
**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*

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 13168:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a20092f1-3b55-4e69-a2fb-b7d7042f7067/iso-13168-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a20092f1-3b55-4e69-a2fb-b7d7042f7067/iso-13168-2023>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 13168:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a20092f1-3b55-4e69-a2fb-b7d7042f7067/iso-13168-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a20092f1-3b55-4e69-a2fb-b7d7042f7067/iso-13168-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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 et symboles	2
3.1 Termes et définitions	2
3.2 Symboles	2
4 Principe	4
5 Échantillonnage et conservation des échantillons	5
5.1 Échantillonnage	5
5.2 Conservation des échantillons	5
6 Réactifs et équipement	5
6.1 Réactifs	5
6.1.1 Eau destinée au blanc	5
6.1.2 Solutions sources d'étalonnage	6
6.1.3 Solution scintillante	6
6.1.4 Agent d'affaiblissement lumineux	6
6.2 Matériel	6
7 Mode opératoire	7
7.1 Préparation de l'échantillon	7
7.2 Préparation du flacon de comptage	7
7.3 Mode opératoire de comptage	7
7.4 Contrôle et étalonnage	7
7.5 Conditions du mesurage	8
7.6 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	11
8.5 Incertitude-type composée du carbone 14	12
8.6 Seuil de décision du tritium	12
8.7 Seuil de décision du carbone 14	12
8.8 Limite de détection du tritium	13
8.9 Limite de détection du carbone 14	13
8.10 Limites des intervalles élargis	13
8.10.1 Limites de l'intervalle élargi à symétrie probabiliste	13
8.10.2 Limite inférieure de l'intervalle élargi le plus court	14
8.11 Calculs utilisant l'activité par unité de masse	14
9 Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Exemple	16
Bibliographie	18

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

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/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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 13168:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications apportées à l'édition précédente sont les suivantes:

- développement de l'introduction;
- mise à jour des Références normatives;
- mise à jour 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.

Introduction

Les radionucléides sont présents partout dans l'environnement. Dès lors, les masses d'eau (par exemple les eaux de surface, les eaux souterraines, les eaux de mer) contiennent des radionucléides d'origine naturelle ou anthropique:

- les radionucléides naturels, y compris ^3H , ^{14}C , ^{40}K et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment ^{210}Pb , ^{210}Po , ^{222}Rn , ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{227}Ac , ^{232}Th , ^{231}Pa , ^{234}U ou ^{238}U peuvent se trouver dans l'eau en raison de processus naturels (par exemple, la désorption par le sol ou le lessivage par les eaux pluviales) ou bien ils peuvent être libérés par des procédés technologiques mettant en œuvre des matières radioactives existant à l'état naturel (par exemple, l'extraction minière, le traitement de sables minéraux, la production de carburant, de gaz ou de charbon, le traitement des eaux et la production et l'utilisation d'engrais phosphatés);
- les radionucléides engendrés par l'activité humaine, tels que ^{55}Fe , ^{59}Ni , ^{63}Ni , ^{90}Sr , ^{99}Tc , mais aussi des éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium) et certains radionucléides émetteurs gamma tels que ^{60}Co et ^{137}Cs peuvent également être présents dans les eaux naturelles. De petites quantités de radionucléides sont rejetées dans l'environnement par les installations du cycle du combustible lors des rejets périodiques autorisés. Les radionucléides dans les effluents liquides font généralement l'objet de contrôles avant d'être rejetés dans l'environnement^[1] et les masses d'eau. Des radionucléides, utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles, sont également libérés dans l'environnement après usage. Les radionucléides d'origine anthropiques sont aussi présents 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^{[2][3]}. L'eau potable est alors susceptible de contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique qui peuvent présenter un risque sanitaire. L'Organisation mondiale de la santé (OMS) recommande une surveillance régulière de la radioactivité des eaux potables^[4] et la mise en place d'actions adéquates si besoin est afin de limiter le plus possible le risque pour la santé humaine.

Les législations nationales spécifient généralement les limites autorisées d'activité volumique dans les eaux potables, les masses d'eau et les effluents liquides rejetés dans l'environnement. Ces limites sont susceptibles de varier dans le cas de situations d'exposition planifiée, existante ou d'urgence. À titre d'exemple, pendant une situation planifiée ou existante, la valeur de référence de l'OMS pour l'activité volumique dans l'eau potable est de $10\,000\text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ ^[4] pour ^3H et de $100\text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour ^{14}C , voir NOTE 1 et 2. La conformité à ces limites peut être évaluée à partir des résultats de mesure d'échantillons d'eau et des incertitudes qui y sont associées, tel que précisé par le Guide ISO/IEC 98-3 et l'ISO 5667-20^[5].

