
**Qualité de l'eau — Radium 226 et
radium 228 — Méthode d'essai par
comptage des scintillations en milieu
liquide**

*Water quality — Radium 226 and Radium 228 — Test method using
liquid scintillation counting*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22908:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-e8abb3313586/iso-22908-2020)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-
e8abb3313586/iso-22908-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-e8abb3313586/iso-22908-2020)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22908:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-e8abb3313586/iso-22908-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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, symboles et unités	1
3.1 Termes et définitions.....	1
3.2 Symboles, définitions et unités.....	2
4 Principe	3
5 Réactifs et équipement	3
5.1 Réactifs.....	3
5.2 Matériel.....	4
6 Échantillonnage	5
7 Réglage et étalonnage de l'instrument	6
7.1 Optimisation des conditions de comptage.....	6
7.1.1 Préparation des sources.....	6
7.1.2 Processus d'optimisation.....	6
7.2 Efficacités de comptage du ²²⁶ Ra et du ²²⁸ Ra.....	7
7.2.1 Préparation des sources étalons ²²⁶ Ra et ²²⁸ Ra.....	7
7.2.2 Détermination des efficacités de comptage.....	7
7.3 Mesurage de l'échantillon assimilé à un blanc.....	7
8 Mode opératoire	7
8.1 Généralités.....	7
8.2 Séparation du radium par précipitation.....	8
8.3 Purification du radium.....	8
8.4 Préparation de l'échantillon soumis à l'essai.....	9
8.5 Mesurage.....	9
8.6 Rendement chimique.....	9
8.6.1 Généralités.....	9
8.6.2 Préparation d'un échantillon de contrôle qualité dont les activités en ²²⁶ Ra et en ²²⁸ Ra sont connues.....	10
8.6.3 Détermination des efficacités globales de comptage.....	10
8.6.4 Détermination du rendement chimique.....	10
9 Contrôle qualité	10
10 Expression des résultats	11
10.1 Calcul des activités massiques du ²²⁶ Ra et du ²²⁸ Ra à la date de l'échantillonnage.....	11
10.2 Incertitude-type.....	11
10.3 Seuil de décision.....	12
10.4 Limite de détection.....	12
10.5 Limites de l'intervalle de confiance.....	13
11 Contrôle de l'interférence	13
12 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Organigramme de mode opératoire d'essai	15
Annexe B (informative) Chaînes de désintégration concernant les isotopes du radium	17
Annexe C (informative) Paramètres et mode opératoire de réglage	18
Annexe D (informative) Données de validation	24
Bibliographie	31

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

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

- les radionucléides naturels, y compris ^{40}K , ^3H , ^{14}C , et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, en particulier ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{234}U , ^{238}U et ^{210}Pb , 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 et traitement de sables minéraux ou production et utilisation d'engrais phosphatés);
- les radionucléides artificiels, tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr et les radionucléides émetteurs gamma peuvent aussi se trouver dans les eaux naturelles. De petites quantités de ces radionucléides sont déversées dans l'environnement par les installations à cycle de combustible nucléaire en conséquence de leur rejet périodique autorisé. Certains de ces radionucléides utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles sont également rejetés dans l'environnement suite à leur utilisation. Les radionucléides anthropiques peuvent également se trouver dans les eaux du fait de contaminations par retombées d'éléments radioactifs rejetés dans l'atmosphère lors de l'explosion de dispositifs nucléaires ou lors d'accidents nucléaires, tels que ceux de Tchernobyl et de Fukushima.

L'activité volumique des radionucléides dans les masses d'eau est variable en fonction des caractéristiques géologiques et des conditions climatiques locales, et peut être renforcée localement et dans le temps par les rejets d'installations nucléaires dans des situations d'exposition planifiée, d'exposition d'urgence et d'exposition existante^[1]. L'eau potable peut alors contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique représentant potentiellement un risque sanitaire pour l'Homme.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont habituellement contrôlés avant d'être déversés dans l'environnement^[2] et les masses d'eau. La radioactivité des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS)^[3] de manière que les actions appropriées puissent être conduites pour garantir l'absence d'effets indésirables sur la santé du public. Conformément à ces recommandations internationales, les législations nationales spécifient généralement des limites de concentration en radionucléides autorisées pour les effluents liquides déversés dans l'environnement ainsi que des limites indicatives concernant les teneurs en radionucléides dans les masses d'eau et les eaux potables dans les situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence. La conformité à ces limites peut être évaluée à partir des résultats de mesure et des incertitudes qui y sont associées, comme spécifié par le Guide 98-3 de l'ISO/IEC et l'ISO 5667-20^[4].

