



**Norme
internationale**

ISO 13165-3

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-ray
spectrometry*

**Deuxième édition
2024-12**

[ISO 13165-3:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/12ca781e-c70b-45af-a7f6-c84da8a096c1/iso-13165-3-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/12ca781e-c70b-45af-a7f6-c84da8a096c1/iso-13165-3-2024>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 13165-3:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/12ca781e-c70b-45af-a7f6-c84da8a096c1/iso-13165-3-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/12ca781e-c70b-45af-a7f6-c84da8a096c1/iso-13165-3-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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 et définitions	2
4 Symboles	2
5 Principe	3
6 Réactifs et équipement	4
6.1 Réactifs	4
6.2 Équipement	4
7 Échantillonnage	5
7.1 Généralités	5
7.2 Prélèvement des échantillons	5
7.3 Transport et conservation des échantillons	5
8 Modes opératoires	5
8.1 Préparation d'un blanc	5
8.2 Préparation de l'échantillon	6
8.3 Mode opératoire de comptage	6
9 Programme d'assurance qualité et de contrôle de la qualité	6
9.1 Généralités	6
9.2 Interférences	7
9.3 Vérification de la méthode	7
9.4 Démonstration de la compétence de l'analyste	7
10 Expression des résultats	7
10.1 Généralités	7
10.2 Activité volumique du ²²⁶ Ra soluble dans l'eau	8
10.3 Incertitude-type de l'activité volumique	8
10.4 Seuil de décision	9
10.5 Limite de détection	9
10.6 Limites des intervalles élargis	9
10.6.1 Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	9
10.6.2 Intervalle élargi le plus court	10
10.7 Corrections relatives aux contributions d'autres radionucléides et au bruit de fond	10
10.7.1 Généralités	10
10.7.2 Contribution des autres radionucléides	11
10.7.3 Contribution du bruit de fond	11
11 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Chaîne de désintégration de l'uranium 238	14
Bibliographie	15

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

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 www.iso.org/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 édition annule et remplace la première édition (ISO 13165-3:2016), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- remaniement de l'Introduction;
- élargissement du champ de [l'Article 5](#) relatif au principe de mesurage;
- suppression du [paragraphe 9.3](#) relative à la vérification de l'instrument;
- mise à jour des formules concernant l'intervalle élargi suivant la série ISO 11929;
- mise à jour des exigences relatives au rapport d'essai.

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

Les radionucléides sont présents partout dans l'environnement. Dès lors, les masses d'eau (par exemple les eaux de surface, les eaux souterraines, les eaux de mer) contiennent des radionucléides d'origine naturelle ou anthropique:

- les radionucléides naturels, y compris le ^3H , le ^{14}C , le ^{40}K et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le ^{210}Pb , le ^{210}Po , le ^{222}Rn , le ^{226}Ra , le ^{228}Ra , le ^{227}Ac , le ^{231}Pa , l' ^{234}U ou l' ^{238}U peuvent se trouver dans l'eau en raison de processus naturels (par exemple, la désorption par le sol ou le lessivage par les eaux pluviales) ou bien ils peuvent être libérés par des procédés technologiques mettant en œuvre des matières radioactives existant à l'état naturel (par exemple, l'extraction minière, le traitement de sables minéraux, la production de carburant, de gaz ou de charbon, le traitement des eaux et la production et l'utilisation d'engrais phosphatés);
- les radionucléides engendrés par l'activité humaine, tels que le ^{55}Fe , le ^{59}Ni , le ^{63}Ni , le ^{90}Sr , le ^{99}Tc , mais aussi des éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium) et certains radionucléides émetteurs gamma tels que le ^{60}Co et le ^{137}Cs peuvent également être présents dans les eaux naturelles. De petites quantités de ces radionucléides sont rejetées dans l'environnement par les installations du cycle du combustible lors des rejets périodiques autorisés. Les radionucléides dans les effluents liquides font généralement l'objet de contrôles avant d'être rejetés dans l'environnement^[1] et les masses d'eau. Des radionucléides, utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles, sont également libérés dans l'environnement après usage. Les radionucléides d'origine anthropiques sont aussi présents 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 peut varier selon les 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.^{[2][3]} L'eau potable peut alors contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique qui pourraient présenter un risque sanitaire. L'Organisation mondiale de la santé (OMS) recommande une surveillance régulière de la radioactivité des eaux potables^[4] et la mise en place d'actions adéquates si besoin est afin de limiter le plus possible le risque pour la santé humaine.

