

---

---

**Qualité de l'eau — Tritium — Méthode  
d'essai par comptage des scintillations  
en milieu liquide**

*Water quality — Tritium — Test method using liquid scintillation  
counting*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 9698:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31190b15-0e14-4ecb-9ac5-ccb038cdb70/iso-9698-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31190b15-0e14-4ecb-9ac5-ccb038cdb70/iso-9698-2019>



## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 9698:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31190b15-0e14-4ecb-9ac5-cccb038cdb70/iso-9698-2019>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes, définitions et symboles</b> .....	<b>1</b>
3.1    Termes et définitions.....	1
3.2    Symboles.....	2
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs et équipement</b> .....	<b>3</b>
5.1    Réactifs.....	3
5.1.1    Eau pour l'échantillon à blanc.....	3
5.1.2    Solution de source d'étalonnage.....	4
5.1.3    Solution scintillante.....	4
5.1.4    Agent d'affaiblissement lumineux.....	4
5.2    Équipement.....	5
5.2.1    Généralités.....	5
5.2.2    Compteur à scintillations en milieu liquide.....	5
5.2.3    Flacons de comptage.....	5
<b>6</b> <b>Échantillonnage et échantillons</b> .....	<b>5</b>
6.1    Échantillonnage et transport des échantillons.....	5
6.2    Conservation des échantillons.....	6
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>6</b>
7.1    Préparation des échantillons.....	6
7.1.1    Généralités.....	6
7.1.2    Mode opératoire direct.....	6
7.1.3    Distillation.....	6
7.2    Préparation des sources à mesurer.....	7
7.3    Mode opératoire de comptage.....	7
7.3.1    Généralités.....	7
7.3.2    Vérification et étalonnage.....	7
7.3.3    Conditions de mesurage.....	8
7.3.4    Contrôle des interférences.....	8
<b>8</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>9</b>
8.1    Généralités.....	9
8.2    Calcul de l'activité volumique.....	9
8.3    Seuil de décision.....	11
8.4    Limite de détection.....	11
8.5    Limites de l'intervalle de confiance.....	11
8.6    Calculs utilisant l'activité par unité de masse.....	12
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe A (informative) Applications numériques</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe B (informative) Distillation d'échantillons de volume important</b> .....	<b>14</b>
<b>Annexe C (informative) Méthode de l'étalon interne</b> .....	<b>17</b>
<b>Annexe D (informative) Distillation d'échantillons de faible volume</b> .....	<b>19</b>
<b>Annexe E (informative) Distillation simplifiée</b> .....	<b>22</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>24</b>

## 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](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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](http://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 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](http://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*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 9698:2010), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- approfondissement de l'introduction;
- mise à jour du domaine d'application;
- révision de la préparation des échantillons;
- enrichissement de la Bibliographie.

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

La radioactivité émanant de diverses sources naturelles et anthropiques est partout présente dans l'environnement. Ainsi, les masses d'eau (par exemple, les eaux de surface, les eaux souterraines, les eaux de mer) peuvent contenir des radionucléides d'origine naturelle et/ou d'origine humaine.

- Les radionucléides naturels, y compris  $^{40}\text{K}$ ,  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$ , et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, en particulier  $^{226}\text{Ra}$ ,  $^{228}\text{Ra}$ ,  $^{234}\text{U}$ ,  $^{238}\text{U}$  et  $^{210}\text{Pb}$ , peuvent se trouver dans l'eau pour des raisons naturelles (par exemple, désorption par le sol et lessivage par les eaux pluviales) ou peuvent être libérés par des processus technologiques impliquant des matériaux radioactifs existant à l'état naturel (par exemple, extraction et traitement de sables minéraux ou production et utilisation d'engrais phosphatés).
- Les radionucléides artificiels, tels que les éléments transurinium (américium, plutonium, neptunium, curium),  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{90}\text{Sr}$ , et les radionucléides émetteurs gamma peuvent aussi se trouver dans les eaux naturelles. De petites quantités de ces radionucléides sont déversées dans l'environnement par les installations à cycle de combustible nucléaire en conséquence de leur rejet périodique autorisé. Certains de ces radionucléides utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles sont également rejetés dans l'environnement suite à leur utilisation. Les radionucléides anthropiques peuvent également se trouver 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 en fonction des caractéristiques géologiques et des conditions climatiques locales et peut être renforcée localement et temporairement par des rejets provenant d'installations nucléaires pendant des situations d'exposition prévues, existantes et d'urgence. L'eau potable peut donc contenir des radionucléides à des activités volumiques susceptibles de présenter un risque sanitaire pour la population.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont habituellement contrôlés avant d'être déversés dans l'environnement. Le taux de radioactivité des masses d'eau et des eaux potables est surveillé conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS) de sorte que les actions appropriées puissent être conduites pour garantir l'absence d'effets indésirables sur la santé du public. Conformément à ces recommandations internationales, les législations nationales spécifient généralement des limites de concentration en radionucléides autorisées pour les effluents liquides déversés dans l'environnement ainsi que des limites indicatives concernant les teneurs en radionucléides dans les masses d'eau et les eaux potables dans les situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence. La conformité à ces limites peut être évaluée à partir des résultats de mesure et des incertitudes qui y sont associées, comme spécifié par le Guide ISO/IEC 98-3 et l'ISO 5667-20.