Selon la situation d'exposition, différentes limites et différents niveaux indicatifs entraîneront une action pour réduire le risque sanitaire. À titre d'exemple, durant une situation planifiée ou existante, les lignes directrices de l'OMS concernant la limite indicative dans l'eau potable sont de 1 Bq/l et 0,1 Bq/l, pour les activités volumiques du ^{226}Ra et du ^{228}Ra , respectivement.

NOTE 1 La limite indicative correspond à l'activité volumique pour une consommation de 2 l/j d'eau potable pendant un an, aboutissant à une dose efficace de 0,1 mSv/a pour les personnes du public. Cette dose efficace présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables pour la santé détectables^[3].

En situation d'urgence nucléaire, les limites directives du Codex de l'OMS^[5] indiquent que les activités volumiques sont susceptibles d'être supérieures.

NOTE 2 Les limites indicatives du Codex s'appliquent aux radionucléides contenus dans les aliments destinés à la consommation humaine et commercialisés internationalement, qui ont été contaminés suite à une urgence radiologique ou nucléaire. Ces limites indicatives s'appliquent aux aliments après reconstitution ou tels que préparés pour la consommation, c'est-à-dire des aliments non séchés ou concentrés, et sont fondées sur un niveau d'exemption d'intervention de 1 mSv en un an pour le public (nourrissons et adultes)^[5].

Ainsi il est possible d'adapter la méthode d'essai de façon que les limites caractéristiques, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes garantissent qu'il soit possible de vérifier que les résultats d'essai relatifs à l'activité volumique des radionucléides sont inférieurs aux limites indicatives requises par une autorité nationale soit pour des situations existantes/planifiées, soit pour une situation d'urgence^{[6][7]}.

En général, il est possible d'ajuster les méthodes d'essai pour mesurer l'activité volumique du ou des radionucléides, soit dans les eaux usées avant stockage, soit dans les effluents liquides avant qu'ils ne soient déversés dans l'environnement. Les résultats d'essai permettront à l'opérateur de l'usine/de l'installation de vérifier que les concentrations d'activité radioactive des eaux usées/des effluents liquides ne dépassent pas les limites autorisées, avant que ceux-ci ne soient rejetés.

La ou les méthodes d'essai décrites dans le présent document peuvent être utilisées dans des situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence ainsi que pour les eaux usées et les effluents liquides, avec des modifications spécifiques qui pourraient augmenter l'incertitude globale, la limite et le seuil de détection.

La ou les méthodes d'essai peuvent être utilisées pour des échantillons d'eau après un échantillonnage, une manipulation et une préparation de l'échantillon pour essai adaptés (voir la partie pertinente de la série ISO 5667).

Le présent document a été élaboré pour répondre aux besoins des laboratoires d'essai effectuant ces mesurages, qui sont parfois imposés par les autorités nationales, car ils peuvent devoir obtenir une accréditation spécifique pour le mesurage des radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

Le présent document fait partie d'un ensemble de Normes internationales relatives aux méthodes d'essai qui traitent du mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans des échantillons d'eau.

ISO 22908:2020
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-e8abb3313586/iso-22908-2020>

Qualité de l'eau — Radium 226 et radium 228 — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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 ce document d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément au présent document soient exécutés par du personnel titulaire d'une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document explicite la détermination des activités volumiques du radium-226 (^{226}Ra) et du radium-228 (^{228}Ra) dans des échantillons d'eau potable par séparation chimique du radium et son mesurage par comptage des scintillations en milieu liquide.

Les activités massiques du ^{226}Ra et du ^{228}Ra , qui peuvent être mesurées par cette méthode d'essai à l'aide de compteurs à scintillations en milieu liquide actuellement disponibles, sont comprises entre 0,01 Bq/kg pour le ^{226}Ra et 0,06 Bq/kg pour le ^{228}Ra , pour une masse d'échantillon de 0,5 kg et un temps de comptage de 1 h dans un compteur à scintillations en milieu liquide faible bruit de fond^[8].

