

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
13163

ISO/TC 147/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2021-03-25

Vote clos le:
2021-05-20

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/FDIS 13163](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/983f87c7-964a-4cad-a73b-072aaa84799d/iso-fdis-13163)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/983f87c7-964a-4cad-a73b-072aaa84799d/iso-fdis-13163>

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

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



Numéro de référence
ISO/FDIS 13163:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 13163](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/983f87c7-964a-4cad-a73b-072aaa84799d/iso-fdis-13163)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/983f87c7-964a-4cad-a73b-072aaa84799d/iso-fdis-13163>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
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 et symboles	2
3.1 Termes et définitions.....	2
3.2 Symbole et abréviations.....	2
4 Principe	3
5 Échantillonnage et conservation	5
6 Mode opératoire	6
6.1 Préparation d'échantillons pour le mesurage.....	6
6.2 Mesurage de l'échantillon.....	6
7 Programme d'assurance qualité et de contrôle qualité	6
7.1 Généralités.....	6
7.2 Variables qui peuvent influencer le mesurage.....	6
7.3 Contrôle qualité des instruments.....	7
7.4 Interférents de réactifs.....	7
7.5 Contrôle des interférences.....	7
7.6 Vérification de la méthode.....	7
7.7 Démonstration de l'aptitude de l'analyste.....	7
7.8 Étalonnage.....	8
8 Expression des résultats	9
8.1 Généralités.....	9
8.2 Récupération des échantillons, activité et incertitude.....	9
8.3 Seuil de décision.....	11
8.4 Limite de détection.....	11
8.5 Limites de l'intervalle élargi.....	11
8.5.1 Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique.....	11
8.5.2 Intervalle élargi le plus court.....	12
9 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Séparation et purification du ²¹⁰Pb	14
Annexe B (informative) Exemples de spectres	19
Bibliographie	21

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*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13163:2013), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- ajout de l'introduction générale;
- déplacement des processus de séparation dans une annexe.

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 , ^{210}Po 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 transurinium (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][2]}. L'eau potable peut donc contenir des radionucléides à des activités volumiques susceptibles de présenter un risque sanitaire pour l'Homme.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont habituellement contrôlés avant d'être déversés dans l'environnement^[3] et les masses d'eau. La radioactivité des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS)^[4] de manière à ce 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 des mesurages et des incertitudes qui y sont associées, comme spécifié par le Guide 98-3 de l'ISO/IEC et l'ISO 5667-20^[5].

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^[4] concernant la limite indicative dans l'eau potable sont de $0,1 \text{ Bq l}^{-1}$ pour l'activité volumique du ^{210}Pb .

NOTE 1 La limite indicative correspond à l'activité volumique pour une consommation de 2 l j^{-1} d'eau potable pendant un an, aboutissant à une dose effective de $0,1 \text{ mSv a}^{-1}$ 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^[4].

En situation d'urgence nucléaire, les limites directives du Codex de l'OMS^[6] indiquent que l'activité volumique ne pourrait pas être supérieure à $0,1 \text{ Bq l}^{-1}$ pour le ^{210}Pb .

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)^[6].

ISO/FDIS 13163:2021(F)

Ainsi, il est possible d'adapter la méthode d'essai de façon à ce 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^{[2][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'exploitant 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 la prise d'essai adaptés (voir la partie pertinente de la série ISO 5667).

Le présent document a été élaboré pour répondre au besoin des laboratoires d'essai réalisant ces mesurages, parfois requis par les autorités nationales, car les laboratoires pourraient être dans l'obligation d'obtenir une accréditation spécifique pour la réalisation de mesurages de radionucléides dans des échantillons d'eau potable.

ISO/FDIS 13163
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/983f87c7-964a-4cad-a73b-072aaa84799d/iso-fdis-13163>

Qualité de l'eau — Plomb 210 — 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.

IMPORTANT — Il est 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 spécifie une méthode de mesurage du ^{210}Pb dans tous les types d'eau par comptage des scintillations en milieu liquide (CSL).

Cette méthode est applicable aux prises d'essai provenant d'eau potable/eau de boisson, d'eau de pluie, d'eau de surface, d'eau souterraine, ainsi que d'eau de refroidissement, d'eaux industrielles, domestiques, d'eaux usées industrielles en respectant un échantillonnage, une manipulation et une préparation des prises d'essai adaptés. Il est nécessaire de filtrer la prise d'essai. L'activité volumique du plomb 210 dans l'environnement peut fluctuer et est habituellement comprise entre 2 mBq l^{-1} et 300 mBq l^{-1} [29][30].

