

Première édition
2015-07-01

Version corrigée
2016-09-01

**Qualité de l'eau — Détermination
simultanée des activités volumiques
du tritium et du carbone 14
— Méthode par comptage des
scintillations en milieu liquide**

*Water quality — Simultaneous determination of tritium and carbon
14 activities — Test method using liquid scintillation counting*
(standards.iteh.ai)

[ISO 13168:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58a6522b-1eb3-414a-9ef1-3aaf78f09672/iso-13168-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58a6522b-1eb3-414a-9ef1-3aaf78f09672/iso-13168-2015>



Numéro de référence
ISO 13168:2015(F)

© ISO 2015

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13168:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58a6522b-1eb3-414a-9ef1-3aaf78f09672/iso-13168-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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 sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

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 matériel	3
5.1 Réactifs.....	4
5.1.1 Eau destinée au blanc.....	4
5.1.2 Solutions sources d'étalonnage.....	4
5.1.3 Solution scintillante.....	4
5.1.4 Agent d'affaiblissement lumineux.....	5
5.2 Matériel.....	5
5.2.1 Compteur à scintillations en milieu liquide.....	5
5.2.2 Flacons de comptage.....	5
6 Échantillonnage et échantillons	6
6.1 Échantillonnage.....	6
6.2 Conservation des échantillons.....	6
7 Mode opératoire	6
7.1 Préparation des échantillons.....	6
7.2 Préparation des sources à mesurer.....	6
7.3 Mode opératoire de comptage.....	7
7.3.1 Généralités.....	7
7.3.2 Contrôle et étalonnage.....	7
7.3.3 Conditions du mesurage.....	8
7.3.4 Contrôle des interférences.....	8
8 Expression des résultats	9
8.1 Généralités.....	9
8.2 Activité volumique du tritium.....	9
8.3 Activité volumique du carbone 14.....	10
8.4 Incertitude-type composée du tritium.....	10
8.5 Incertitude-type composée du carbone 14.....	11
8.6 Seuil de décision du tritium.....	11
8.7 Seuil de décision du carbone 14.....	11
8.8 Limite de détection du tritium.....	12
8.9 Limite de détection du carbone 14.....	12
8.10 Limites de l'intervalle de confiance.....	12
8.11 Calculs utilisant l'activité par unité de masse.....	13
9 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Exemple	14
Bibliographie	16

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 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. 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

La présente version corrigée de l'ISO 13168:2015 comprend la correction suivante.

— 8.2, Formule (3): r_{ST} a été remplacé par r_{SC} .

Introduction

La radioactivité de plusieurs sources d'origine naturelle et anthropique est présente dans tout l'environnement. Ainsi, les étendues d'eau (par exemple, eaux de surface, eaux souterraines, eaux de mer) peuvent contenir des radionucléides d'origine naturelle ou anthropique, ou les deux:

- les radionucléides naturels, notamment le potassium 40, le tritium, le carbone 14, et ceux issus de la chaîne de désintégration du thorium et de l'uranium, en particulier le radium 226, le radium 228, l'uranium 234, l'uranium 238, le plomb 210, peuvent être présents dans l'eau pour des raisons naturelles (par exemple, désorption du sol et ravinement par l'eau de pluie) ou peuvent être produits par des processus technologiques impliquant des matériaux radioactifs naturels (par exemple, extraction et traitement des sables minéraux ou production et utilisation d'engrais phosphaté);
- les radionucléides anthropiques, notamment les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), le tritium, le carbone 14, le strontium 90 et les radionucléides émetteurs de rayonnements gamma peuvent également être présents dans les eaux naturelles suite à leurs rejets usuels autorisés dans l'environnement en petites quantités dans l'effluent rejeté par des installations du cycle du combustible nucléaire. Ils sont également libérés dans l'environnement suite à leur utilisation sous la forme non scellée dans les domaines médical et industriel. Ils sont aussi présents dans l'eau suite à une contamination antérieure par des retombées radioactives résultant de l'explosion dans l'atmosphère de dispositifs nucléaires et d'accidents tels que ceux survenus à Tchernobyl et Fukushima.

L'eau potable peut donc contenir des radionucléides à des activités volumiques susceptibles de présenter un risque pour la santé humaine. Pour évaluer la qualité de l'eau potable (y compris les eaux minérales et les eaux de source) en termes de teneur en radionucléides, et pour fournir des lignes directrices sur la réduction des risques sanitaires par la prise de mesures visant à réduire les activités volumiques des radionucléides, le taux de radioactivité des ressources en eau (eaux souterraines, eaux de rivière, eaux de lac, eaux de mer, etc.) et de l'eau potable est contrôlé conformément aux recommandations de l'OMS (Organisation Mondiale de la Santé).