La méthode d'essai peut être utilisée pour la détection rapide de la pollution de l'eau potable par le radium en situation d'urgence.

[ISO 22908:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-e8abb3313586/iso-22908-2020)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-e8abb3313586/iso-22908-2020)

[e8abb3313586/iso-22908-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-e8abb3313586/iso-22908-2020)

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 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/IEC 17025:2017, *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/IEC 98-3, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*.

3 Termes, définitions, symboles et unités

3.1 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>.

3.2 Symboles, définitions et unités

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

Symbole	Unité	Définition
A_x	Bq/kg	Activité massique certifiée de l'analyte dans la solution étalon certifiée à la date de référence
A_x^t	Bq/kg	Activité massique de l'analyte dans l'échantillon de contrôle qualité à la date de référence
a_x	Bq/kg	Activité massique de l'analyte dans l'échantillon soumis à l'essai à la date de l'échantillonnage
a^*	Bq/kg	Seuil de décision de l'analyte
$a^\#$	Bq/kg	Limite de détection de l'analyte
$a^<, a^>$	Bq/kg	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance
c_a	Bq/l	Activité volumique de l'analyte dans l'échantillon soumis à l'essai à la date de l'échantillonnage
C_x	Bq/kg	Activité massique cible de l'analyte dans l'échantillon de contrôle qualité préparé pour la validation du mode opératoire
m_{s-x}	kg	Masse de la solution étalon certifiée prise pour l'analyse de l'analyte
m_{t-x}	kg	Masse de l'échantillon de contrôle qualité prise pour l'analyse de l'analyte
m_s	kg	Masse de l'échantillon soumis à l'essai
n_x^s	1/s	Taux de comptage net de l'analyte dans la solution étalon certifiée
n_x^t	1/s	Taux de comptage net de l'analyte dans l'échantillon de contrôle qualité
n_x	1/s	Taux de comptage net de l'analyte dans l'échantillon soumis à l'essai
PI	%	Indice de fidélité
R_L	Bq/kg	Limite de reproductibilité
r_L	Bq/kg	Limite de répétabilité
r_{g-x}	1/s	Taux de comptage brut de l'analyte dans l'échantillon soumis à l'essai
r_{0-x}	1/s	Taux de comptage brut de l'analyte dans l'échantillon assimilé à un blanc
S_r	Bq/kg	Écart-type de répétabilité
S_R	Bq/kg	Écart-type de reproductibilité
T_{s-x}	s	Temps de comptage de l'analyte dans l'échantillon soumis à l'essai
t_{0-x}	s	Temps de comptage de l'analyte dans le blanc
t_{s-x}	s	Intervalle de temps entre la date de mesurage et la date de référence de l'analyte dans la solution étalon certifiée
t_{t-x}	s	Intervalle de temps entre la date de mesurage et la date de référence de l'analyte dans l'échantillon de contrôle qualité
t_x	s	Intervalle de temps entre la date de mesurage et la date de l'échantillonnage de l'analyte dans l'échantillon soumis à l'essai
$u(a)$	Bq/kg	Incertitude-type associée au résultat de mesurage
$u(x)$	Bq/kg	Incertitude de quantité x
U	Bq/kg	Incertitude élargie, calculée à l'aide de $U = ku(a)$, avec $k = 1, 2, \dots$

Symbole	Unité	Définition
w	1/kg	Facteur égal à $1/\varepsilon_x m_s$
ε_x	—	Efficacité de comptage de l'analyte
ε_x^c	—	Efficacité globale de l'analyte dans l'échantillon de contrôle qualité
λ_x	1/s	Constante de désintégration de l'analyte
\overline{X}_x	Bq/kg	Moyenne de toutes les valeurs mesurées de l'analyte dans l'échantillon de contrôle qualité pour la validation du mode opératoire
δ	%	Biais relatif de la méthode
ρ	kg/l	Masse volumique