Les législations nationales spécifient généralement les limites autorisées d'activité volumique dans les eaux potables, les masses d'eau et les effluents liquides rejetés dans l'environnement. Ces limites sont susceptibles de varier dans le cas de situations d'exposition planifiée, existante ou d'urgence. À titre d'exemple, lors d'une situation planifiée ou existante, la limite indicative donnée par l'OMS pour le ^{226}Ra dans l'eau potable est de 1, voir la NOTE. La conformité à ces limites peut être évaluée à partir des résultats de mesure d'échantillons d'eau et des incertitudes qui y sont associées, tel que précisé par le Guide 98-3^[5] de l'ISO/IEC et l'ISO 5667-20^[6].

NOTE La limite indicative calculée par la Référence ^[4] correspond à l'activité volumique pour une consommation de $2 \text{ l}\cdot\text{j}^{-1}$ d'eau potable pendant un an, aboutissant à une dose effective de $0,1 \text{ mSv}\cdot\text{a}^{-1}$ pour un individu moyen. Cette dose effective présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables et détectables pour la santé^[4].

Le présent document offre une ou des méthodes pour répondre aux besoins des laboratoires qui déterminent le ^{226}Ra dans des échantillons d'eau.

La méthode décrite dans le présent document est applicable à divers types d'eaux (voir [l'Article 1](#)). Il est possible d'apporter des modifications mineures, par exemple au volume d'un échantillon ou à la durée de comptage, afin de s'assurer que la limite caractéristique, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes sont inférieures aux limites requises. Ces modifications peuvent être effectuées dans le cadre d'une situation d'urgence, de limites indicatives nationales inférieures et d'obligations opérationnelles, etc.

Le présent document traite du mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans des échantillons d'eau.

Qualité de l'eau — Radium-226 —

Partie 3:

Méthode d'essai par coprécipitation et spectrométrie gamma

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 la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de déterminer si toute autre restriction est applicable.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient effectués par du personnel qualifié.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de l'activité volumique du radium-226 (^{226}Ra), dans tous les types d'eau, par coprécipitation suivie d'une spectrométrie gamma (voir l'ISO 20042^[7]).

La méthode couvre la mesure de l'activité volumique du ^{226}Ra soluble lorsque cette activité est supérieure à $0,002 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour un volume d'échantillon, de tout type d'eau, ne dépassant pas 100 l.

Pour des échantillons d'eau dont le volume est inférieur à 1 l, la spectrométrie gamma directe peut être effectuée en suivant l'ISO 10703 mais avec une limite de détection plus élevée. Pour des échantillons de 1 l à 5 l, la limite de détection la plus courante est comprise entre $0,002 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ et $0,000 40 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ ^[8].

NOTE Cette méthode d'essai permet également le mesurage d'autres isotopes de radium d'origine naturelle, tels que le ^{223}Ra , le ^{224}Ra , et le ^{228}Ra , si leur période de mise à l'équilibre respective est prise en compte.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/12ca781e-c70b-45af-a7f6-c84da8a096c1/iso-13165-3-2024>

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 10703, *Qualité de l'eau — Radionucléides émetteurs gamma — Méthode d'essai par spectrométrie gamma à haute résolution*

ISO 11929 (toutes les parties), *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle élargi) pour le mesurage des rayonnements ionisants*

