

~~2022-09-29~~

ISO 13165-2:2022(F)

ISO/TC 147/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Qualité de l'eau — Radium-226 — Partie 2: Méthode d'essai par émanométrie

Water quality — Radium-226 — Part 2: Test method using emanometry

~~ICS: 13.060.60; 17.240~~

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13165-2:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db17c595-7081-47a5-9f25-ceb43200495b/iso-13165-2-2022>

Type du document : Norme internationale
Sous-type du document :
Stade du document : (60) Publication
Langue du document : F

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

Deuxième édition

2022-09

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13165-2:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db17c595-7081-47a5-9f25-ceb43200495b/iso-13165-2-2022>

Type du document : Norme internationale
Sous-type du document :
Stade du document : (60) Publication
Langue du document : F

© ISO 2022

~~Droits de reproduction~~Tous droits réservés. Sauf ~~indication contraire~~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, ~~l'affichage ou la diffusion sur l'internet~~l'internet ou ~~sur~~ un intranet, sans autorisation écrite préalable. ~~Les demandes d'autorisation peuvent~~Une autorisation peut être adressée~~demandée~~ à ~~l'ISO~~l'ISO à ~~l'adresse~~l'adresse ci-après ou au comité membre de ~~l'ISO~~l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO Copyright Office

~~Ch. de Blandonnet 8 • CP~~Case postale 401 • CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland~~Genève~~

~~Tel.~~Tél. : + 41 22 749 01 11

E-mail : copyright@iso.org~~Fax + 41 22 749 09 47~~

copyright@iso.org

Web : www.iso.org

Publié en Suisse.

Publié en Suisse

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13165-2:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db17c595-7081-47a5-9f25-ceb43200495b/iso-13165-2-2022>

Sommaire	Page
Avant-propos	5
Introduction	6
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et symboles	1
3.1 Termes et définitions	1
3.2 Symboles	2
4 Principe	3
5 Réactifs et équipements	4
5.1 Réactifs	4
5.2 Équipements	4
6 Échantillonnage et conservation	5
6.1 Échantillonnage	5
6.2 Conservation des échantillons	5
7 Modes opératoires	5
7.1 Préparation de l'échantillon	5
7.2 Conditions de mesurage	6
7.3 Mode opératoire de comptage	6
8 Programme d'assurance qualité et de contrôle de la qualité	7
8.1 Généralités	7
8.2 Paramètres d'influence	7
8.3 Vérification des instruments et étalonnage	7
8.4 Vérification de la méthode	8
8.5 Démonstration de l'aptitude de l'analyste	8
9 Expression des résultats	8
9.1 Activité volumique du ²²⁶Ra soluble dans l'eau	8
9.2 Incertitude-type de l'activité volumique	9
9.2.1 Généralités	9
9.2.2 Seuil de décision	9
9.2.3 Limite de détection	9
9.3 Limites des intervalles élargis	10
9.3.1 Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	10
9.3.2 Intervalle élargi le plus court	10
9.4 Exemple	11
10 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Chaînes de désintégration de l'²³⁸U et du ²³²Th	13
Annexe B (informative) Barboteur	15
Annexe C (informative) Ballon scintillant en verre revêtu de sulfure de zinc activé à l'argent	16
Bibliographie	17

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*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 230, *Analyse de l'eau* du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13165-2:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- une introduction commune a été ajoutée;
- l'intervalle élargi le plus court conformément à la nouvelle série ISO 11929 a été ajouté;
- le rapport d'essai a été modifié.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 13165 se trouve sur le site web de l'ISO.

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 diverses sources naturelles ou anthropiques est présente partout dans l'environnement. Par conséquent, les masses d'eau (telles que eaux de surface, eaux souterraines, eaux de mer) peuvent contenir des radionucléides d'origine naturelle ou d'origine anthropique, ou les deux.

- Les radionucléides naturels, y compris le ^{40}K , le ^3H , le ^{14}C , et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le ^{226}Ra , le ^{228}Ra , le ^{234}U , le ^{238}U et le ^{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 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 ^3H , le ^{14}C , le ^{90}Sr et des radionucléides émetteurs gamma peuvent aussi se trouver dans les eaux naturelles. De faibles quantités de ces radionucléides sont déversées dans l'environnement par les installations concernant le cycle du combustible nucléaire, à la suite de leur libération périodique autorisée. Certains de ces radionucléides utilisés pour des applications médicales et industrielles sont également libérés dans l'environnement après utilisation. Des radionucléides anthropiques sont également retrouvés dans l'eau suite aux retombées de contamination résultant de l'explosion dans l'atmosphère d'installations nucléaires et d'accidents tels que ceux survenus à Tchernobyl et à Fukushima.

