

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
13162

ISO/TC 147/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2021-02-15

Vote clos le:
2021-04-12

Qualité de l'eau — Carbone 14 — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide

*Water quality — Carbon 14 — Test method using liquid scintillation
counting*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 13162](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d15a147f-c4ee-4aeb-8972-e8b18d594a3a/iso-fdis-13162)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d15a147f-c4ee-4aeb-8972-
e8b18d594a3a/iso-fdis-13162](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d15a147f-c4ee-4aeb-8972-e8b18d594a3a/iso-fdis-13162)

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.

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.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/FDIS 13162:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 13162](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d15a147f-c4ee-4aeb-8972-e8b18d594a3a/iso-fdis-13162)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d15a147f-c4ee-4aeb-8972-e8b18d594a3a/iso-fdis-13162>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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

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 Termes, définitions, symboles et abréviations	2
4 Principe	3
5 Échantillonnage et entreposage	4
5.1 Échantillonnage.....	4
5.2 Conservation des échantillons.....	4
6 Réactifs et équipement	4
6.1 Réactifs.....	4
6.1.1 Eau de référence pour l'essai à blanc.....	4
6.1.2 Solution de source d'étalonnage.....	5
6.1.3 Solution scintillante.....	5
6.1.4 Agent d'affaiblissement lumineux.....	5
6.2 Équipement.....	5
7 Mode opératoire	6
7.1 Préparation des échantillons.....	6
7.2 Préparation du flacon de comptage.....	6
7.3 Mode opératoire de comptage.....	6
7.4 Étalonnage et vérification.....	6
7.5 Conditions de mesurage.....	7
8 Expression des résultats	8
8.1 Généralités.....	8
8.2 Calcul de l'activité volumique sans préparation de l'échantillon.....	8
8.3 Calcul de l'activité volumique avec préparation de l'échantillon.....	8
8.4 Seuil de décision.....	9
8.5 Limite de détection.....	9
8.6 Limites des intervalles élargis.....	10
8.6.1 Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique.....	10
8.6.2 Limites de l'intervalle élargi le plus court.....	10
8.7 Calculs utilisant l'activité par unité de masse.....	11
9 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Extraction du carbone total par précipitation de carbonate de calcium	13
Annexe B (informative) Extraction du carbone total : comptage par absorption	17
Annexe C (informative) Méthode de l'étalon interne	20
Annexe D (informative) Applications numériques	22
Bibliographie	24

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (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 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).

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 le lien suivant : www.iso.org/iso/fr/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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13162:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes :

- développement de l'introduction ;
- mise à jour du domaine d'application ;
- mise à jour des références ;
- révision de la préparation des échantillons.

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/members.html.

Introduction

La radioactivité provenant de sources d'origine naturelle et anthropique est présente partout dans l'environnement. Par conséquent, les masses d'eau (par exemple eaux de surface, eaux souterraines, eaux de mer) peuvent contenir des radionucléides d'origine naturelle, d'origine anthropique ou les deux :

- les radionucléides naturels, y compris ^{40}K , ^3H , ^{14}C , et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, en particulier ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{234}U , ^{238}U , ^{210}Po et ^{210}Pb , peuvent se trouver dans l'eau pour des raisons naturelles (par exemple, désorption par le sol et lessivage par les eaux pluviales) ou ils 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), ^3H , ^{14}C , ^{90}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 est variable en fonction des caractéristiques géologiques et des conditions climatiques locales, et peut être renforcée localement et dans le temps par les rejets d'installations nucléaires dans des situations d'exposition planifiée, d'exposition d'urgence et d'exposition existante. L'eau potable peut alors contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique représentant potentiellement un risque sanitaire pour l'Homme.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont habituellement contrôlés avant d'être déversés dans l'environnement [2] et les masses d'eau. La radioactivité des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS) [3] de manière à ce 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 98-3 de l'ISO/IEC et l'ISO 5667-20 [4].

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 $100 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour l'activité volumique de ^{14}C .

NOTE 1 La limite indicative correspond à l'activité volumique pour une consommation de 2 l/j d'eau potable pendant un an, aboutissant à une dose efficace de $0,1 \text{ mSv/a}$ pour les personnes du public. Cette dose efficace présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables pour la santé détectables [3].

En situation d'urgence nucléaire, les limites indicatives Codex de l'OMS [5] spécifient que l'activité volumique de ^{14}C ne devrait pas être supérieure à $10\,000 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ dans les aliments autres que les aliments pour nourrissons.

NOTE 2 Les limites indicatives Codex (LI) 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) [5].

ISO/FDIS 13162:2021(F)

Ainsi, il est possible d'adapter la méthode d'essai de sorte 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 [6] [7].

