rendement chimique de plus de 100 %.

Lorsqu'un élément traceur radiométrique tel que ^{133}Ba , est utilisé comme étalon interne pour évaluer le rendement de récupération, ce rendement de récupération est alors utilisé au lieu de R_c dans les Formules (2) et (4).

L'activité volumique du ^{226}Ra du précipité est mesurée par spectrométrie gamma à l'aide d'un détecteur au germanium hyper pur à faible bruit de fond.

La présence d'autres émetteurs gamma, tels que ^{235}U , dans le précipité, peut interférer avec la quantification de l'activité du radionucléide ^{226}Ra .

L'évaluation de l'activité volumique du ^{226}Ra soluble est effectuée par mesurage de ses descendants, ^{214}Pb et ^{214}Bi , à l'état d'équilibre qui est atteint quatre semaines après la dernière étape de coprécipitation.

6 Réactifs et équipement

6.1 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.

6.1.1 Solution d'acide nitrique concentré (HNO_3), à 65 % ou 69 %.

6.1.2 Solution d'acide nitrique (HNO_3), dilué à 2,28 %.

6.1.3 Solution d'acide nitrique (HNO_3), dilué à 18 %.

6.1.4 Solution d'entraîneur, Ba²⁺ à 10,0 g·l⁻¹.

Dissoudre lentement (19,0 g) de nitrate de baryum Ba(NO₃)₂ ou (14,3 g) de carbonate de baryum BaCO₃ dans un litre de solution d'acide nitrique (6.1.2). La masse de sel doit être pesée avec précision (meilleure que 1 %) et enregistrée.

Il est recommandé d'utiliser un réactif Ba(NO₃)₂ ou BaCO₃ avec une faible activité volumique en ²²⁶Ra. La présence en ²²⁶Ra dans le réactif doit être vérifiée à l'aide d'un blanc préparé avec de l'eau distillée ou déminéralisée.

6.1.5 Solution d'acide sulfurique concentré (H₂SO₄), (98 %).

6.1.6 Filtre en ester de cellulose, de porosité, 0,45 µm.

6.2 Équipements

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

6.2.1 Pompe péristaltique ou à membrane.

6.2.2 Agitateur magnétique et barreau.

6.2.3 Centrifugeuse et tubes.

6.2.4 Balance de précision.

6.2.5 Étuve.

6.2.6 Récipient étanche aux gaz.

ISO 13165-3:2016
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2f7c0e1-f158-4fcb-9db2-c5e569bd8d76/iso-13165-3-2016>

6.2.7 Système de spectrométrie gamma, bas bruit de fond.

7 Échantillonnage

La méthode peut être utilisée avec des échantillons d'eau de volume ne dépassant pas 100 l.

7.1 Prélèvement des échantillons

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

Si nécessaire, la filtration est effectuée pendant ou immédiatement après le prélèvement de l'échantillon et avant l'acidification, sinon la radioactivité déjà adsorbée sur les matières en suspension peut être désorbée.

Pour le prélèvement des échantillons, il est recommandé d'utiliser des récipients en matière plastique à usage unique.

Le volume de l'échantillon d'eau à prélever pour le mesurage dépend des limites de détection requises par le client.

7.2 Transport et conservation des échantillons

L'échantillon d'eau doit être transporté et 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 HNO₃. L'acidification de l'échantillon d'eau réduit au minimum la perte de matière radioactive de la solution par adsorption.

L'essai doit être effectué dès que possible.

8 Modes opératoires

8.1 Préparation d'un blanc

Préparer un blanc avec de l'eau distillée ou déminéralisée en effectuant les opérations décrites dans les étapes a) à i) en 8.2.

8.2 Préparation de l'échantillon

- a) Pour éviter les phénomènes d'adsorption et la prolifération d'algues, l'échantillon d'eau est acidifié à pH 1 avec de l'acide nitrique (voir 6.1.1). Le volume de l'échantillon d'eau peut être compris entre 1 l et 100 l. L'acidification de l'échantillon ne doit pas être effectuée avec de l'acide chlorhydrique car le sulfate de baryum est partiellement soluble dans celui-ci.
- b) Verser goutte à goutte 50 ml de la solution d'entraîneur (voir 6.1.4) en agitant vigoureusement la solution à analyser. Dans le cas d'eaux riches en ions sulfate, comme l'eau de mer, il faut que le baryum et le radium soient mélangés avant que le sulfate ne soit précipité.
- c) Ajouter 20 ml de H₂SO₄ concentré (voir 6.1.5) pour précipiter le sulfate.
- d) Arrêter le mélange.
- e) Laisser décanter le sulfate de radium et de baryum Ba(Ra)SO₄ environ 24 h.
- f) Séparer la plus grande partie du surnageant, par exemple à l'aide d'une pompe, et centrifuger le reste à environ 2 000 tr/mn pendant environ 5 min ou filtrer pour récupérer le précipité.
- g) Laver le précipité à l'aide d'acide nitrique (voir 6.1.3) dans le tube de centrifugation, agiter et centrifuger à nouveau.
Répéter deux fois les étapes f) et g).
- h) Éliminer le surnageant.
- i) Rincer le précipité à l'eau (par exemple, en agitant et en centrifugeant à chaque opération).
- j) Sécher le précipité dans une étuve à environ 105 °C pendant au moins 24 h.
- k) Peser le récipient étanche aux gaz.
- l) Placer le précipité dans un récipient étanche aux gaz afin d'éviter toute perte de radon (voir l'ISO 18589-3).
- m) Peser le récipient.

8.3 Mode opératoire de comptage

L'activité volumique du ²²⁶Ra est évaluée par spectrométrie gamma en utilisant la détection des émissions de ²¹⁴Pb et/ou de ²¹⁴Bi, après une période d'environ 4 semaines durant laquelle le ²²²Rn atteint un équilibre séculaire avec le ²²⁶Ra (voir l'ISO 18589-3).

L'étalonnage doit être effectué en utilisant la même géométrie que celle utilisée pour le comptage du précipité.