L'activité volumique des radionucléides dans l'eau peut varier en fonction des caractéristiques géologiques locales et des conditions climatiques et elle peut être localement et temporellement augmentée par des rejets d'installations nucléaires lors de situations d'exposition planifiée, existante et d'urgence^[1]. L'eau potable peut alors contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique représentant potentiellement un risque sanitaire pour l'Homme.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db17c595-7081-47a5-9f25->

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont habituellement contrôlés avant d'être déversés dans l'environnement^[2] et l'eau. La radioactivité des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS)^[3] de manière à ce que des actions appropriées puissent être conduites pour garantir l'absence d'effets indésirables sur la santé du public. Conformément à ces recommandations internationales, les réglementations nationales précisent généralement les limites de concentration de radionucléides autorisées pour les effluents liquides déversés dans l'environnement et les limites recommandées de radionucléides dans les plans d'eau et l'eau potable dans les situations d'exposition planifiée, existante 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^[13] de l'ISO/IEC et l'ISO 5667-20^[4].

Selon la situation d'exposition, il existe différents limites et niveaux recommandés qui conduiraient à la mise en œuvre de mesures pour réduire le risque sanitaire. À titre d'exemple, lors d'une situation planifiée ou existante, la ligne directrice de l'OMS concernant la limite indicative dans l'eau potable est de $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour les activités volumiques du ^{226}Ra .

NOTE 1 La limite indicative (LI) correspond à l'activité volumique pour une consommation de 2 l d'eau potable par jour pendant un an, aboutissant à une dose efficace de $0,1 \text{ mSv}\cdot\text{a}^{-1}$ 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^[3].

En situation d'urgence nucléaire, les limites indicatives 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 à la suite d'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]}.

Généralement, les méthodes d'essai peuvent être adaptées pour mesurer l'activité volumique du ou des radionucléides dans les eaux usées avant stockage ou dans les effluents liquides avant déversement dans l'environnement. Les résultats des essais permettent à l'opérateur de l'usine/installation de vérifier qu'avant leur déversement, les activités volumiques des radionucléides présents dans les eaux usées/effluents liquides ne dépassent pas les limites autorisées.

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 peuvent 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 exigés par les autorités nationales, car ils peuvent être tenus d'obtenir une accréditation spécifique pour le mesurage des radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

Le présent document 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.

Qualité de l'eau — Radium-226 — Partie 2: Méthode d'essai par émanométrie

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant le présent document connaissent bien les pratiques normales de laboratoire. Le présent document 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 d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

IMPORTANT — Il est essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient effectués par du personnel ayant une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai pour la détermination de l'activité volumique du radium-226 (^{226}Ra), dans tous types d'eaux par émanométrie.

La méthode d'essai spécifiée est applicable pour la détermination de l'activité volumique du ^{226}Ra soluble, total et particulaire dans tous types d'eaux d'activité volumique en ^{226}Ra soluble supérieure à 0,02 Bq l⁻¹.

Les chaînes de désintégration de ^{238}U et de ^{232}Th sont données dans l'Annexe A. La Figure A.1 illustre le ^{238}U et sa chaîne de désintégration.

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

ISO 11929-1, *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 — Partie 1: Applications élémentaires*

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, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 80000-10 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 Symboles

Pour les besoins du présent document, les symboles donnés dans l'ISO 80000-10 et dans le Tableau 1 s'appliquent.