Une Norme internationale portant sur une méthode de mesurage simultané des concentrations en tritium et en carbone 14 dans des échantillons d'eau est justifiée pour le laboratoire d'essai effectuant ces mesurages, parfois exigés par les autorités nationales, car les laboratoires peuvent avoir besoin d'obtenir une accréditation spécifique pour le mesurage des radionucléides dans des échantillons d'eau potable. Ce type de norme doit être utilisé comme méthode de dépistage, jusqu'à ce que l'interférence d'autres émetteurs bêta dans la prise d'essai soit considérée comme négligeable.

L'activité volumique naturelle du tritium et du carbone 14 peut varier en fonction des caractéristiques géologiques et climatiques locales, à un niveau inférieur à 5 Bq/l et 0,1 Bq/l, respectivement. Ces taux de radioactivité peuvent être localement plus élevés si des installations nucléaires rejettent des effluents radioactifs de faible niveau dans l'environnement. Le niveau de référence du tritium et du carbone 14 dans l'eau potable, conformément aux recommandations de l'OMS, est de 10 000 et 100 Bq/l, respectivement.^[4]

NOTE Le niveau de référence est l'activité volumique avec un apport de 2 l/jour d'eau potable pendant 1 an, qui produit une dose efficace de 0,1 mSv/an pour le public, une dose efficace qui représente un très faible niveau de risque qui ne semble pas avoir d'effets nocifs détectables sur la santé.

La présente Norme internationale fait partie d'une série de Normes internationales portant sur des méthodes de mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans des échantillons d'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13168:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58a6522b-1eb3-414a-9ef1-3aaf78f09672/iso-13168-2015>

Qualité de l'eau — Détermination simultanée des activités volumiques du tritium et 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 n'a pas pour but de traiter de 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 s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est indispensable que les essais menés selon la présente Norme internationale soient effectués par un personnel convenablement formé.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode d'essai applicable au mesurage simultané de tritium et de carbone 14 dans des échantillons d'eau par comptage des scintillations en milieu liquide d'une source obtenue en mélangeant l'échantillon d'eau avec un cocktail scintillant hydrophile.

La méthode est considérée comme une méthode de dépistage en raison de la présence potentielle de nucléides interférents dans l'échantillon pour essai.

Elle peut être utilisée pour n'importe quel type d'étude ou de surveillance environnementale.

La présente Norme internationale est applicable à tous les types d'eaux ayant une activité volumique de 5 Bq/l à 10^6 Bq/l (limite supérieure des compteurs à scintillations en milieu liquide pour le comptage direct). Pour des activités volumiques plus élevées, l'échantillon peut être dilué pour obtenir une prise d'essai dans cet intervalle.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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, *Qualité de l'eau — Détermination de l'activité volumique du tritium — Méthode par comptage des scintillations en milieu liquide*

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

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

3 Symboles, définitions et unités

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

β_{\max}	Énergie maximale pour l'émission bêta, en keV
V	Volume de l'échantillon pour essai, en litres
m	Masse de l'échantillon pour essai, en kilogrammes
ρ	Masse volumique de l'échantillon, en kilogrammes par litre
c_{AT}, c_{AC}	Activité volumique, en becquerels par litre, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
a	Activité par unité de masse, en becquerels par kilogramme
A_T, A_C	Activité de la source d'étalonnage, en becquerels, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
t_0	Durée de comptage du bruit de fond, en secondes
t_g	Durée de comptage de l'échantillon, en secondes
t_{sT}, t_{sC}	Durée de comptage de l'échantillon d'étalonnage, en secondes, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
r_{0T}, r_{0C}	Taux de comptage moyen du bruit de fond, par seconde, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
r_{gT}, r_{gC}	Taux de comptage moyen de l'échantillon, par seconde, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
r_{sT}, r_{sC}	Taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage, par seconde, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
$r_{sC \rightarrow T}$	Taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage, par seconde, pour le carbone 14 interférent dans la fenêtre choisie du domaine d'énergie du tritium
ϵ_q	Rendement de détection pour le paramètre d'affaiblissement lumineux q
ϵ	Rendement de détection pour la valeur minimale du paramètre d'affaiblissement lumineux
ϵ_T, ϵ_C	Rendement de détection, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
$\epsilon_{C \rightarrow T}$	Rendement de détection du carbone 14 dans la fenêtre choisie du domaine d'énergie du tritium
χ	Facteur de correction du carbone 14 interférent dans la fenêtre choisie du domaine d'énergie du tritium
f_{qT}, f_{qC}	Facteur d'affaiblissement lumineux, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
$f_{qC \rightarrow T}$	Facteur d'affaiblissement lumineux du carbone 14 interférent dans la fenêtre choisie du domaine d'énergie du tritium
$u(c_{AT})$	Incertitude-type associée au résultat de mesure, en becquerels par litre, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
$u(c_{AC})$	
U	Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(cA)$ où $k = 1, 2, \dots$, en becquerels par litre