Avec les compteurs à scintillations en milieu liquide actuellement disponibles, la limite de détection de cette méthode pour le ^{210}Pb est généralement de l'ordre de 20 mBq l^{-1} à 50 mBq l^{-1} , ce qui est inférieur aux critères de sécurité de l'OMS pour la consommation d'eau potable (100 mBq l^{-1}) [4][6]. 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 activités volumiques supérieures peuvent être mesurées soit en diluant l'échantillon, soit en utilisant des aliquotes plus petites, soit les deux. La méthode indiquée dans le présent document n'est pas destinée à être utilisée pour déterminer la quantité de ^{210}Pb sous forme d'ultra-traces.

Le domaine d'application dépend de la quantité de matière dissoute dans l'eau et des caractéristiques de performance de l'équipement de mesure (taux de comptage de bruit de fond et rendement de comptage).

La méthode décrite dans le présent document est applicable en situation d'urgence.

Elle ne couvre pas l'analyse du Pb adsorbé dans des matières en suspension.

Il incombe à l'utilisateur de s'assurer de la validité de cette méthode d'essai par rapport aux échantillons d'eau soumis à essai.

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).

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

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

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO/FDIS 13163:2021(F)

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Recommandations relatives à 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 5667-10, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 10: Lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux résiduaires*

ISO 11929 (toutes les parties), *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle élargi) 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 19361, *Mesurage de la radioactivité — Détermination de l'activité des radionucléides émetteurs bêta — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide*

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

3 Termes, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 80000-10, la série ISO 11929, le Guide ISO/IEC 98-3 et le Guide ISO/IEC 99 s'appliquent.

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 <https://www.iso.org/obp>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>.

3.2 Symbole et abréviations

Symbole	Définition	Unité
c_A	Activité volumique dans l'échantillon	Bq l ⁻¹
c_{A0}	Activité volumique de l'étalon	Bq l ⁻¹
c_A^*	Seuil de décision	Bq l ⁻¹
$c_A^\#$	Limite de détection	Bq l ⁻¹
$c_A^<, c_A^>$	Limites basse et haute de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	Bq l ⁻¹
$c_A^{<}, c_A^{>}$	Limites basse et haute de l'intervalle élargi le plus court	Bq l ⁻¹
C_{coeff}	Coefficient de la re-croissance du ²¹⁰ Bi dans l'échantillon entre l'éluion du bismuth et le temps de comptage	n.a.
DPM	Désintégrations par minute	n.a.
β_{max}	Énergie maximale des particules bêta	keV
R_c	Rendement chimique	n.a.
r_b	Taux de comptage des blancs de réactifs	s ⁻¹ ou coups s ⁻¹
r_g	Taux de comptage de l'échantillon	s ⁻¹
r_s	Taux de comptage de l'étalon	s ⁻¹
r_0	Taux de comptage du bruit de fond	s ⁻¹
n.a.: non applicable.		

Symbole	Définition	Unité
S	Solution éluée contenant le plomb	n.a.
SQPE	Paramètres d'affaiblissement spectral pour l'étalon externe	n.a.
TDCR	Rapport de comptage triple à double	n.a.
t_g	Temps de comptage de la prise d'essai	s
t_s	Temps de comptage de l'étalon	s
t_0	Temps de comptage du bruit de fond	s
tSIE	Indice spectral transformé de l'étalon externe	n.a.
U	Incertitude élargie, calculée par $U = ku(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$	Bq l ⁻¹
$u(c_A)$	Incertitude-type associée au résultat de mesurage	Bq l ⁻¹
V	Volume de la phase éluée S contenant le plomb	l
V_e	Volume total de la prise d'essai et de l'entraîneur	l
V_s	Volume de la prise d'essai de l'étalon	l
$V_{\text{échantillon}}$	Volume de l'échantillon	l
V_1	Volume aliquote prélevé sur S pour le comptage du ²¹⁰ Pb	l
V_2	Volume aliquote prélevé sur S pour la détermination du rendement chimique du plomb	l
ε	Terme général pour le rendement de détection	s ⁻¹ Bq ⁻¹
C_{Pb}	Concentration en plomb de la solution éluée S	mg l ⁻¹
$C_{\text{Pb,e}}$	Concentration en plomb mesurée dans l'échantillon après l'ajout de l'entraîneur	mg l ⁻¹
n.a.: non applicable.		