4 Principe

La co-précipitation du baryum est utilisée comme méthode de séparation pour le radium en raison de la grande similitude des propriétés chimiques du baryum et du radium. L'exploitation de la capacité du baryum à réagir avec un excès d'ions sulfate pour produire un précipité permet l'analyse quantitative des activités volumiques dans l'environnement du radium dans l'eau. L'inclusion d'un entraîneur de rétention de plomb permet le piégeage du ^{210}Pb de la solution, qui augmente la précision du mesurage du ^{228}Ra , car le ^{210}Pb peut produire une interférence spectrale. Le piégeage du ^{210}Pb est obtenu par diminution du pH de la solution afin de reprécipiter le sulfate de baryum en utilisant de l'acide acétique dans lequel le sulfate de plomb est soluble. Cela permet de maintenir le ^{210}Pb en solution et de le piéger.

La préparation de la source est obtenue par mise en suspension du précipité de sulfate de baryum dans la solution d'EDTA. Le sulfate de baryum est insoluble dans l'eau, les alcalis et les acides, mais l'EDTA augmente sa solubilité due à la complexation du baryum et à l'effet de spéciation. La molécule d'EDTA inhibe la nucléation du sulfate de baryum. Cela permet d'utiliser un cocktail de scintillation à base de naphthalène pour obtenir une meilleure résolution spectrale qu'en utilisant un cocktail gélifiant.

Le schéma du mode opératoire est donné à l'Annexe A.

Les activités massiques du ^{226}Ra et du ^{228}Ra dans l'échantillon sont calculées à partir des taux de comptage nets de l'échantillon, de la quantité d'échantillon et de l'efficacité globale qui peut être obtenue à partir de l'échantillon dopé dont les activités en ^{226}Ra et en ^{228}Ra sont connues, et qui montre la capacité de la méthode à extraire le radium (rendement chimique), ainsi que la capacité de l'instrument à le détecter (efficacité de comptage).

La méthode d'essai s'applique à l'analyse d'un échantillon soumis à l'essai d'eau potable contenant moins de 100 mg/kg de baryum. Si la concentration en baryum est supérieure à 100 mg/kg, il est recommandé de réduire le volume de l'échantillon soumis à l'essai à analyser de sorte que la teneur totale en baryum dans l'échantillon ne dépasse pas 50 mg.

NOTE L'ajustement de la masse de l'échantillon soumis à l'essai et le temps de comptage peuvent abaisser les limites de détection. À titre d'exemple, une limite de détection de 0,04 Bq/kg peut être atteinte pour le ^{228}Ra en utilisant un échantillon soumis à l'essai de 0,5 kg et un temps de comptage de 2 h; de même, une limite de détection de 0,02 Bq/kg peut être atteinte pour le ^{226}Ra en utilisant un échantillon soumis à l'essai de 1 kg et un temps de comptage de 2 h.

5 Réactifs et équipement

5.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et, à l'exception de 5.1.12, de 5.1.13 et de 5.1.14, ils ne doivent contenir aucune activité alpha et bêta détectable.

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

5.1.2 Solution d'entraîneur de rétention de plomb préparée en utilisant 2,397 g de nitrate de plomb, 0,5 ml de solution d'acide nitrique (5.1.4) et complétée à 100 ml avec de l'eau de laboratoire (5.1.1).

5.1.3 Solution d'entraîneur de baryum préparée en utilisant 2,836 g de chlorure de baryum, 0,5 ml de solution d'acide nitrique (5.1.4) et complétée à 100 ml avec de l'eau de laboratoire (5.1.1).

5.1.4 Solution d'acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,42 \text{ g/ml}$, $w(\text{HNO}_3) = 700 \text{ g/kg}$.

5.1.5 Solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 10,2 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,16 \text{ g/ml}$, $w(\text{HCl}) = 320 \text{ g/kg}$.

5.1.6 Solution d'acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 9,2 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$, $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 980 \text{ g/kg}$.

5.1.7 Solution d'ammonium, $c(\text{NH}_3) = 13,4 \text{ mol/l}$, $\rho = 0,91 \text{ g/ml}$, $w(\text{NH}_3) = 250 \text{ g/kg}$.

5.1.8 Solution d'acide acétique glacial, $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 16,8 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,05 \text{ g/ml}$, $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 960 \text{ g/kg}$.