Selon la situation d'exposition, différentes limites et différents niveaux indicatifs entraîneront une action pour réduire le risque sanitaire. À titre d'exemple, durant une situation planifiée ou existante, les lignes directrices de l'OMS concernant la limite indicative dans l'eau potable sont de  $10\,000\text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$  pour l'activité volumique du  $^3\text{H}$ .

NOTE 1 La limite indicative correspond à l'activité volumique pour une consommation de 2 l/d d'eau potable pendant un an, aboutissant à une dose effective de 0,1 mSv/a pour les personnes du public. Cette dose effective présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables pour la santé détectables.

En situation d'urgence nucléaire, les valeurs guide du Codex de l'OMS indiquaient que l'activité volumique ne devait pas dépasser  $1\,000\text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$  pour les aliments destinés aux nourrissons et  $10\,000\text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$  pour les aliments non destinés aux nourrissons, incluant le tritium organiquement lié.

NOTE 2 Les limites indicatives du Codex s'appliquent aux radionucléides contenus dans les aliments destinés à la consommation humaine et commercialisés internationalement, qui ont été contaminés suite à une urgence radiologique ou nucléaire. Ces limites indicatives s'appliquent aux aliments après reconstitution ou tels que préparés pour la consommation, c'est-à-dire des aliments non séchés ou concentrés, et sont fondées sur un niveau d'exemption d'intervention de 1 mSv en un an pour le public (nourrissons et adultes).

Ainsi, il est possible d'adapter la méthode d'essai de façon que les limites caractéristiques, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes garantissent qu'il soit possible de vérifier que les résultats d'essai relatifs à l'activité volumique des radionucléides sont inférieurs aux limites indicatives requises par une autorité nationale soit pour des situations existantes/planifiées, soit pour une situation d'urgence<sup>[6][7]</sup>.

Habituellement, les méthodes d'essai peuvent être ajustées pour mesurer l'activité volumique du ou des radionucléides dans les eaux usées avant entreposage ou dans les effluents liquides avant de les rejeter dans l'environnement. Les résultats d'essai permettront à l'opérateur de l'usine/de l'installation de vérifier que les concentrations d'activité radioactive des eaux usées/des effluents liquides ne dépassent pas les limites autorisées, avant que ceux-ci ne soient rejetés.

La méthode d'essai décrite dans le présent document peut être utilisée dans des situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence ainsi que pour les eaux usées et les effluents liquides, avec des modifications spécifiques qui pourraient augmenter l'incertitude globale, la limite de détection et le seuil de décision.

La méthode d'essai peut être utilisée pour les échantillons d'eau après échantillonnage, manipulation des échantillons et préparation des échantillons soumis à l'essai appropriés (se référer à la partie correspondante de la série ISO 5667).

Le présent document a été élaboré pour répondre au besoin des laboratoires d'essai réalisant ces mesurages, parfois requis par les autorités nationales, car les laboratoires peuvent être soumis à une exigence d'obtenir une accréditation spécifique pour la réalisation de mesures de radionucléides dans des échantillons d'eau potable.

Le présent document fait partie d'un ensemble de Normes internationales relatives aux méthodes d'essai qui traitent du mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans des échantillons d'eau.

**ISO 9698:2019**  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31190b15-0e14-4ecb-9ac5-ccb038cdb70/iso-9698-2019>

# Qualité de l'eau — Tritium — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide

**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 d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des autres restrictions.

**IMPORTANT** — Il est absolument essentiel que les essais menés selon le présent document soient effectués par un personnel convenablement formé.

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de l'activité volumique du tritium dans des échantillons d'eaux de mer, de surface, souterraines et pluviales, d'eaux potables ou d'eau tritiée ( $[^3\text{H}]\text{H}_2\text{O}$ ) dans les effluents par comptage des scintillations en milieu liquide.

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

Dans les conditions techniques adéquates, la limite de détection peut être réduite à  $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ . Les activités volumiques du tritium inférieures à  $10^6 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$  peuvent être déterminées sans dilution de l'échantillon.