4 Principe

ISO/FDIS 13163

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/983f87c7-964a-4cad-a73b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/983f87c7-964a-4cad-a73b-072aaa84799d/iso-fdis-13163)

[072aaa84799d/iso-fdis-13163](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/983f87c7-964a-4cad-a73b-072aaa84799d/iso-fdis-13163)

Le plomb 210 est un radionucléide émetteur bêta d'origine naturelle ayant une énergie bêta maximale de 63,5(5) keV et une période radioactive de 22,23(12) ans^{[8][9]}. Il apparaît dans la chaîne de désintégration du ²³⁸U (4n+2) comme un produit de désintégration de longue période du ²²²Rn (voir [Figure 1](#)).

Le présent document décrit le mesurage du ²¹⁰Pb après séparation de ses descendants, le ²¹⁰Bi et le ²¹⁰Po et son activité est mesurée par comptage des scintillations en milieu liquide, soit directement après sa séparation, soit indirectement après re-croissance de son descendant le ²¹⁰Bi^{[10][28]} à ^[36].

Le plomb 210 est purifié chimiquement d'interférents potentiels, qui incluent tous les isotopes qui pourraient entraîner l'émission de lumière par le liquide scintillant dans la zone d'intérêt (ROI) du ²¹⁰Pb. Différentes méthodes de purification du ²¹⁰Pb sont présentées à l'[Annexe A](#).

Une fois les interférents potentiels éliminés, le rendement chimique du plomb (R_c) est déterminé. L'échantillon purifié est mélangé au cocktail de scintillation dans un flacon de comptage pour obtenir un milieu homogène. Le comptage du flacon est réalisé par comptage des scintillations en milieu liquide (CSL).

En raison de leur comportement de séparation identique lors du processus d'extraction chromatographique et de leur période, ²¹⁴Pb, ²¹¹Pb et ²¹²Pb sont des interférents potentiels ([Tableau 1](#)).

Pour éviter les interférences éventuelles des isotopes à courte période tels que ²¹¹Pb et ²¹⁴Pb et de leurs descendants pendant le comptage des scintillations en milieu 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 significativement.

Les énergies bêta du ²¹¹Pb, du ²¹²Pb et du ²¹⁴Pb et de leurs descendants sont supérieures à l'énergie maximale du ²¹⁰Pb. Le temps d'attente avant comptage de 3 h peut être raccourci en paramétrant des fenêtres de comptage adaptées différentes de celles utilisées pour le ²¹⁰Pb afin d'éliminer ces

interférences. Avec cette approche, il est possible de lancer le comptage sans respecter le délai de 3 h permettant de négliger la re-croissance du ²¹⁰Bi lors du comptage.

Il est nécessaire de connaître la teneur en plomb stable de l'échantillon afin d'ajuster la quantité d'entraîneur de plomb à ajouter pour éviter la saturation de la résine, et de calculer le rendement chimique du ²¹⁰Pb. Il convient que la teneur totale en plomb stable des échantillons ne dépasse pas 10 mg de Pb par gramme de la résine d'extraction chromatographique 18C6 qui sera utilisée pour la séparation du plomb.

Pour les échantillons à forte teneur de plomb stable et/ou à forte activité volumique, une dilution de l'échantillon est nécessaire pour éviter la saturation de la résine ou du détecteur pendant les étapes de séparation et de comptage.

La matière en suspension est retirée avant l'analyse par filtration sur une membrane filtrante de 0,45 µm. L'analyse de la fraction insoluble requiert une étape de minéralisation non couverte par le présent document.

NOTE Une étape de minéralisation appropriée est spécifiée dans l'ISO 18589-2[11].

Les mesurages de plomb stable pour la détermination du rendement chimique peuvent être réalisés conformément à des protocoles tels que:

- ICP-AES conformément à l'ISO 11885[12];
- ICP-MS conformément à l'ISO 17294-2[13]; ou
- AAS conformément à l'ISO 15586[14][15]

INTERNATIONAL STANDARD PREVIEW

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

ISO/FDIS 13163

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/983f87c7-964a-4cad-a73b-072aaa84799d/iso-fdis-13163>