NOTE 1 Si cette valeur n'est pas précisée dans l'Annexe 6 de la Référence [4], elle est calculée à l'aide de l'équation donnée dans la Référence [4] et du coefficient de dose des Références [6] et [7].

NOTE 2 La limite indicative calculée par la Référence [4] correspond à l'activité volumique pour une consommation de $2\text{ l}\cdot\text{j}^{-1}$ d'eau potable pendant un an à une dose effective de $0,1\text{ mSv}\cdot\text{a}^{-1}$ pour un individu moyen. Cette dose effective présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables et détectables pour la santé^[4].

La méthode détaillée dans le présent document a pour objectif de répondre aux besoins des laboratoires déterminant ^3H et ^{14}C dans des échantillons d'eau.

La méthode décrite dans le présent document est applicable à divers types d'eaux (voir l'Article 1). Il est possible d'apporter des modifications mineures, par exemple au volume d'un échantillon ou à la durée de comptage, afin de s'assurer que la limite caractéristique, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes sont inférieures aux limites requises. Ces modifications peuvent être effectuées dans le cadre d'une situation d'urgence, de limites indicatives nationales inférieures et d'obligations opérationnelles, etc.

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 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 la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de déterminer si toute autre restriction est applicable.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient effectués par du personnel qualifié.

1 Domaine d'application

Le présent document expose une méthode d'essai applicable au mesurage simultané de ^3H et de ^{14}C 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 décrite dans le présent document est dite de «dépistage», en raison de la présence potentielle de radionucléides interférents dans l'échantillon pour essai. S'il est admis que l'échantillon ne contient pas ces interférents, ^3H et ^{14}C peuvent être mesurés quantitativement.

Cette méthode peut être utilisée pour n'importe quel type d'étude de l'environnement ou de suivi environnemental.

Elle est également applicable aux mesures des échantillons pour essai d'eau de distribution et/ou 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 dont l'activité volumique est comprise entre $5 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ et $10^6 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ (limite supérieure des compteurs à scintillations en milieu liquide pour le comptage direct). Pour des activités volumiques plus élevées, l'échantillon pour essai peut être dilué afin d'obtenir une prise d'essai comprise dans cet intervalle.

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).

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)*

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

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 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 du Guide ISO/IEC 98-3:2008, du Guide ISO/IEC 99:2007 et de l'ISO 80000-10 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/>

3.2 Symboles

Pour les besoins du présent document, les symboles et abréviations du Guide ISO/IEC 98-3:2008, du Guide ISO/IEC 99:2007 et de l'ISO 80000-10 ainsi que les suivants s'appliquent.

Symbole	Description	Unité
V	Volume d'échantillon	l
m	Masse de l'échantillon	kg
ρ	Masse volumique de l'échantillon	kg·l ⁻¹
c_{AT}	Activité volumique pour le ³ H	Bq·l ⁻¹
c_{AC}	Activité volumique pour le ¹⁴ C	Bq·l ⁻¹
a	Activité par unité de masse	Bq·kg ⁻¹
A_T	Activité de la source d'étalonnage, en becquerel, pour le ³ H	Bq
A_C	Activité de la source d'étalonnage, en becquerel, pour le ¹⁴ C	Bq
t	Durée de mesure	s
t_0	Durée de comptage du bruit de fond	s
t_g	Durée de comptage de l'échantillon	s
t_{sT}	Durée de comptage de l'échantillon d'étalonnage pour le ³ H	s
t_{sC}	Durée de comptage de l'échantillon d'étalonnage pour le ¹⁴ C	s
r_{0T}	Taux de comptage moyen du bruit de fond pour le ³ H	s ⁻¹
r_{0C}	Taux de comptage moyen du bruit de fond pour le ¹⁴ C	s ⁻¹
r_{gT}	Taux de comptage moyen de l'échantillon pour le ³ H	s ⁻¹
r_{gC}	Taux de comptage moyen de l'échantillon pour le ¹⁴ C	s ⁻¹
r_{sT}	Taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage pour le ³ H	s ⁻¹
r_{sC}	Taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage pour le ¹⁴ C	s ⁻¹
$r_{sC \rightarrow T}$	Taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage pour le ¹⁴ C dans la fenêtre du ³ H	s ⁻¹
ε	Efficacité de comptage déterminée avec la valeur minimale du paramètre d'affaiblissement lumineux	—
Q	Paramètre d'affaiblissement lumineux	—