5.1.9 Acide éthylène diamine tétraacétique (EDTA), $M(\text{EDTA}) = 292,2 \text{ g/mol}$.

NOTE Pour les besoins du présent document, une solution d'EDTA chauffée dans la plage de température de (60 à 80) °C est considérée comme une solution d'EDTA chaude.

5.1.10 Sulfate d'ammonium de qualité analytique, $M((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 132,1 \text{ g/mol}$.

5.1.11 Cocktail de scintillation, cocktail de scintillation disponible dans le commerce pour discrimination alpha et bêta (par exemple cocktails à base de diisopropylnaphtalène).

5.1.12 Solutions étalons de ^{226}Ra et de ^{228}Ra

Les solutions étalons de ^{226}Ra et de ^{228}Ra doivent être accompagnées de certificats d'étalonnage sur lesquels figurent au minimum l'activité volumique, l'incertitude de mesure et une déclaration de conformité à une spécification métrologique identifiée.

5.1.13 Solution étalon d'émetteur alpha (^{241}Am , ^{210}Po ou ^{242}Pu)

La solution étalon d'émetteur alpha doit être accompagnée d'un certificat d'étalonnage sur lequel figurent au minimum l'activité volumique, l'incertitude de mesure et une déclaration de conformité à une spécification métrologique identifiée.

5.1.14 Solution étalon d'émetteur bêta ($^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ ou ^{36}Cl)

La solution étalon d'émetteur bêta doit être accompagnée d'un certificat d'étalonnage sur lequel figurent au minimum l'activité volumique, l'incertitude de mesure et une déclaration de conformité à une spécification métrologique identifiée.

5.2 Matériel

5.2.1 Matériel de laboratoire courant

5.2.2 Balance analytique ayant une exactitude supérieure ou égale à 0,1 mg

5.2.3 Plaque chauffante avec agitateur magnétique et barreau agitateur

5.2.4 Centrifugeuse, tournant à une vitesse de 3 500 r/min.

5.2.5 pH-mètre ou papiers indicateurs de pH**5.2.6 Bain d'eau avec régulateur de température****5.2.7 Agitateur vortex**

5.2.8 Flacons à échantillons en polyéthylène haute densité à large ouverture, d'un volume compris entre 500 ml et 1 l.

5.2.9 Bécher en verre, d'un volume de 600 ml.

5.2.10 Tubes de centrifugation, d'un volume de 50 ml, en PEHD ou en PP.

5.2.11 Pipettes de précision, d'un volume de 50 µl, 5 ml et 10 ml.

5.2.12 Technique d'analyse élémentaire pour le dosage du calcium et du baryum.

5.2.13 Compteur à scintillations en milieu liquide, avec possibilité de discrimination alpha et bêta, doté d'une chambre de comptage thermostatée et de préférence un compteur à bruit de fond ultra-faible du commerce afin d'atteindre de meilleures limites de détection.

5.2.14 Flacons de scintillation en polyéthylène, revêtu de PTFE, de 20 ml.

Les flacons en polyéthylène garnis de PTFE sont recommandés, car ils empêchent la diffusion du cocktail dans la paroi du flacon. Les flacons en verre présentent un bruit de fond nettement supérieur et dégradent généralement la discrimination alpha et bêta réalisable.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-e8abb3313586/iso-22908-2020>

5.2.15 Pipette

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/adc79a41-a39d-4cb9-ac7c-e8abb3313586/iso-22908-2020>

6 Échantillonnage

Il incombe au 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 dans un flacon en plastique (5.2.8) conformément à l'ISO 5667-3. Si nécessaire, filtrer l'échantillon immédiatement après son prélèvement et avant son acidification.

L'acidification de l'échantillon d'eau limite la perte de la matière radioactive de la solution minimale 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).

NOTE Le ^{226}Ra et le ^{228}Ra sont présents dans l'environnement sous forme de radionucléides de la chaîne de désintégration du ^{238}U et du ^{232}Th , comme représentés à l'Annexe B. Les activités massiques du ^{226}Ra et du ^{228}Ra peuvent varier grandement selon la géologie et le climat local^[9]. L'activité massique du ^{226}Ra se situe entre quelques mBq/l dans les eaux de surface et plusieurs dizaines de Bq/l dans certaines eaux souterraines naturelles^[10]. L'activité massique du ^{228}Ra se situe entre quelques mBq/l dans les eaux de surface et plusieurs Bq/l dans certaines eaux souterraines naturelles^[10].