C_{AT}^* , C_{AC}^*	Seuil de décision, en becquerels par litre, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
$C_{AT}^\#$, $C_{AC}^\#$	Limite de détection, en becquerels par litre, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
$C_{AT}^<$, $C_{AT}^>$ $C_{AC}^<$, $C_{AC}^>$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre, pour le tritium et le carbone 14, respectivement

4 Principe

L'échantillon pour essai est mélangé avec le cocktail scintillant dans un flacon de comptage pour obtenir un milieu homogène. Les électrons émis par les radionucléides transfèrent leur énergie au milieu scintillant. Les molécules excitées par ce processus retrouvent leur état fondamental en émettant des photons détectés par les photodétecteurs.

Les impulsions électriques émises par les photodétecteurs sont amplifiées, triées (pour éliminer les événements aléatoires) et analysées par les systèmes électroniques et le logiciel d'analyse de données. Le taux de comptage de ces photons permet de déterminer l'activité de l'échantillon pour essai, après correction du taux de comptage du bruit de fond, et le rendement de détection.

Pour déterminer le taux de comptage du bruit de fond, un blanc est préparé de la même manière que l'échantillon pour essai. Le blanc est préparé en utilisant une eau de référence d'activité minimale, parfois également appelée « eau morte ».

Pour déterminer les rendements de détection, il est nécessaire de mesurer un échantillon d'eau ayant des activités de tritium et de carbone 14 connues dans des conditions identiques à celles utilisées pour l'échantillon pour essai. Cette eau doit être un mélange de sources radioactives certifiées ou une dilution de ce mélange réalisée avec l'eau de référence.

Le blanc, l'échantillon pour essai et la source d'étalonnage doivent réunir les conditions suivantes:

- même type de flacon de comptage;
- même géométrie de remplissage;
- même rapport entre l'échantillon pour essai et le cocktail scintillant;
- stabilité de température de l'équipement de détection;
- valeur du paramètre d'affaiblissement lumineux incluse dans la courbe d'étalonnage.

Si des conditions particulières d'affaiblissement lumineux chimique affectent les résultats de mesure, il est recommandé de corriger les données de comptage à l'aide d'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. Il ne doit pas être acide si le carbone 14 présent dans la solution étalon est de type carboné. Cette méthode ne s'applique pas aux échantillons affaiblis par la couleur.

5 Réactifs et matériel

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Réactifs

5.1.1 Eau destinée au blanc

L'eau utilisée pour le blanc doit contenir le moins possible d'impuretés chimiques pour éviter l'affaiblissement lumineux des impuretés radioactives^[5] et doit avoir une activité volumique de tritium et de carbone 14 négligeable par rapport aux activités à mesurer.

Par exemple, un échantillon d'eau ayant une faible activité de tritium et de carbone 14 peut être prélevé dans de l'eau souterraine (profonde) conservée dans un flacon en verre borosilicaté adéquatement scellé, à l'abri de la lumière et à une température contrôlée (ISO 5667-3). Cette eau témoin doit être conservée à une certaine distance de tout matériau contenant du tritium et du carbone 14.

Il est conseillé de garder en réserve une quantité adéquate d'eau témoin et de préparer de petites quantités de travail à partir de celle-ci, en vue d'une utilisation immédiate si nécessaire. Il convient d'éviter toute contamination par le tritium (par exemple, provenant de la vapeur d'eau dans l'air ainsi que de sources de tritium telles que les cadrans lumineux et les chromatographes en phase gazeuse) et le carbone 14 (CO₂ atmosphérique) ou d'autres espèces radioactives.

Déterminer l'activité volumique du tritium et du carbone 14 ($t = 0$), en Bq/l, de cette eau et noter la date ($t = 0$) de cette détermination.

Lorsque l'activité devient non négligeable pour les activités proches de 1 Bq/l, il est nécessaire d'utiliser une eau témoin mesurée de façon à garantir l'«absence» de tritium et de carbone 14. L'activité volumique du tritium dans l'eau témoin peut être déterminée par un enrichissement suivi d'un comptage des scintillations en milieu liquide ou d'après le mesurage de ³He par spectrométrie de masse. Utiliser de préférence de l'eau témoin dont l'activité volumique du tritium est inférieure à 0,5 Bq/l. L'activité volumique du carbone 14 dans l'eau témoin peut être déterminée par des techniques telles que la synthèse du benzène ou par spectrométrie de masse accélérée.

