
**Qualité de l'eau — Détermination de
l'activité volumique du tritium — Méthode
par comptage des scintillations en milieu
liquide**

*Water quality — Determination of tritium activity concentration — Liquid
scintillation counting method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9698:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9698:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 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 Symboles, définitions et unités	2
4 Principe	3
5 Réactifs et équipement	4
6 Échantillonnage et échantillons	6
7 Mode opératoire	6
8 Expression des résultats	9
9 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Applications numériques	12
Annexe B (informative) Distillation d'échantillons de volume important	14
Annexe C (informative) Méthode avec solution d'étalon interne	17
Annexe D (informative) Distillation d'échantillons de faible volume	19
Annexe E (informative) Méthode d'évaluation pour matrices humides	22
Bibliographie	24

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 9698 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9698:1989), qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010>

Introduction

Le tritium présent dans l'environnement est d'origine naturelle et artificielle. Des quantités relativement importantes de tritium ont été relâchées dans l'environnement suite à des essais atmosphériques d'armes nucléaires, aux émissions d'installations de génie nucléaire, ainsi qu'à l'application et au traitement d'isotopes. Malgré le faible facteur de dose associé au tritium, la surveillance des activités volumiques du tritium dans l'environnement est nécessaire pour suivre sa circulation dans l'hydrosphère et la biosphère.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9698:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9698:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010>

Qualité de l'eau — Détermination de l'activité volumique du tritium — Méthode par comptage des scintillations en milieu liquide

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale 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 d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les conditions de détermination de l'activité volumique du tritium dans des échantillons d'eau environnementale ou d'eau tritiée (${}^3\text{H}{}_2\text{O}$) par comptage des scintillations en milieu liquide.

Le choix du mode opératoire analytique, avec ou sans distillation de l'échantillon d'eau avant la détermination, dépend du but du mesurage et des caractéristiques de l'échantillon (voir les Références [1], [2], [3]).

Le mesurage direct d'un échantillon d'eau brute par comptage des scintillations en milieu liquide doit prendre en compte la présence potentielle d'autres radionucléides émetteurs bêta. Pour éviter des interférences avec ces radionucléides lorsqu'ils sont détectés, la quantification du tritium est effectuée après avoir traité l'échantillon par distillation (voir les Références [4], [5], [6], [7]). Les Annexes B, D et E décrivent trois modes opératoires de distillation.

Cette méthode n'est pas applicable à l'analyse du tritium organiquement lié; sa détermination nécessite un traitement chimique supplémentaire (telle une oxydation chimique ou une combustion).

Dans les conditions techniques adéquates, la limite de détection peut être réduite à 1 Bq l^{-1} . Les activités volumiques du tritium inférieures à 10^6 Bq l^{-1} peuvent être déterminées sans dilution de l'échantillon. Une étape d'enrichissement préalable peut abaisser de manière significative la limite de détection (voir les Références [8], [9]).

2 Références normatives

Les documents référencés ci-dessous sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 5667-1, *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: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

ISO 9698:2010(F)

ISO 5667-14, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 14: Lignes directrices pour le contrôle de la qualité dans l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales*

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

ISO/CEI 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

Guide ISO/CEI 98-3:2008, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

Guide ISO/CEI 99:2007, *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*

3 Symboles, définitions et unités

Pour les besoins du présent document, les définitions, symboles et unités définis dans l'ISO 80000-10, le Guide ISO/CEI 98-3, le Guide ISO/CEI 99, ainsi que les symboles suivants, s'appliquent.

β_{\max}	Énergie maximale pour l'émission bêta, en kiloélectronvolts
V	Volume de la prise d'essai, en litres
m	Masse de la prise d'essai, en kilogrammes
ρ	Masse volumique de la prise d'essai, en grammes par litre
c_A	Activité volumique, en becquerels par litre
a	Activité par unité de masse, en becquerels par kilogramme
A	Activité de la source d'étalonnage, en becquerels
t_0	Durée de comptage de l'essai à blanc, en secondes
t_g	Durée de comptage de la prise d'essai, en secondes
t_s	Durée de comptage d'étalonnage, en secondes
n	Nombre de répétitions
r_{0i}	Taux de comptage de l'essai à blanc pour la répétition i , par seconde
r_0	Taux de comptage moyen de l'essai à blanc pour les i répétitions, par seconde
r_{gi}	Taux de comptage de la prise d'essai pour la répétition i , par seconde
r_g	Taux de comptage moyen de la prise d'essai pour les i répétitions, par seconde
r_s	Taux de comptage d'étalonnage, par seconde
ε	Rendement de détection
ε_q	Rendement mesuré pour chaque étalon de travail pour l'élaboration de la courbe d'affaiblissement lumineux