En général, il est possible d'ajuster les méthodes d'essai pour mesurer l'activité volumique du ou des radionucléides, soit dans les eaux usées avant stockage, soit dans les effluents liquides avant qu'ils ne soient déversés 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 ou les méthodes d'essai décrites dans le présent document peuvent être utilisées 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 et le seuil de détection.

La ou les méthodes d'essai peuvent être utilisées pour des échantillons d'eau après un échantillonnage, une manipulation et une préparation de l'échantillon pour essai adaptés (voir la partie pertinente de la série ISO 5667).

Le présent document a été élaboré pour répondre aux besoins des laboratoires d'essai réalisant ces mesurages, qui sont parfois requis par les autorités nationales, car les laboratoires peuvent être dans l'obligation 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d15a147f-c4ee-4aeb-8972-e8b18d594a3a/iso-fdis-13162>

Qualité de l'eau — Carbone 14 — 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 de ce document d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément au présent document soient exécutés par du personnel titulaire d'une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de mesurage de l'activité volumique de ^{14}C dans tous types d'échantillons d'eau par comptage des scintillations en milieu liquide (CSL), soit directement sur la prise d'essai, soit après séparation chimique.

Cette méthode s'applique aux prises d'essai d'eau de distribution/potable, d'eau de pluie, d'eau de surface et souterraine, d'eau de mer, ainsi que d'eau de refroidissement, d'eau industrielle, d'eaux usées domestiques et industrielles.

La limite de détection dépend du volume d'échantillon de l'instrument utilisé, de la durée de comptage des échantillons, du taux de comptage du bruit de fond, du rendement de détection et de la récupération chimique. La méthode décrite dans le présent document, appliquée avec des compteurs à scintillations en milieu liquide actuellement sur le marché et dans des conditions techniques appropriées, présente une limite de détection de l'ordre de $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$, ce qui est inférieur aux critères de l'OMS pour une consommation sans risque d'eau potable ($100 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$). L'activité volumique de ^{14}C peut être mesurée jusqu'à $10^6 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ sans aucune dilution d'échantillon.

Il incombe à l'utilisateur de s'assurer que la méthode d'essai relative aux échantillons d'eau soumis à essai est valide.

2 Références normatives

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).

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Recommandations relatives à 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 5667-10, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 10: Lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux résiduaires*

ISO 11929-1, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle élargi) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications — Partie 1: Applications élémentaires*

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

ISO/FDIS 13162:2021(F)

ISO 19361, *Mesurage de la radioactivité — Détermination de l'activité des radionucléides émetteurs bêta — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide*

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

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

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

3 Termes, définitions, symboles et abréviations

Pour les besoins du présent document, les définitions, symboles et abréviations donnés dans l'ISO/IEC Guide 99:2007, l'ISO/IEC Guide 98-3:2008, 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 <https://www.electropedia.org/>

β_{\max}	Énergie maximale pour l'émission bêta, en keV	keV
	Volume de l'échantillon pour laboratoire, en litres	l
	Masse de l'échantillon pour laboratoire, en kilogrammes	kg
	Masse volumique de l'échantillon, en kilogrammes par litre	kg l ⁻¹
	Activité volumique, en becquerels par litre	Bq l ⁻¹
	Activité par unité de masse, en becquerels par kilogramme	Bq kg ⁻¹
A	Activité de la source d'étalonnage, en becquerels	Bq
A_s	Activité de la solution d'étalon interne, en becquerels	Bq
n	Nombre de comptages	-
N_0	Nombre d'impulsions comptées pour l'essai à blanc	-
t_0	Durée de comptage de l'essai à blanc, en secondes	s
N_g	Nombre d'impulsions comptées pour l'échantillon	-
	Durée de comptage de l'échantillon, en secondes	s
	Durée de comptage pour l'étalonnage, en secondes	s
	Taux de comptage de l'essai à blanc, par seconde	s ⁻¹
	Taux de comptage de la prise d'essai, par seconde	s ⁻¹
	Taux de comptage pour l'étalonnage, par seconde	s ⁻¹
	Rendement de détection	-
Q	Paramètre d'affaiblissement lumineux	-
	Facteur d'affaiblissement lumineux	-
	Rendement de détection au paramètre d'affaiblissement lumineux Q	-
	Récupération chimique	-
	Masse de carbone total dans l'échantillon, en kilogrammes	kg
	Masse de carbone dans le précipité, en kilogrammes	kg
	Masse de carbone dans l'élément entraîneur, en kilogrammes	kg
	Masse de carbone échantillon dans le précipité, en kilogrammes	kg