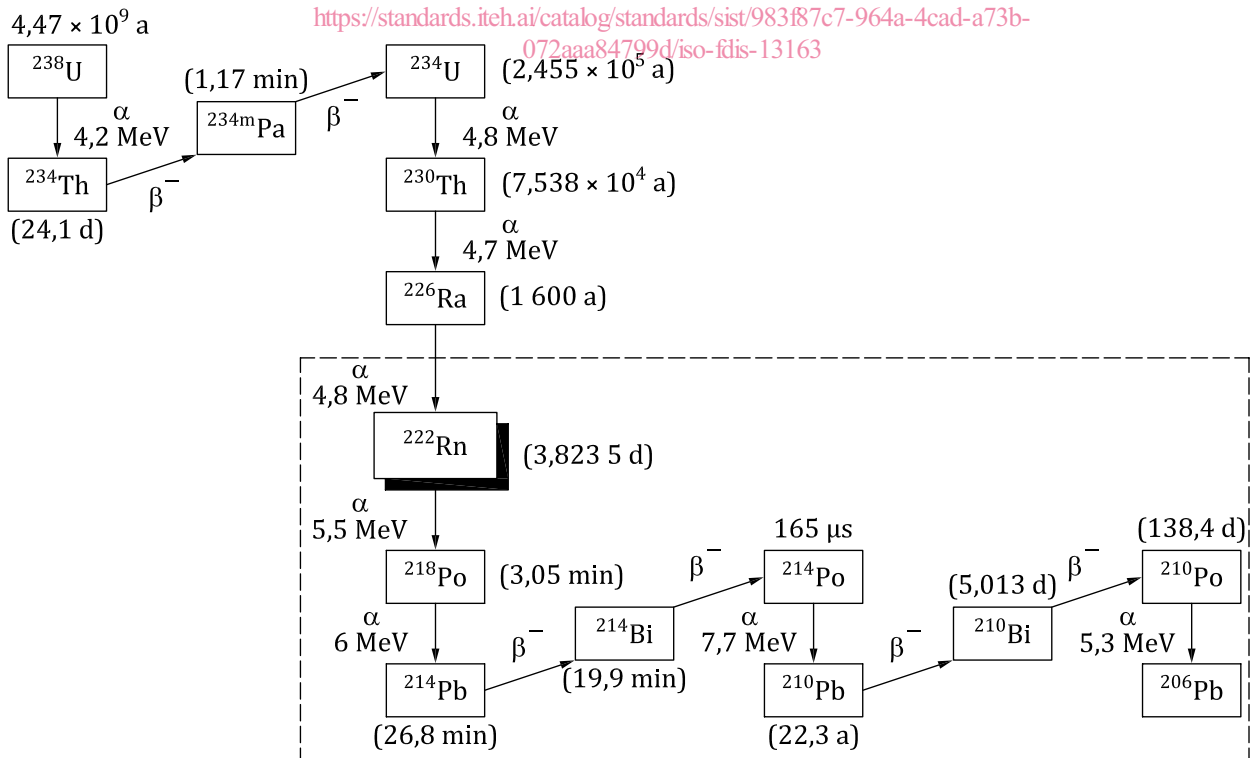


Figure 1 — Uranium 238 et ses descendants

Tableau 1 — Données de désintégration des radioisotopes du plomb et de leurs descendants^[9]

Radioisotopes du plomb	T _{1/2}	Mode de désintégration	Énergie d'émission (keV)	Probabilité d'émission (%)	Descendant
²¹⁰ Pb	22,23(12) ans	β-	63,5(5)	19,8(13) %	²¹⁰ Bi
		β-	17,0(5)	80,2(13) %	²¹⁰ Bi
		α	3792(20)	0,0000019(4) %	²⁰⁶ Hg
²¹⁰ Bi	5,012(5) j	β-	1161,2(8)	99,99986(2) %	²¹⁰ Po
		α	4778(4)	0,000056(6) %	²⁰⁶ Tl
		α	4740(4)	0,000084(9) %	²⁰⁶ Tl
²¹⁰ Po	138,3763(17) j	α	5604,40(9) 5407,45(7)	0,00124(4) % 99,99876(4) %	²⁰⁶ Pb (stable)
²⁰⁶ Tl	4,202(11) min	β-	1532,4(6)	99,885(14) %	²⁰⁶ Pb (stable)
²¹¹ Pb	36,1(2) min	β-	1367(6)	91,28(12) %	²¹¹ Bi
			962(6)	1,57(9) %	
			535(6)	6,32(9) %	
			257(6)	1,06(4) %	
²¹¹ Bi	2,15(2) min	α	6750,4(6)	83,56(23) %	²⁰⁷ Tl (stable)
		α	6399,8(9)	16,16(23) %	²⁰⁷ Tl (stable)
		β-	574(5)	0,276(4) %	²¹¹ Po
²¹¹ Po	0,516(3) s	α	7594,48(51)	100 %	²⁰⁷ Pb (stable)
²¹² Pb	10,64(1) h	β-	569,9(19)	13,3(11) %	²¹² Bi
			338,3(19)	81,7(11) %	
			154,6(19)	4,99(21) %	
²¹² Bi	60,54(6) min	β-	2252 1(17)	64,07(7) %	²⁰⁸ Tl (stable)
		α	6207 26(3)	35,93(7) %	²¹² Po
²¹² Po	300(2) ns	α	8954 12(11)	100 %	²⁰⁸ Pb (stable)
²¹⁴ Pb	26,916(44) min	β-	1019 (11)	9,2(7) %	²¹⁴ Bi
			729(11)	41,09(39) %	
			667(11)	46,52(37) %	
			485(11)	1,047(17) %	
			180(11)	2,762(22) %	
²¹⁴ Bi	19,8(1) min	β-	3270(11)	99,979(13) %	²¹⁴ Po
		α	5621(3)	0,0210(13) %	²¹⁰ Tl
²¹⁴ Po	162,3(12) μs	α	7833,46(6)	99,9895(7) %	²¹⁰ Pb