f_q	Facteur d'affaiblissement lumineux
$u(c_A)$	Incertitude-type rapportée au résultat de mesure, en becquerels par litre
U	Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(c_A)$, avec $k = 1, 2, \dots$, en becquerels par litre
c_A^*	Seuil de décision, en becquerels par litre
$c_A^\#$	Limite de détection, en becquerels par litre
$c_A^<, c_A^>$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre

4 Principe

La prise d'essai est mélangée au cocktail scintillant dans un flacon de comptage pour obtenir un milieu homogène. Les électrons émis par le tritium cèdent leur énergie au milieu scintillant. Les molécules excitées par ce processus reviennent à leur état fondamental en émettant des photons qui sont détectés par des photodétecteurs.

Les impulsions électriques émises par les photodétecteurs sont amplifiées, triées (de manière à supprimer les événements aléatoires) et analysées par les systèmes électroniques et les logiciels d'analyse de données. Le taux de comptage de ces photons permet de déterminer l'activité de la prise d'essai, en tenant compte du taux de comptage du bruit de fond et du rendement de détection.

Pour déterminer le taux de comptage du bruit de fond, on prépare un essai à blanc dans des conditions identiques à celles de la prise d'essai. L'essai à blanc est préparé avec une eau de référence d'activité aussi basse que possible, aussi parfois appelée «eau morte».

Le rendement de détection est déterminé avec un échantillon de tritium aqueux étalon (source d'étalonnage) ou une dilution de cet étalon avec de l'eau destinée à la solution d'essai à blanc, mesuré dans des conditions identiques à celles de la prise d'essai.

Les conditions à remplir pour l'essai à blanc, la prise d'essai et la source d'étalonnage sont les suivantes:

- même type de flacon de comptage;
- même géométrie de remplissage;
- mêmes proportions entre la prise d'essai et le cocktail scintillant;
- stabilité de température du matériel de détection;
- valeur de l'indicateur d'affaiblissement lumineux incluse dans la courbe d'étalonnage.

IMPORTANT — Correction d'affaiblissement lumineux: si des conditions particulières d'affaiblissement lumineux chimique affectent les résultats de mesure, il est recommandé de réaliser une courbe d'affaiblissement lumineux. Il est important de choisir l'agent d'affaiblissement lumineux chimique en fonction du type supposé d'affaiblissement lumineux observé dans l'échantillon.

NOTE Pour les échantillons d'activité élevée à fort affaiblissement lumineux, il peut être judicieux d'utiliser une méthode avec solution d'étalon interne telle que décrite à l'Annexe C.

5 Réactifs et équipement

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Réactifs

5.1.1 Eau pour l'essai à blanc

L'eau utilisée pour l'essai à blanc doit contenir le moins possible d'impuretés chimiques afin d'éviter l'affaiblissement lumineux et le moins possible d'impuretés radioactives (voir la Référence [10]); son activité volumique de tritium doit être négligeable par rapport aux activités que l'on veut mesurer.

Par exemple, on peut se procurer un échantillon d'eau à faible activité volumique du tritium à partir d'eau souterraine (profonde) conservée dans une bouteille en verre borosilicaté hermétiquement fermée maintenue à l'obscurité à température contrôlée (ISO 5667-3). Cet échantillon d'eau de référence doit être conservé physiquement à l'écart de tout matériau contenant du tritium (voir Article 4, avis important). Déterminer l'activité volumique du tritium ($t = 0$), en Bq l^{-1} , de cette eau et noter la date ($t = 0$) de la détermination (voir Article 4, Note).