ISO 9698:2019

## 2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31190b15-0e14-4ecb-9ac5-ccb038cdb70/iso-9698-2019>

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).

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

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

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/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, définitions et symboles

### 3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans le Guide ISO/IEC 99, le Guide ISO/IEC 98-3, 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 <http://www.electropedia.org/>

**3.1.1 effluent**

eau ou eau usée rejetée par un espace de rétention tel qu'une usine de traitement, un procédé industriel ou un bassin d'épuration

**3.2 Symboles**

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

Symbole	Définition	Unité
$\beta_{max}$	Énergie maximale pour l'émission bêta	keV
$V$	Volume de la prise d'essai	l
$m$	Masse de la prise d'essai	kg
$\rho$	Masse volumique de la prise d'essai	kg·l <sup>-1</sup>
$c_A$	Activité volumique	Bq·l <sup>-1</sup>
$a$	Activité par unité de masse	Bq·kg <sup>-1</sup>
$A$	Activité de la source d'étalonnage	Bq
$n$	Nombre de comptages	
$t_0$	Durée de comptage du bruit de fond	s
$t_g$	Durée de comptage de la prise d'essai	s
$t_s$	Durée de comptage d'étalonnage	s
$r_0$	Taux de comptage du bruit de fond	s <sup>-1</sup>
$r_g$	Taux de comptage de la prise d'essai	s <sup>-1</sup>
$r_s$	Taux de comptage d'étalonnage	s <sup>-1</sup>
$\epsilon$	Rendement de détection	
$f_q$	Facteur d'affaiblissement lumineux	
$u(c_A)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure	Bq·l <sup>-1</sup>
$U$	Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$	Bq·l <sup>-1</sup>
$c_A^*$	Seuil de décision	Bq·l <sup>-1</sup>
$c_A^\#$	Limite de détection	Bq·l <sup>-1</sup>
$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance	Bq·l <sup>-1</sup>

**4 Principe**

La prise d'essai est mélangée au cocktail scintillant dans un flacon de comptage pour obtenir un milieu homogène. Les électrons (particules bêta) 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[8].

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[19][20][21].

Le mesurage direct d'un échantillon d'eau brute par comptage des scintillations en milieu liquide[8] 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.<sup>[22][23][24][25]</sup> Les [Annexes B, D et E](#) décrivent trois modes opératoires de distillation.

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

Pour déterminer le rendement de détection, il est nécessaire de mesurer un échantillon d'eau dont l'activité du tritium est connue dans des conditions identiques à celles utilisées pour la prise d'essai. Cet échantillon d'eau doit être dilué avec l'eau de référence ou doit présenter une activité du tritium traçable utilisable sans dilution.

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

- même cocktail scintillant;
- 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.

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 (voir [7.3.2](#)).

ISO 9698:2019

## 5 Réactifs et équipement

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

### 5.1 Réactifs

#### 5.1.1 Eau pour l'échantillon à blanc

L'eau utilisée pour préparer l'échantillon à blanc doit contenir le moins possible d'impuretés chimiques afin d'éviter l'affaiblissement lumineux et le moins possible d'impuretés radioactives<sup>[26][27]</sup>; son activité volumique de tritium doit être négligeable par rapport aux activités à mesurer.

Par exemple, un échantillon d'eau à faible activité volumique du tritium peut être obtenu à partir d'eau souterraine (profonde) conservée dans une bouteille en verre borosilicaté hermétiquement fermée maintenue à l'obscurité à température contrôlée (voir l'ISO 5667-3). Cet échantillon d'eau à blanc doit être conservé physiquement à l'écart de tout matériau contenant du tritium.

Il est judicieux de conserver une quantité suffisante d'eau de référence et d'en constituer de petites aliquotes prêtes à l'emploi, qui peuvent être utilisées 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.

Déterminer l'activité volumique du tritium, en Bq·l<sup>-1</sup>, de cette eau et noter la date de la détermination.

L'activité devenant non négligeable pour des activités voisines de 1 Bq·l<sup>-1</sup>, 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  $^3\text{He}$  par spectrométrie de masse. Utiliser de préférence une eau de référence ayant une activité volumique du tritium inférieure à  $0,5 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ .

Lorsque le volume d'eau de référence est suffisamment important, par exemple de 10 l à 20 l, et son contenant est bien scellé, l'activité volumique du tritium est supposée rester 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, peser et verser dans une fiole jaugée tarée (de 100 ml par exemple) la quantité requise d'une solution étalon concentrée de tritium ( $[^3\text{H}]\text{H}_2\text{O}$ ), dans un endroit adapté éloigné de la zone dans laquelle les analyses du tritium doivent être effectuées, 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 étalon a été préparée ( $t = 0$ ).

