
**Qualité de l'eau — Détermination de
l'activité volumique du carbone 14 —
Méthode par comptage des scintillations
en milieu liquide**

*Water quality — Determination of carbon 14 activity — Liquid
scintillation counting method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13162:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13162:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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, unités et abréviations	2
4 Principe	2
5 Réactifs et équipement	3
5.1 Réactifs	3
5.2 Équipement	4
6 Échantillonnage et échantillons	5
6.1 Échantillonnage	5
6.2 Conservation des échantillons	5
7 Mode opératoire	6
7.1 Préparation des échantillons	6
7.2 Préparation des sources à mesurer	6
7.3 Mode opératoire de comptage	6
7.4 Étalonnage et vérification	6
7.5 Conditions de mesurage	7
8 Expression des résultats	7
8.1 Généralités	7
8.2 Calcul de l'activité volumique	7
8.3 Seuil de décision	9
8.4 Limite de détection	9
8.5 Limites de l'intervalle de confiance	9
8.6 Calculs utilisant l'activité par unité de masse	10
9 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Applications numériques	11
Annexe B (informative) Méthode de l'étalon interne	13
Annexe C (informative) Extraction du carbone total: comptage des précipités	15
Annexe D (informative) Extraction du carbone total: comptage par absorption	18
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 (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 13162 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13162:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>

Introduction

Le carbone 14 (^{14}C) présent dans l'environnement est d'origine naturelle et artificielle. Des quantités relativement importantes de ^{14}C 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. En raison de la proportion importante du ^{14}C dans la contribution à la dose interne chez l'homme, la surveillance des activités volumiques du ^{14}C dans l'environnement est nécessaire pour suivre sa circulation dans l'hydrosphère et la biosphère. Après le ^{40}K (~6 000 Bq), le ^{14}C est le second radionucléide (~3 500 Bq) contribuant à la radioactivité naturelle du corps humain.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13162:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13162:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>

Qualité de l'eau — Détermination de l'activité volumique du carbone 14 — Méthode par comptage des scintillations en milieu liquide

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. 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 ^{14}C dans des échantillons d'eau environnementale ou d'eau contenant du ^{14}C par comptage des scintillations en milieu liquide.

La méthode est applicable à l'analyse de toute molécule organique soluble dans l'eau qui se mélange bien au cocktail scintillant. Elle ne s'applique pas pour les micelles ou les «grosses» particules (lipides, acide fulvique, acide humique, etc.) qui se mélangent mal au cocktail scintillant et à l'eau. Une partie de l'énergie bêta est perdue sans excitation du cocktail scintillant et les résultats sont sous-estimés. La méthode n'est pas applicable à l'analyse du ^{14}C organiquement lié; sa détermination nécessite un traitement chimique supplémentaire (tel qu'une oxydation chimique, une combustion).

Les activités volumiques du ^{14}C inférieures à 10^6 Bq l^{-1} peuvent être déterminées sans dilution de l'échantillon.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants 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: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 11929, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle de confiance) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications*

ISO/CEI 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*

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

3 Symboles, définitions, unités et abréviations

Pour les besoins du présent document, les symboles, définitions, unités et abréviations définis dans l'ISO 80000-10, l'ISO 11929, le Guide ISO/CEI 98-3, ainsi que les suivants, s'appliquent.

A	Activité de la source d'étalonnage, en becquerels
c_A	Activité volumique, 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
f_q	Facteur d'affaiblissement lumineux
m	Masse de la prise d'essai, en kilogrammes
r_0	Taux de comptage de l'essai à blanc, en secondes à la puissance moins un
r_g	Taux de comptage de la prise d'essai, en secondes à la puissance moins un
r_s	Taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage, en secondes à la puissance moins un
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 de l'échantillon d'étalonnage, en secondes
U	Incertitude élargie, calculée par $U = k u(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$, en becquerels par litre
$u(c_A)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure, en becquerels par litre
V	Volume de la prise d'essai, en litres
α	Activité par unité de masse, en becquerels par kilogramme
β_{\max}	Énergie maximale pour l'émission bêta, en kiloélectronvolts
ε	Rendement de détection
ρ	Masse volumique de l'échantillon, en grammes par litre

4 Principe

Le phénomène de scintillation est le résultat de l'interaction de rayonnements ionisants avec des solvants et des composés dotés de propriétés de fluorescence (scintillateurs). Le cocktail scintillant est formé à la fois de solvants et de scintillateurs. Le mélange scintillant est obtenu en ajoutant le cocktail scintillant à la prise d'essai de manière à obtenir un mélange homogène.

La prise d'essai est mélangée au cocktail scintillant dans un flacon de comptage pour obtenir un milieu homogène. Les électrons émis par le ^{14}C 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 impulsions électriques permet de déterminer l'activité de la prise d'essai, en tenant compte du bruit de fond et du rendement de détection.

Pour déterminer le bruit de fond, un essai à blanc est préparé 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, selon les activités devant être mesurées.

Le rendement de détection est déterminé avec un échantillon d'étalonnage préparé avec un étalon de ^{14}C aqueux, ou une dilution de cet étalon avec de l'eau de référence, et mesuré dans les mêmes conditions que la prise d'essai.