Il est judicieux de conserver une quantité suffisante d'eau de référence et d'en constituer de petites aliquotes prêtes à l'emploi, que l'on peut utiliser au fur et à mesure des besoins. Il convient d'éviter toute contamination par le tritium (par exemple en provenance de vapeur d'eau de l'atmosphère et de sources de tritium telles que les montres lumineuses et les chromatographes en phase gazeuse) ou d'autres espèces radioactives.

L'activité devenant non négligeable pour des activités voisines de 1 Bq l^{-1} , il est nécessaire d'utiliser une eau de référence mesurée pour s'assurer de «l'absence» de tritium. L'activité volumique du tritium dans l'eau de référence peut être déterminée par enrichissement suivi d'un comptage des scintillations en milieu liquide ou par mesurage de ^3He par spectrométrie de masse. Utiliser de préférence une eau de référence ayant une activité volumique du tritium inférieure à $0,5 \text{ Bq l}^{-1}$.

Lorsque le volume d'eau de référence est suffisamment important, par exemple de 10 l à 20 l, et bien scellé, l'activité volumique du tritium demeure stable pendant des années; toutefois il est conseillé de déterminer celle-ci à des intervalles préétablis, par exemple une fois par an.

5.1.2 Solution de source d'étalonnage

Pour éviter une contamination croisée, préparer, dans un endroit adapté éloigné de la zone dans laquelle les analyses du tritium doivent être effectuées, peser et verser dans une fiole jaugée et tarée (de 100 ml par exemple), la quantité requise d'une solution d'étalon certifiée concentrée de tritium ($[\text{}^3\text{H}]\text{H}_2\text{O}$), de manière que l'activité volumique du tritium génère des comptages suffisants pour atteindre l'incertitude de mesure requise après avoir procédé à une dilution avec l'eau de référence et à un mélange soigneux. Calculer l'activité volumique du tritium de la solution de source d'étalonnage obtenue ($t = 0$). Noter la date à laquelle la solution d'étalon a été préparée ($t = 0$).

L'activité volumique du tritium de la solution de source d'étalonnage à l'instant t de mesure des échantillons doit être corrigée de la décroissance radioactive.

5.1.3 Solution scintillante

Le cocktail scintillant est choisi en fonction des caractéristiques de l'échantillon à analyser et en fonction des propriétés de l'équipement de détection (voir la Référence [11]).

Il est conseillé d'utiliser un cocktail scintillant très hydrophile, notamment pour le mesurage de l'eau environnementale habituelle.

Les caractéristiques du cocktail scintillant doivent permettre l'obtention d'un mélange homogène et stable.

Pour le mesurage direct d'eaux brutes contenant des particules en suspension, il est recommandé d'utiliser un cocktail scintillant qui permettra d'obtenir un mélange de type gel.

Il est recommandé:

- de conserver à l'obscurité et d'éviter, en particulier juste avant l'utilisation, toute exposition directe à la lumière du soleil ou à une lumière fluorescente, de façon à empêcher toute luminescence interférente;
- de se conformer aux conditions d'entreposage spécifiées par le fournisseur du cocktail scintillant.

Il convient d'éliminer les mélanges (cocktail scintillant et prise d'essai) comme des déchets chimiques. En fonction de la radioactivité, il peut être nécessaire d'éliminer ces mélanges comme des déchets radioactifs.

5.1.4 Agent d'affaiblissement lumineux

Les composés suivants sont des exemples d'agents d'affaiblissement lumineux chimique: acide nitrique, acétone, composés organochlorés, nitrométhane.

NOTE Certains agents d'affaiblissement lumineux sont dangereux ou toxiques.

5.2 Équipement

L'équipement de laboratoire utilisé, telles les pipettes et les balances, doit permettre d'atteindre les objectifs attendus/fixés en matière de qualité des données, de même que la quantification de l'incertitude associée au mesurage.

NOTE Il est essentiel de contrôler la quantité de cocktail scintillant liquide utilisée dans la préparation de la solution source afin d'obtenir des données cohérentes et de qualité.