7 Réglage et étalonnage de l'instrument

7.1 Optimisation des conditions de comptage

7.1.1 Préparation des sources

Ajouter 2 ml de la solution d'entraîneur de baryum (5.1.3) à deux tubes de centrifugation en PEHD ou en PP d'un volume de 50 ml (5.2.10) à l'aide d'une pipette de précision (5.2.11).

Ajouter 3 ml de solution de sulfate d'ammonium à 100 g/kg (5.1.10) et 1 ml de solution d'ammonium (5.1.7) à chaque solution à l'aide de pipettes de précision (5.2.11) pour obtenir les précipités de sulfate de baryum. Séparer les précipités par centrifugation pendant 5 minutes à 3 500 r/min (5.2.4).

Dissoudre le précipité dans 4 ml de solution d'EDTA à 0,25 mol/l (5.1.9) chaude à l'aide d'une pipette de précision (5.2.11) et agiter soigneusement les solutions pour dissoudre et mettre en suspension les précipités dans la solution. Cela peut exiger l'utilisation d'un agitateur vortex (5.2.7).

Transférer quantitativement les solutions incluant le précipité de sulfate de baryum partiellement dissous dans deux flacons plastiques de scintillation liquide de 20 ml (5.2.14) à l'aide de pipettes.

Rincer les tubes de centrifugation en PEHD ou en PP avec à nouveau 1 ml de solution d'EDTA à 0,25 mol/l (5.1.9) chaude pour s'assurer qu'il ne reste pas d'analyte dans les tubes.

Ajouter 14 ml de cocktail de scintillation liquide (5.1.11) à chaque flacon plastique de scintillation liquide (5.2.14) et bien agiter à l'agitateur vortex ou à la main jusqu'à ce que chaque solution apparaisse homogène. Il convient que l'ajout du cocktail soit réalisé en une seule fois ou en grandes parties pour éviter toute réaction avec les solutions sources qui pourraient causer un mélange trouble et non homogène.

Ajouter (10 à 100) Bq d'émetteur alpha (5.1.13) dans le premier flacon et (10 à 100) Bq d'émetteur bêta (5.1.14) dans le deuxième flacon en utilisant 50 µl de volume de solution à l'aide d'une pipette de précision (5.2.11).

Sceller et agiter les sources CSL jusqu'à ce que les suspensions semblent homogènes.

Nettoyer les flacons au moyen d'une lingette imbibée d'alcool pour éliminer toute interférence statique.

7.1.2 Processus d'optimisation

Sélectionner la plage complète de l'instrument du canal 0 au canal 1024.

Mesurer les sources d'étalonnage en mode discrimination alpha et bêta (voir les instructions du fabricant) pendant une période appropriée, pour différents facteurs de discrimination.

Calculer le nombre d'impulsions alpha en mode de comptage bêta et le nombre d'impulsions bêta en mode de comptage alpha.

Tracer un graphique de la corrélation entre l'interférence et le facteur de discrimination.

Le facteur optimal de discrimination (point de travail) est choisi par inspection visuelle du graphique afin d'obtenir un spectre bêta dépourvu d'impulsions alpha (voir [Annexe C](#)).

NOTE La détermination d'un facteur optimal de discrimination exige deux étalons, un émetteur alpha pur et un émetteur bêta pur, ^{241}Am , ^{210}Po ou ^{242}Pu et $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ ou ^{36}Cl respectivement. Ces radionucléides sont utilisés plutôt que le ^{226}Ra et le ^{228}Ra , car ces derniers sont accompagnés d'une recroissance de la descendance, ce qui crée une incertitude dans la détermination d'un facteur de discrimination.

Sélectionner le meilleur facteur de discrimination pour appliquer la méthode d'essai.

Définir les limites inférieure et supérieure des fenêtres d'analyse en utilisant les énergies d'émission connues du ^{226}Ra et du ^{228}Ra .