	Incertitude-type associée au résultat de mesure, en becquerels par litre	Bq l ⁻¹
	Incertitude-type relative	-
	Valeur vraie de , en becquerels par litre	Bq·l ⁻¹
	Incertitude-type de , en becquerels par litre	Bq·l ⁻¹
	Probabilité de prise d'une décision respectivement positive fausse et négative fausse	-
$k_{1-\alpha}$	Quantile de la distribution normale réduite pour la probabilité 1- α	-
$k_{1-\beta}$	Quantile de la distribution normale réduite pour la probabilité 1- β	-
	Seuil de décision, en becquerels par litre	Bq l ⁻¹
	Limite de détection, en becquerels par litre	Bq l ⁻¹
	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique, en becquerels par litre	Bq l ⁻¹
$\gamma/2$	Probabilité pour que le paramètre à déterminer soit inférieur à ou supérieur à	
$1 - \gamma$	Probabilité pour l'intervalle élargi du paramètre à déterminer	-
	Fonction de répartition de la distribution normale réduite	-
ω	Fonction de répartition de la distribution normale réduite de /	-
k_p, k_q	Quantiles de la distribution normale réduite pour les probabilités p et q , respectivement	-
	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi le plus court, en becquerels par litre	Bq l ⁻¹
U	Incertitude élargie, calculée par avec $k = 1, 2, \dots$, en becquerels par litre	Bq·l ⁻¹

4 Principe

(standards.iteh.ai)

La méthode décrite vise à mesurer ¹⁴C dans des échantillons d'eau par comptage direct des scintillations en milieu liquide. Les principes généraux de cette méthode sont décrits dans l'ISO 19361.

Cette détermination directe s'applique à l'analyse d'échantillons d'eau pouvant produire un mélange homogène composé de la prise d'essai et d'un cocktail scintillant approprié.

La méthode de comptage direct des scintillations en milieu liquide ne s'applique pas aux eaux contenant des micelles ou de grosses molécules organiques (par exemple, lipides, acide fulvique, acide humique, etc.) qui ne forment pas de mélanges homogènes avec les cocktails scintillants. Dans ces cas-là, il existe un risque que le rayonnement bêta soit atténué. Cela affaiblit le rendement de détection du système et, par conséquent, les résultats peuvent s'en trouver sous-évalués. Pour ces échantillons, la détermination du ¹⁴C nécessite un traitement chimique supplémentaire (tel qu'une oxydation chimique ou une combustion). Des exemples de méthodes avec préparation chimique sont décrits dans les [Annexes A](#) et [B](#).

Le choix du mode opératoire d'analyse (avec ou sans préparation chimique de l'échantillon d'eau avant la détermination) dépend de l'objectif du mesurage et des caractéristiques de l'échantillon [17] [18] [19] [20].

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

Pour déterminer le taux de comptage du 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, parfois appelée « eau morte ».

Pour déterminer le rendement de détection, il est nécessaire de mesurer un échantillon d'eau ayant une activité de ¹⁴C connue, dans des conditions identiques à celles utilisées pour la prise d'essai. Cette eau doit être une dilution du mélange réalisé avec de l'eau de référence, ou une eau avec une activité de ¹⁴C traçable, utilisable sans dilution.

Lorsque l'affaiblissement lumineux chimique est susceptible d'affecter les résultats de mesure, il est nécessaire de corriger les données de comptage à l'aide d'une courbe d'affaiblissement lumineux (voir 7.4).

5 Échantillonnage et entreposage

5.1 Échantillonnage

Les conditions d'échantillonnage et de manipulation doivent être conformes à l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-3 et l'ISO 5667-10. Des recommandations sont données pour les différents types d'eau aux Références [8] à [15].

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. La basification de l'échantillon est recommandée, par exemple de manière à obtenir un pH compris entre 8 et 9.

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 de réduire au minimum tout contact entre l'échantillon et l'atmosphère au cours de l'échantillonnage.

5.2 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/FDIS 13162
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d15a147f-c4ee-4aeb-8972-e8b18d594a3a/iso-fdis-13162>

6 Réactifs et équipement

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

6.1 Réactifs

6.1.1 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, bien qu'elle puisse avoir une faible activité volumique de ^{14}C au moment où 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 de ^{14}C (voir 6.1.2). Déterminer (voir 7.4) l'activité volumique de ^{14}C de cette eau, en becquerels par litre, et noter la date 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 $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$, il est nécessaire d'utiliser une eau ayant une très faible activité volumique comme eau de référence.

6.1.2 Solution de source d'étalonnage

Pour éviter une contamination croisée, préparer la solution de source d'étalonnage dans un endroit adapté, suffisamment éloigné de la zone dans laquelle les analyses de ^{14}C doivent être effectuées. Transférer une quantité connue de solution étalon aqueuse de ^{14}C dans une fiole jaugée (par exemple, d'une capacité de 100 ml). Compléter au trait avec l'eau de référence pour l'essai à blanc et bien mélanger. La solution de source d'étalonnage doit présenter une activité de ^{14}C suffisante, de sorte que, lorsqu'elle est utilisée pour préparer les sources de comptage, un taux de comptage approprié soit obtenu pour atteindre l'incertitude de mesure requise. Calculer l'activité volumique de ^{14}C dans la solution de source d'étalonnage obtenue, en becquerels par litre. Noter la date à laquelle la solution étalon a été préparée, afin de suivre son vieillissement.