5 Échantillonnage et conservation

L'échantillonnage, la manipulation et la conservation de l'eau doivent être conformes à l'ISO 5667-1, à l'ISO 5667-3 et à l'ISO 5667-10. Des recommandations relatives aux différents types d'eau sont données dans les Références [16] à [23]. Il est important que l'échantillon transmis au laboratoire soit représentatif du matériau soumis à essai et n'ait pas été altéré ou modifié au cours de son transport ou de sa conservation.

L'échantillon est filtré pour retirer toutes les matières en suspension à l'aide d'une membrane filtrante de 0,45 μm. Un filtre doté de pores de plus petite taille peut également être utilisé, mais la filtration

risque de nécessiter davantage de temps. Après filtration, l'échantillon est acidifié à l'aide d'acide nitrique (HNO_3) à $0,01 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ de HNO_3 .

Une activité volumique du ^{222}Rn présent dans un échantillon à 100 Bq 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 des échantillons destinés à être soumis à un mesurage du ^{210}Pb doit être prise en compte lorsque l'échantillon contient du radon.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation d'échantillons pour le mesurage

Filtrer et acidifier les échantillons et le blanc préparé avec de l'eau ultrapure tel que spécifié à l'[Article 5](#).

Au moins un blanc par lot est requis. Toutefois, plusieurs échantillons assimilés à des blancs peuvent être utilisés. Mesurer les blancs à intervalles réguliers permet de détecter rapidement tout problème de bruit de fond lors du mesurage des échantillons (voir le programme d'assurance qualité et de contrôle qualité à l'[Article 7](#)).

Purifier l'échantillon des interférents potentiels. Des exemples de méthodes de purification sont spécifiés à l'[Annexe A](#).

Déterminer le rendement chimique.

6.2 Mesurage de l'échantillon

Mesurer le ^{210}Pb dans les échantillons par CSL en respectant les instructions fournies par le fabricant de l'instrument, ainsi que les étapes décrites dans l'ISO 19361.

7 Programme d'assurance qualité et de contrôle qualité

7.1 Généralités

Les opérations de contrôle qualité doivent satisfaire aux exigences de l'ISO/IEC 17025. Les méthodes de mesure doivent être réalisées par du personnel ayant une qualification appropriée, dans le cadre d'un programme d'assurance qualité.

7.2 Variables qui peuvent influencer le mesurage

Des précautions particulières doivent être prises pour limiter autant que possible l'influence des paramètres pouvant affecter le mesurage et conduire à des résultats non représentatifs. Si des précautions suffisantes ne sont pas prises, il peut être nécessaire d'appliquer des facteurs de correction au résultat de mesure. Les variables affectant chaque méthode de mesure sont traitées dans l'ISO 13164-2^[24] et l'ISO 13164-3^[25].

L'échantillonnage, le transport et la conservation, les réactifs, le transfert, le mesurage du plomb stable et le mesurage de l'activité du ^{210}Pb sont tous source d'interférence potentielle ou de variabilité.

La présence de chimiluminescence empêche le mesurage exact des échantillons. Afin de réduire la chimiluminescence, les échantillons sont laissés dans un endroit sombre pendant quelques heures avant de réaliser le comptage. Ce délai peut être le même que celui laissé pour la désintégration des descendants indiqué à l'[Article 4](#). Si un pic de chimiluminescence est observé, attendre jusqu'à ce que la chimiluminescence ait baissé et procéder à un nouveau comptage des échantillons.

Une étape de préconcentration du plomb est réalisée au moyen d'une co-précipitation au Fe(III) , qui permet d'éliminer les éléments du groupe 1 tels que K et Na. La résine d'extraction chromatographique, c'est-à-dire une résine de type éther-couronne 18C6, présente une affinité très faible pour les éléments