ISO 12749-1, *Énergie nucléaire — Vocabulaire — Partie 1: Terminologie générale*

ISO 12749-2, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires et protection radiologique — Vocabulaire — Partie 2: Radioprotection*

ISO 12749-3, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires et protection radiologique — Vocabulaire — Partie 3: Installations nucléaires, procédés et technologies*

ISO 12749-4, *Energie nucléaire, technologies nucléaires, et protection radiologique — Vocabulaire — Partie 4: Dosimétrie pour processus de radiation*

ISO 12749-5, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires, et radioprotection — Vocabulaire — Partie 5: Réacteurs nucléaires*

ISO 12749-6, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires et protection radiologique — Vocabulaire — Partie 6: Médecine nucléaire*

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 12749-1, l'ISO 12749-2, l'ISO 12749-3, l'ISO 12749-4, l'ISO 12749-5 et l'ISO 12749-6 et l'ISO 80000-10, ainsi que les suivants 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/>

3.1

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

4 Symboles

Pour les besoins du présent document, les symboles suivants s'appliquent:

A	Activité de chaque radionucléide de la source d'étalonnage, à la date de l'étalonnage	Bq
c_A	Activité volumique du ^{226}Ra , avec et sans corrections	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
c_A^*	Seuil de décision, avec et sans corrections	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^\#$	Limite de détection, avec et sans corrections	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
\tilde{c}_A	Valeurs vraies possibles ou présumées du mesurande	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^<$	Limite supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique du mesurande	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^>$	Limite inférieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique du mesurande	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^{<}$	Limite supérieure de l'intervalle élargi le plus court du mesurande	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^{>}$	Limite inférieure de l'intervalle élargi le plus court du mesurande	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
ε_E	Efficacité de détection à l'énergie E avec la géométrie de comptage utilisée	—
f_E	Facteur de correction prenant en compte toutes les corrections nécessaires	—
k_p	Quantiles de la loi normale centrée réduite pour les probabilités p (par exemple, $p = 1 - \alpha$, $p = 1 - \beta$ ou $p = 1 - \gamma/2$)	—
k_q	Quantiles de la loi normale centrée réduite pour les probabilités q (par exemple, $q = 1 - \alpha$, $q = 1 - \beta$ ou $q = 1 - \gamma/2$)	—

ISO 13165-3:2024(fr)

$m_{\text{carbonate}}$	Masse de carbonate de baryum	g
m_{nitrate}	Masse de nitrate de baryum	g
m_{sulfate}	Masse de sulfate de baryum	g
$n_{b,E}$	Nombre de coups dans le bruit de fond du pic considéré, à l'énergie E , dans l'échantillon	—
$n_{b0,E}$	Nombre de coups dans le bruit de fond du pic considéré, à l'énergie E , dans le bruit de fond	—
$n_{bs,E}$	Nombre de coups dans le bruit de fond du pic considéré, à l'énergie E , dans l'étalon	—
$n_{g,E}$	Nombre de coups dans l'aire brute du pic considéré, à l'énergie E , dans l'échantillon	—
$n_{g0,E}$	Nombre de coups dans l'aire brute du pic considéré, à l'énergie E , dans le bruit de fond	—
$n_{gs,E}$	Nombre de coups dans l'aire brute du pic considéré, à l'énergie E , dans l'étalon	—
$n_{N,E}$	Nombre de coups dans l'aire nette du pic considéré, à l'énergie E , dans l'échantillon	—
$n_{N0,E}$	Nombre de coups dans l'aire nette du pic considéré, à l'énergie E , dans le bruit de fond	—
$n_{Ns,E}$	Nombre de coups dans l'aire nette du pic considéré, à l'énergie E , dans l'étalon	—
P_E	Probabilité d'émission d'un rayon gamma d'énergie, E , de chaque radionucléide, par désintégration,	—
R_C	Rendement chimique	—
t_0	Temps de comptage du spectre du bruit de fond	s
t_g	Temps de comptage du spectre de l'échantillon	s
t_s	Temps de comptage du spectre de l'étalon	s
U	Incertitude élargie calculée pour $k = 2$	Bq·l ⁻¹
$u(c_A)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure	Bq·l ⁻¹
$\tilde{u}(\tilde{c}_A)$	Incertitude-type de l'estimateur c_A en fonction de la valeur vraie estimée du mesurande	Bq·l ⁻¹
$u(\text{fit})$	Incertitude-type associée avec une courbe d'efficacité d'ajustement	Bq·l ⁻¹
V	Volume de l'échantillon pour essai	l
Φ	Fonction de répartition de la distribution normale réduite	—
w	Valeur estimée du facteur d'étalonnage	—
ω	Grandeur auxiliaire	—