Tableau 1 — Symboles

Symbole	Description	Unité
c	Concentration	Bq·l ⁻¹
c_A	Activité volumique du ²²⁶ Ra dans l'eau	Bq·l ⁻¹
c_A^*	Seuil de décision	Bq·l ⁻¹
$c_A^\#$	Limite de détection	Bq·l ⁻¹
$c_A^{\triangleleft}, c_A^{\triangleleft}$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	Bq·l ⁻¹
$c_A^{\triangleleft}, c_A^{\triangleleft}$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi le plus court	Bq·l ⁻¹
f_a	Facteur de correction d'accumulation du ²²² Rn dans le barboteur	—
f_d	Facteur de correction de décroissance du ²²² Rn dans le volume de détection	—
i	Différentes étapes du mode opératoire de mesurage, $i = 0, 1$ et 2	—
$k_{1-\alpha}$	Quantile d'une loi normale centrée réduite pour une fausse décision positive	—
$k_{1-\beta}$	Quantile d'une loi normale centrée réduite pour une fausse décision négative	—
k_p	Quantile d'une loi normale centrée réduite pour la probabilité p (par exemple $p = 1 - \alpha, 1 - \beta$ ou $1 - \gamma / 2$)	—
k_q	Quantile d'une loi normale centrée réduite pour la probabilité q (par exemple $q = 1 - \alpha, 1 - \beta$ ou $1 - \gamma / 2$)	—
n	Nombre de cycles de comptage	—
$n_\alpha(t)$	Nombre d'émetteurs alpha présents dans la cellule par becquerel de radon, après une période de temps d'attente entre le remplissage et le comptage de la cellule (n_α est d'environ 3 à un temps d'attente de 3 h pour 1 Bq de radon)	—
N_0	Nombre d'impulsions dues au bruit de fond	—
N	Nombre d'impulsions brutes	—
\bar{N}_0	Moyenne du nombre d'impulsions dues au bruit de fond	—
\bar{N}	Moyenne du nombre d'impulsions brutes	—
p	Probabilité (par exemple $p = 1 - \alpha, 1 - \beta$ ou $1 - \gamma / 2$)	—
q	Probabilité	—
t_c	Durée de comptage (commune à N, N_0)	s

t_i	Temps des différentes étapes du mode opératoire de mesure, $i = 0, 1$ et 2	s
U	Incertitude élargie calculée par $U = ku(c_A)$ avec $k = 2$	Bq·l ⁻¹
u_{rel}	Incertitude-type relative	—
$u(c_A)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure	Bq·l ⁻¹
$u(c_A^\#)$	Incertitude-type de $c_A^\#$	—
$\tilde{u}(\tilde{c}_A)$	Incertitude-type de c_A en fonction de sa valeur vraie	—
$\tilde{u}(\tilde{a})$	Incertitude-type de a en fonction de sa valeur vraie	—
w	Estimation du facteur d'étalonnage	—
V	Volume de la prise d'essai	l
y	Résultat du mesurage primaire d'un mesurande	—
α	Probabilité d'une fausse décision positive	—
β	Probabilité d'une fausse décision négative	—
ρ	Densité	g·l ⁻¹
ε	Efficacité totale, y compris l'efficacité de dégazage et l'efficacité de comptage du système pour un comptage effectué avec un équilibre radioactif entre ²²² Rn et ses descendants à vie courte	impulsions · s ⁻¹ · Bq ⁻¹
Φ	Fonction de répartition de la loi normale centrée réduite	—
λ	Constante de désintégration du ²²² Rn	s ⁻¹
ω	Grandeur auxiliaire	—

4 Principe

Cette méthode d'essai repose sur l'émanation et le comptage des scintillations du ²²²Rn, un descendant gazeux du ²²⁶Ra, à partir d'une solution (voir la Référence [8]).

Le mesurage de l'activité volumique du ²²⁶Ra dans l'eau s'effectue en deux étapes distinctes, à savoir la préparation de l'échantillon puis le mesurage de la prise d'essai.

La préparation consiste en:

- une mise en solution quand le radium total ou particulaire doit être mesuré;
- une filtration quand le radium soluble doit être mesuré.

Elle est suivie d'une pré-concentration, le cas échéant, et d'une accumulation des descendants sans séparation initiale.

Après filtration et acidification, la prise d'essai est introduite dans un barboteur (voir la Figure B.1) et stockée pour l'accumulation du ²²²Rn.

Après une période d'accumulation appropriée, le gaz radon est extrait de la solution par une purge avec du gaz exempt de radon, puis transféré dans un ballon scintillant, dont la surface interne est revêtue d'une couche de sulfure de zinc activé à l'argent, ZnS(Ag) (voir la Figure C.1 et la Référence [10]).

Les particules alpha produites par la désintégration de ²²²Rn et de ses descendants à vie courte (²¹⁸Po, ²¹⁴Po) cèdent leur énergie au fur et à mesure de leur parcours dans le milieu scintillant. Lorsqu'ils reviennent à leur état fondamental, les électrons excités dans le milieu scintillant émettent des photons