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

Il est recommandé d'adapter la fiole au volume de la source étalon de sorte à ne pas laisser d'air au-dessus de sa surface, afin de réduire autant que possible l'échange de tritium avec l'atmosphère à chaque ouverture de la fiole.

### 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.

Il est conseillé d'utiliser un cocktail scintillant hydrophile pour le mesurage de l'eau environnementale ou des eaux usées.

Les caractéristiques du cocktail scintillant doivent garantir l'obtention d'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 qui permettra d'obtenir un mélange de type gel.

Il est recommandé:

- de conserver le cocktail scintillant à l'obscurité et d'éviter, en particulier juste avant le comptage, 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 agents d'affaiblissement lumineux chimique incluent, par exemple, l'acide nitrique, l'acétone, les composés organochlorés, le nitrométhane, etc.

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

## 5.2 Équipement

### 5.2.1 Généralités

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.

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.

### 5.2.2 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 scintillations en milieu liquide adapté pour le comptage des bas niveaux peut être nécessaire. La méthode spécifiée dans le présent document 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 décrite doit être adaptée en conséquence.

### 5.2.3 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 ont un bruit de fond inhérent qui est dû à la présence de  $^{40}\text{K}$ . 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, à savoir:

- des flacons en verre pauvre en  $^{40}\text{K}$ , 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 à la paroi intérieure revêtue d'une couche de PTFE. 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 comptage.

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 et transport des échantillons

Les conditions d'échantillonnage doivent être conformes à l'ISO 5667-1. La conservation et la manipulation des échantillons d'eau doivent être effectuées conformément à l'ISO 5667-3. Des

informations complémentaires sur l'échantillonnage de différents types d'eaux sont disponibles dans les parties pertinentes de l'ISO 5667.<sup>[9][10][11][12][13][14][15][16]</sup> Des informations complémentaires sur l'assurance qualité de l'échantillonnage de l'eau environnementale et de la manipulation des échantillons sont données dans l'ISO 5667-14<sup>[17]</sup>.

L'échantillon ne doit pas être acidifié 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. Pour éviter de compromettre l'échantillon, il est recommandé d'utiliser des récipients en plastique pour les effluents et des récipients en verre pour les autres types d'échantillons. Les récipients en verre réduisent le risque de contamination croisée. Les récipients en plastique sont moins enclins à se casser et limitent le risque de déversement accidentel d'effluents qui peuvent contenir des radionucléides à des activités volumiques élevées.

Pour les mesurages de faible activité, il est important de réduire le plus possible tout contact entre l'échantillon et l'atmosphère au cours de l'échantillonnage.

Il est recommandé de remplir complètement le récipient, de manière à ne pas laisser d'air au-dessus de l'échantillon d'eau afin de réduire au minimum l'échange de tritium avec l'humidité atmosphérique.

## 6.2 Conservation des échantillons

Si nécessaire, l'échantillon doit être conservé conformément à l'ISO 5667-3. Si la durée d'entreposage dépasse la durée de trois mois recommandée dans l'ISO 5667-3, il est conseillé de conserver les échantillons dans des récipients en verre.

Pour les effluents liquides, il est recommandé de conserver les échantillons ayant des activités volumiques de tritium élevée, moyenne et faible séparément.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31190b15-0e14-4ecb-9ac5-ccb038cdb70/iso-9698-2019>

## 7 Mode opératoire

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31190b15-0e14-4ecb-9ac5-ccb038cdb70/iso-9698-2019>

### 7.1 Préparation des échantillons

#### 7.1.1 Généralités

Il convient que le système qualité du laboratoire intègre un programme de surveillance afin de détecter toute contamination croisée potentielle entre des échantillons de concentrations d'activité fortement variables. Il convient de surveiller la présence de tritium dans l'air ambiant du laboratoire, par exemple en mesurant l'humidité condensée, l'eau de surface à l'air libre d'un flacon ouvert, etc. ou en effectuant des études spécifiques démontrant l'absence de risque de contamination croisée.

Une étape d'enrichissement préalable peut abaisser de manière significative la limite de détection<sup>[27][28][29][30]</sup>.

#### 7.1.2 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'activité d'un échantillon filtré ou centrifugé doit être mesurée, l'élimination des matières en suspension doit être effectuée le plus tôt possible après le prélèvement (voir l'ISO 5667-3).

#### 7.1.3 Distillation

Des exemples de modes opératoires de distillation sont fournis aux [Annexes B, D et E](#).

La distillation doit éviter un fractionnement isotopique.<sup>[31][32]</sup> Le rendement de la méthode de distillation doit être vérifié en analysant une solution étalon de tritium certifiée, ou au moins une eau d'activité volumique connue, dans des conditions identiques à celles de la prise d'essai.