5 Principe

Le mesurage de l'activité volumique du ²²⁶Ra dans l'eau s'effectue en deux étapes distinctes: d'abord la préparation de l'échantillon, puis le mesurage par spectrométrie gamma^{[9][10]}.

Après la filtration et l'acidification de l'échantillon d'eau (voir l'ISO 5667-3), qui garantissent que seule l'activité volumique de la fraction soluble du ²²⁶Ra est mesurée, ²²⁶Ra est copécipité en sel de sulfate avec un entraîneur 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 qui peuvent présenter une concentration initiale en baryum soluble, il convient d'utiliser un autre élément traceur pour éviter un rendement chimique supérieur à 100 %.

Lorsqu'un traceur radiométrique, tel que le ^{133}Ba , est utilisé comme étalon interne, ce rendement de récupération remplace le rendement chimique R_c dans les [Formules \(2\)](#) et [\(5\)](#). Une correction des pertes de comptage dues aux coïncidences est alors nécessaire pour la détermination du ^{133}Ba .

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

L'équilibre séculaire entre le ^{222}Rn et ses descendants est un prérequis pour mesurer le ^{226}Ra avec les énergies gamma de ^{214}Bi et ^{214}Pb . Cet état est atteint quatre semaines après la dernière étape de coprécipitation. Le contenant doit être hermétique afin d'atteindre les conditions d'équilibre.

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

NOTE Étant donné que la coprécipitation décrite dans la présente méthode d'essai ne permet pas pour la détermination des isotopes du radium de façon spécifique, elle peut être adaptée à la détermination d'autres isotopes du radium, d'origine naturelle, telles que le ^{223}Ra , le ^{224}Ra , et le ^{228}Ra , à la condition de prendre en compte leur période respective de mise à l'équilibre. Dans le cadre de cette méthode, néanmoins, une mise à l'équilibre de quatre semaines ne permet pas la détermination du ^{223}Ra , ^{224}Ra ou ^{228}Ra .

6 Réactifs et équipement

6.1 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique.

6.1.1 Eau distillée ou déminéralisée, d'une résistivité supérieure à 18,2 M Ω ·cm à 25 °C et un carbone organique total inférieure à 1 $\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$.

6.1.2 Solution d'acide nitrique concentré, $c(\text{HNO}_3) = 14,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} - 15,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

6.1.3 Solution d'acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 0,4 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

6.1.4 Solution d'acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 3,2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

6.1.5 Solution d'entraîneur, $c(\text{Ba}^{2+}) = 10,0 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$.

Dissoudre lentement (19,0 g) de nitrate de baryum $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ou (14,3 g) de carbonate de baryum BaCO_3 dans un litre de solution d'acide nitrique ([6.1.3](#)). La masse de sel doit être pesée avec une précision supérieure à 1 % et consignée.

Il est recommandé d'utiliser un réactif de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ou de BaCO_3 avec une faible activité volumique en ^{226}Ra . La présence de ^{226}Ra dans le réactif doit être vérifiée à l'aide d'un blanc préparé avec de l'eau distillée ou déminéralisée.

6.1.6 Solution d'acide sulfurique concentré, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18,3 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

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

6.2 Équipement

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

6.2.1 Pompe péristaltique ou à membrane.