

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 13168

ISO/TC 147/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2013-07-03

Vote clos le:
2013-10-03

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

ICS: 13.060.60;13.280

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58a6522b-1eb3-414a-9ef1-3aaf78f09672/iso-13168-2015>

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.



Numéro de référence
ISO/DIS 13168:2013(F)

© ISO 2013

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58a6522b-1eb3-414a-9ef1-3aaf78f09672/iso-13168-2015>

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées 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 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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

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	4
5.1 Réactifs	4
5.1.1 Eau destinée au blanc	4
5.1.2 Solutions sources d'étalonnage	5
5.1.3 Solution scintillante	5
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	6
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	7
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	9
8 Expression des résultats	9
8.1 Généralités	9
8.2 Activité volumique du tritium	10
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	12
8.7 Seuil de décision du carbone 14	12
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	13
8.11 Calculs utilisant l'activité par unité de masse	13
9 Rapport d'essai	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 (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'ISO 13168 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58a6522b-1eb3-414a-9ef1-3aaf78f09672/iso-13168-2015>

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, 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.

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 [1].

NOTE Le niveau de référence est l'activité volumique avec un apport de 2 litres/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 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)

Full standard:
<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 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

Le présent document s'applique aux compteurs à scintillations en milieu liquide et requiert la préparation d'une source scintillante obtenue en mélangeant l'échantillon et un cocktail scintillant hydrophile.

Le présent document décrit les conditions de mesurage de l'activité des émetteurs bêta purs par scintillation en milieu liquide adaptées au mesurage simultané du tritium et du carbone 14 dans des échantillons d'eau de l'environnement.

Le présent document est applicable à tous les types d'eaux ayant une activité volumique de 5 Bq.l^{-1} à 10^6 Bq.l^{-1} (limite supérieure des compteurs à scintillations en milieu liquide pour le comptage direct). Il est possible de réaliser une dilution pour obtenir une solution d'activité compatible avec l'instrument de mesure.

Le présent document est applicable aux eaux brutes et aux eaux filtrées selon l'EN 872.

Le domaine de mesure est lié à la méthodologie utilisée : nature de la prise d'essai, préparation du mélange scintillant - prise d'essai, ensemble de mesure.

D'autre part, le domaine de mesure est lié aux niveaux d'activité des autres nucléides interférents présents dans l'échantillon.

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 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 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.*

Guide ISO/CEI 98-3:2008, *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure.*

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

EN 872, *Qualité de l'eau — Dosage des matières en suspension — Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre.*

3 Symboles, définitions et unités

Pour les besoins du présent document, les définitions, symboles et abréviations définis dans l'ISO 80000-10, dans le Guide ISO/CEI 98-3 et dans le Guide ISO/CEI 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	Densité de l'échantillon, en kilogrammes par litre
c_A	Activité volumique, en becquerels par litre
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_s	Durée de comptage de l'échantillon d'étalonnage, en secondes
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 du paramètre d'affaiblissement lumineux q
ε	Rendement de détection de la valeur minimale du paramètre d'affaiblissement lumineux
$\varepsilon_T, \varepsilon_C$	Rendement de détection, pour le tritium et le carbone 14, respectivement
$\varepsilon_{C \rightarrow T}$	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
$f_{qT \rightarrow C}$	Facteur d'affaiblissement lumineux du carbone 14 interférent dans la fenêtre choisie du domaine d'énergie du tritium
$u(c_A)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure ; en becquerels par litre
U	Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(c_A)$ où $k = 1, 2, \dots$, 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

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 une eau ayant des activités de tritium et de carbone 14 connues dans des conditions identiques à celles utilisées pour l'échantillon. 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 d'affaiblissement lumineux indiquant le paramètre inclus dans la courbe d'étalonnage.

NOTE Correction de l'affaiblissement lumineux : si des conditions particulières d'affaiblissement lumineux chimique affectent les résultats de mesure, il est recommandé de corriger le résultat 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, mais 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 [2] 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 (NOTE 1). Déterminer l'activité volumique de tritium et de carbone 14 ($t = 0$), en Bq/l, de cette eau et noter la date ($t = 0$) de cette détermination (voir la NOTE 2).

NOTE 1 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 cadrons lumineux et les chromatographes en phase gazeuse) et le carbone 14 (CO₂ atmosphérique) ou d'autres espèces radioactives.

NOTE 2 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 de 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 de carbone 14 restent stables pendant plusieurs années, même s'il est conseillé de déterminer ces activités volumiques à intervalles réguliers, par exemple tous les ans.