Il est recommandé de sélectionner la taille du récipient contenant la solution de source d'étalonnage de manière à réduire au minimum le volume d'air au-dessus de la solution, et donc de réduire au minimum l'échange de ^{14}C avec l'atmosphère à chaque ouverture du récipient.

6.1.3 Solution scintillante

Choisir le cocktail scintillant en fonction des caractéristiques de la prise d'essai à analyser (par exemple, en précipité ou alcaline) et en fonction des propriétés de l'équipement de détection [21] [22].

Il est recommandé d'utiliser un cocktail scintillant hydrophile pour le mesurage direct d'eau environnementale ou d'eaux usées.

Les caractéristiques du cocktail scintillant doivent garantir que le mélange est homogène et stable pour le 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 permettant d'obtenir un mélange de type gel.

Il est recommandé de :

- conserver le cocktail scintillant à l'obscurité et ce, en particulier, juste avant le comptage ;
- éviter 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 de cocktail scintillant et de prise d'essai comme des déchets chimiques, et, en fonction des niveaux de radioactivité, il peut être nécessaire d'éliminer ces mélanges comme des déchets radioactifs.

6.1.4 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.

6.2 Équipement

Utiliser l'équipement spécifié dans l'ISO 19361.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des échantillons

Pour la détermination directe de ^{14}C dans un échantillon brut, le mesurage de la prise d'essai est généralement réalisé sans séparation s'il provient d'une eau peu chargée en matières en suspension. Si l'on désire mesurer l'activité d'un échantillon filtré ou centrifugé, il doit être procédé à la séparation le plus tôt possible après le prélèvement.

Pour le mesurage d'échantillons hautement alcalins (pH supérieur à 9) présentant un faible niveau d'activité de ^{14}C , extraire le carbone de l'échantillon (par exemple, voir [Annexe A](#)).

7.2 Préparation du flacon de comptage

La prise d'essai et le cocktail scintillant sont transférés en quantité connue dans un flacon de comptage.

Après fermeture, agiter vigoureusement le flacon pour homogénéiser le mélange.

L'identification du flacon doit être notée sur la partie supérieure du couvercle. L'échantillon peut nécessiter d'être entreposé avant le comptage afin de permettre la dissipation des effets de photoluminescence ou d'électricité statique. Le temps d'entreposage dépend du mélange scintillant, de la stabilité du mélange et de la nature de l'échantillon. Il est recommandé de procéder au mesurage dès que les effets de photoluminescence ou d'électricité statique ont atteint un niveau négligeable (par exemple, 12 h).

Pour réduire les effets de photoluminescence, il est recommandé de réaliser les opérations mentionnées ci-dessus sous lumière tamisée (de préférence, éclairage fourni par une source incandescente ou une lumière rouge). De plus, il convient d'éviter toute exposition directe à la lumière du soleil ou à une lumière fluorescente.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 13162

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d15a147f-c4ee-4aeb-8972-e8b18d594a3a/iso-fdis-13162>

7.3 Mode opératoire de comptage

Les conditions de mesurage de la prise d'essai et de l'essai à blanc (durée de mesurage, nombre de cycles ou répétitions) sont déterminées en fonction de l'incertitude et de la limite de détection recherchées.

7.4 Étalonnage et vérification

Le contrôle statistique du système de détection et sa surveillance doivent être assurés par le mesurage de flacons de référence (par exemple, un jeu de flacons scellés à la flamme pour le contrôle du taux de comptage de l'essai à blanc, du rendement au ^3H et du rendement au ^{14}C). Ceux-ci sont généralement fournis par le vendeur de l'équipement. Des cartes de contrôle peuvent être établies conformément à l'ISO 7870-2 [\[16\]](#).

Le mesurage de l'eau de référence pour l'essai à blanc est réalisé avant chaque mesure ou chaque série de mesures d'échantillons, dans les conditions représentatives de chaque type de mesurage ([Article 4](#)).

Il est essentiel d'établir une courbe d'affaiblissement lumineux pour chaque type de matrice mesuré. La courbe d'affaiblissement lumineux n'est valable que pour :

- un type donné de matériel de mesure ;
- un type donné de cocktail scintillant ;
- des proportions données entre le cocktail scintillant et la prise d'essai ;
- une fenêtre d'énergie donnée ;
- une matrice donnée, par exemple de l'eau, un précipité, du CO_2 absorbé, une solution de Na_2CO_3 , etc.