5.2.1 Compteur à scintillations en milieu liquide

Compteur à scintillations en milieu liquide, de préférence à transfert automatique d'échantillons. Un fonctionnement à température constante est recommandé, conformément aux instructions du fabricant. Selon la limite de détection à atteindre, un compteur à scintillation en milieu liquide adapté pour le comptage des bas niveaux peut être nécessaire. La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale se rapporte à des compteurs à scintillation en milieu liquide équipés de flacons d'une capacité d'environ 20 ml, dont l'utilisation est largement répandue. En cas d'utilisation de flacons différents, avec des compteurs appropriés, la méthode décrite doit être adaptée en conséquence.

5.2.2 Flacons de comptage

Il existe différents types de flacons à scintillation, fabriqués dans divers matériaux. Les plus courants sont les flacons en verre et les flacons en polyéthylène. Les flacons en verre permettent l'observation visuelle du milieu scintillant mais ils ont un bruit de fond inhérent qui est dû à la présence de ^{40}K . Cependant, certains solvants organiques contenus dans les cocktails scintillants diffusent à travers le polyéthylène, ce qui accélère la dégradation du mélange.

Il existe d'autres types de flacons:

- des flacons en verre pauvre en ^{40}K , qui ont un bruit de fond plus faible que les flacons en verre «normal»;
- pour la détermination d'une activité volumique du tritium très faible, il est fortement recommandé d'utiliser des flacons en polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou des flacons en polyéthylène pourvus d'une couche de PTFE sur leur paroi intérieure. La diffusion des solvants organiques est alors moins rapide à travers le PTFE qu'à travers le polyéthylène. Ces flacons sont utilisés pour des comptages longs à très bas niveau d'activité.

Les flacons sont généralement à usage unique. En cas de réutilisation du flacon, il est indispensable d'appliquer un mode opératoire de nettoyage efficace.

Afin d'empêcher toute luminescence interférente, il convient de conserver les flacons de comptage à l'obscurité et de ne pas les exposer directement à la lumière du soleil ou à une lumière fluorescente, en particulier juste avant utilisation.

Les solutions scintillantes à base de toluène peuvent provoquer une distorsion du polyéthylène; il convient donc de ne pas utiliser ces solutions avec des flacons de comptage en polyéthylène. La diffusion des solvants organiques dans et à travers les parois en polyéthylène est un autre inconvénient sérieux des flacons en polyéthylène.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillonnage

Les conditions d'échantillonnage doivent être conformes à l'ISO 5667-1.

Il est déconseillé d'acidifier l'échantillon en raison du fort affaiblissement lumineux chimique causé par les acides et de la présence possible de tritium dans l'acide, comme spécifié dans l'ISO 5667-3.

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon représentatif, non modifié au cours du transport ou de l'entreposage, et dans un récipient non endommagé. Il est conseillé d'utiliser un récipient en verre et de le remplir à ras bord afin de réduire au minimum l'échange de tritium avec l'humidité atmosphérique.

Pour les mesurages de faible activité, il est important d'éviter tout contact entre l'échantillon et l'atmosphère au cours de l'échantillonnage.

6.2 Conservation des échantillons

[ISO 9698:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010)

[ab433f74ba5e/iso-9698-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8542cd5a-d4bc-42d2-8222-ab433f74ba5e/iso-9698-2010)

Si nécessaire, l'échantillon doit être conservé conformément à l'ISO 5667-3. Si la durée d'entreposage dépasse la durée spécifiée dans l'ISO 5667-3, il est recommandé de stocker les échantillons dans des récipients en verre.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des échantillons

7.1.1 Mode opératoire direct

Le mesurage de la prise d'essai est généralement réalisé sur l'eau brute, sans séparation des matières en suspension. Si l'on désire mesurer l'activité d'un échantillon filtré ou centrifugé, l'élimination des matières en suspension doit être effectuée le plus tôt possible après le prélèvement (voir l'ISO 5667-3).

7.1.2 Distillation

Des exemples de modes opératoires de distillation sont fournis dans les Annexes B, D et E.

La distillation doit éviter un fractionnement isotopique (voir la Référence [12]).

La distillation, ou tout autre traitement physico-chimique de l'eau, n'est pas appropriée dans le cas de mesurages simultanés de tritium et de ¹⁴C.