Lorsque le volume d'eau témoin est suffisamment élevé, par exemple 10 l à 20 l, et placé dans des flacons scellés, les activités volumiques du tritium et du carbone 14 devraient rester stables pendant plusieurs années, même s'il est conseillé de déterminer ces activités volumiques à intervalles réguliers, par exemple tous les ans.

5.1.2 Solutions sources d'étalonnage

Pour éviter toute contamination, préparer, dans un lieu approprié éloigné de la zone d'analyse, peser et verser dans une fiole jaugée pesée (par exemple, 100 ml), la quantité requise d'une solution étalon de tritium ([³H]H₂O) concentrée et d'une solution étalon de carbone 14 concentrée, pour que les activités volumiques du tritium et du carbone 14 produisent des comptages suffisants pour atteindre l'incertitude de mesure requise après dilution avec l'eau témoin et mélange complet. Calculer les activités volumiques de la solution source d'étalonnage obtenue ($t = 0$). Noter la date de préparation de la solution étalon ($t = 0$).

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

En cas d'utilisation d'une molécule organique marquée au carbone 14 (par exemple, glucose) dans une solution étalon, l'absence d'effet biologique doit être vérifiée périodiquement.

5.1.3 Solution scintillante

Le cocktail scintillant est choisi en fonction des caractéristiques de l'échantillon à analyser et des propriétés de l'équipement de détection.^[6]

Il est recommandé d'utiliser un cocktail scintillant hydrophile, notamment pour mesurer l'eau environnementale.

Les caractéristiques du cocktail scintillant doivent permettre d'obtenir un mélange homogène et stable au rapport de mélange donné et à la température du système de comptage.

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

Il est recommandé de:

- conserver la solution scintillante à l'abri de la lumière et, en particulier juste avant le comptage, d'éviter toute exposition à la lumière directe du soleil ou à la lumière fluorescente afin d'empêcher toute luminescence interférente, et
- respecter les conditions de conservation spécifiées par le fournisseur du cocktail scintillant.

Il convient d'éliminer les mélanges (cocktail scintillant et échantillon pour essai) comme des déchets chimiques et, selon la radioactivité, comme des déchets radioactifs.

5.1.4 Agent d'affaiblissement lumineux

Exemples d'agents d'affaiblissement lumineux chimique: acétone, composés organochlorés, nitrométhane, etc.

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

5.2 Matériel

Utiliser un matériel de laboratoire, par exemple des pipettes et des balances, permettant d'atteindre les objectifs de qualité des données attendus/convenus, ainsi que la quantification de l'incertitude associée au mesurage.

NOTE Il est essentiel de contrôler la quantité du cocktail scintillant liquide utilisé dans la préparation des sources pour obtenir une qualité de données constante.

5.2.1 Compteur à scintillations en milieu liquide

Le compteur à scintillations en milieu liquide est de préférence équipé d'une fonction de transfert automatique des échantillons. Il est recommandé de l'utiliser à température constante, conformément aux instructions du fabricant. La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale concerne les compteurs à scintillations en milieu liquide couramment utilisés avec des flacons d'une capacité d'environ 20 ml. Lorsque d'autres flacons sont utilisés avec des compteurs appropriés, la méthode décrite doit être adaptée en conséquence.

5.2.2 Flacons de comptage

Il existe différents types de flacons de scintillation, fabriqués à base de divers matériaux. Les plus courants sont les flacons en verre et les flacons en polyéthylène. Les flacons en verre permettent d'effectuer une inspection visuelle du milieu scintillant mais ont un bruit de fond inhérent, en raison de la présence de ^{40}K . Cependant, certains solvants organiques contenus dans les cocktails scintillants se diffusent dans le polyéthylène et accélèrent la dégradation du mélange.

Il existe d'autres types de flacons:

- les flacons en verre à faible teneur en ^{40}K ont un bruit de fond moins élevé que les flacons en verre 'normaux';
- pour déterminer une très faible concentration en tritium, il est fortement recommandé d'utiliser des flacons en polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou en polyéthylène dont la paroi intérieure est revêtue d'une couche interne en PTFE. La diffusion des solvants organiques est ainsi plus lente dans le PTFE que dans le polyéthylène. Ces flacons sont utilisés pour des durées de comptage prolongées, lorsque l'activité à mesurer est très faible.