Les conditions à remplir pour l'échantillon (essai à blanc, prise d'essai, étalonnage) et les mesurages doivent être:

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

Un pré-requis pour la détermination directe du ^{14}C dans un échantillon d'eau est l'absence ou une contribution négligeable d'autres émetteurs bêta tels que le ^{90}Sr et les isotopes du radium. Quand le contenu en radionucléides de l'échantillon est inconnu, la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale ne fournit qu'une activité équivalente en ^{14}C pour l'échantillon.

Des exemples de méthodes avec prétraitement de la prise d'essai sont décrits dans les Annexes C et D.

Concernant la 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.

5 Réactifs et équipement

5.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1.1 Eau de référence pour l'essai à blanc

Il convient que l'eau de référence utilisée pour l'essai à blanc contienne le moins possible d'impuretés chimiques ou radioactives.

L'eau de référence peut avoir une faible activité volumique de ^{14}C , en becquerels par litre, au temps t auquel sont mesurés les échantillons.

Par exemple, se procurer une eau ayant une activité volumique de ^{14}C aussi faible que possible, comme de l'eau souterraine (profonde). Distiller l'eau. Conserver le distillat dans une bouteille en verre borosilicaté hermétiquement fermée, maintenue à l'obscurité à une température aussi constante que possible; cette eau de référence doit être conservée physiquement à l'écart de tout matériau contenant du ^{14}C (voir alinéa suivant). Déterminer (voir dernier alinéa) l'activité volumique de ^{14}C ($t = 0$), en becquerels par litre, de cette eau et noter la date ($t = 0$) de cette détermination.

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 ^{14}C (par exemple en provenance du CO_2 de l'atmosphère) ou d'autres espèces radioactives.

Pour des activités volumiques voisines de 1 Bq l^{-1} , il est nécessaire d'utiliser une eau ayant une très faible activité volumique comme eau de référence.

5.1.2 Solution de source d'étalonnage

Pour éviter une contamination croisée, préparer la solution de source d'étalonnage dans un endroit adapté éloigné de la zone dans laquelle les analyses du ^{14}C doivent être effectuées. Peser et verser la quantité requise d'une solution aqueuse étalon de ^{14}C dans une fiole jaugée tarée (de 100 ml par exemple), de manière que l'activité volumique du ^{14}C 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 ^{14}C de la solution d'étalon interne obtenue ($t = 0$), en becquerels par litre. Noter la date à laquelle la solution étalon a été préparée ($t = 0$).

5.1.3 Solution scintillante

Le cocktail scintillant est choisi en fonction des caractéristiques de l'échantillon à analyser et en fonction des propriétés du matériel de détection.

Il est recommandé d'utiliser un cocktail scintillant très hydrophile, notamment pour le mesurage de faibles niveaux d'activité.

Le cocktail scintillant doit être homogène et stable.

Pour le mesurage d'eaux brutes contenant des particules en suspension, il est recommandé d'utiliser un cocktail scintillant permettant d'obtenir un mélange de type gel pour le volume d'eau ajouté.

Il est recommandé de:

- conserver la solution scintillante 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;
- 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

Exemples d'agents d'affaiblissement lumineux chimique (non acides): composés organochlorés, nitrométhane.

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

5.2 Équipement

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.2.1 Compteur à scintillations en milieu liquide, de préférence à transfert automatique d'échantillons et ayant la capacité de mesurer ou de corriger l'affaiblissement lumineux de l'échantillon.

Un fonctionnement à température constante est recommandé. Suivre les instructions du fabricant.

La méthode spécifiée dans la présente Norme Internationale se rapporte à des compteurs à scintillations 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 spécifiée doit être adaptée en conséquence.

5.2.2 Pipette, adéquate pour

- le transfert précis de la solution étalon (par exemple micropipette d'une capacité de 100 μl);

— le transfert précis de la prise d'essai.

5.2.3 Balance, par exemple pouvant être lue à 0,1 mg près.

5.2.4 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 (PE). 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 PE, ce qui accélère la dégradation du mélange.

Il existe d'autres types de flacons.

- Flacons en verre pauvre en ^{40}K , qui ont un bruit de fond plus faible que les flacons en verre «normal».
- Flacons en polytétrafluoréthylène (PTFE) ou flacons en PE pourvus d'une couche de PTFE sur leur paroi intérieure, qui sont fortement recommandés pour la détermination d'une activité volumique du ^{14}C très faible. La diffusion des solvants organiques est moins rapide à travers le PTFE qu'à travers le PE. Ces flacons sont utilisés pour des comptages longs lors des mesurages de très bas niveaux d'activité.

Les flacons sont généralement à usage unique. En cas de réutilisation du flacon, un nettoyage efficace est indispensable.

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.

NOTE Les solutions scintillantes à base de toluène peuvent provoquer une distorsion du PE; l'utilisation de flacons de comptage constitués de ce polymère avec ces solutions est inappropriée. La diffusion des solvants organiques dans et à travers les parois est un autre inconvénient sérieux des flacons en PE.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillonnage

Les conditions d'échantillonnage doivent être conformes à l'ISO 5667-1 et à l'ISO 5667-3.

Les échantillons ne doivent pas être acidifiés afin d'éviter la destruction de l'équilibre carbonique (CO_3^{2-} , HCO_3^- , H_2CO_3), 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 recommandé d'utiliser un récipient en verre et de le remplir à ras bord afin de réduire au minimum l'échange de ^{14}C avec le CO_2 atmosphérique.

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

6.2 Conservation des échantillons

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