Symbole	Description	Unité
f_q	Facteur d'affaiblissement lumineux	—
ε	Efficacité de comptage déterminée pour l'échantillon d'étalonnage en l'absence d'agent d'affaiblissement lumineux	—
ε_Q	Efficacité de comptage pour le paramètre d'affaiblissement lumineux Q	—
ε_T	Rendement de détection pour le ^3H	—
ε_C	Rendement de détection le ^{14}C	—
$\varepsilon_{C \rightarrow T}$	Rendement de détection du ^{14}C dans la fenêtre choisie du domaine d'énergie du ^3H	—
χ	Facteur de correction du ^{14}C interférent dans la fenêtre choisie du domaine d'énergie du ^3H	—
f_{qT}	Facteur d'affaiblissement lumineux pour le ^3H	—
f_{qC}	Facteur d'affaiblissement lumineux pour le ^{14}C	—
$f_{qC \rightarrow T}$	Facteur d'affaiblissement lumineux du ^{14}C interférent dans la fenêtre choisie du domaine d'énergie du ^3H	—
$u(c_{AT})$	Incertitude-type associée au résultat de mesure pour le ^3H	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$u(c_{AC})$	Incertitude-type associée au résultat de mesure pour le ^{14}C	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
u_{rel}	Incertitude-type relative	—
\tilde{c}_A	Valeurs vraies possibles ou présumées du mesurande	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$\tilde{u}(\tilde{c}_A)$	Incertitude-type de l'estimateur c_A en fonction d'une valeur vraie supposée c_A du mesurande	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
α	Probabilité de faux positif	—
β	Probabilité de faux négatif	—
β_{max}	Énergie maximale pour l'émission bêta	keV
$1 - \gamma$	Probabilité associée à l'intervalle élargi du mesurande	—
k_p	Quantiles de la loi normale centrée réduite pour les probabilités p (par exemple, $p = 1 - \alpha$, $1 - \beta$ ou $1 - \gamma/2$)	—
k_q	Quantiles de la loi normale centrée réduite pour les probabilités q (par exemple, $q = 1 - \alpha$, $1 - \beta$ ou $1 - \gamma/2$)	—
λ	Constante de désintégration de l'isotope (par exemple: $\lambda_{215\text{Po}}$ est la constante de désintégration de ^{215}Po)	—
c_{AT}^*	Seuil de décision pour le ^3H	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
c_{AC}^*	Seuil de décision pour le ^{14}C	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_{AT}^\#$	Limite de détection pour le ^3H	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_{AC}^\#$	Limite de détection pour le ^{14}C	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_{AT}^<$	Limite inférieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique pour le ^3H	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_{AT}^>$	Limite supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique pour le ^3H	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_{AC}^<$	Limite inférieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique pour le ^{14}C	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_{AC}^>$	Limite supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique pour le ^{14}C	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$\gamma/2$	Probabilité que le mesurande soit inférieur à $c_A^<$ ou supérieur à $c_A^>$	—
Φ	Fonction de répartition de la loi normale centrée réduite	—
ω	Fonction de répartition de la loi normale centrée réduite de $c_A / u(c_A)$	—
$c_{AT}^<$	Limite inférieure de l'intervalle élargi le plus court pour le ^3H	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_{AT}^>$	Limite supérieure de l'intervalle élargi le plus court pour le ^3H	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$

Symbole	Description	Unité
$c_{AC}^<$	Limite inférieure de l'intervalle élargi le plus court pour le ^{14}C	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_{AC}^>$	Limite supérieure de l'intervalle élargi le plus court pour le ^{14}C	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
U	Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(c_A)$ avec $k = 1, 2, \text{etc.}$	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$

4 Principe

Cette méthode s'applique à la mesure du tritium et du carbone 14 dans des échantillons d'eau par comptage direct des scintillations en milieu liquide. Les principes généraux de la mesure des radionucléides émetteurs bêta par comptage des scintillations en milieu liquide sont décrits dans la norme ISO 19361.

Cette détermination directe est applicable à l'analyse d'échantillons d'eau dont la prise d'essai peut former un mélange homogène avec 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 des lipides, de l'acide fulvique ou de l'acide humique) qui ne forment pas des mélanges homogènes avec des cocktails scintillants. Le comptage de telles eaux présenterait un risque d'atténuation des rayonnements bêta, réduisant l'efficacité de comptage du système et entraînant donc potentiellement une sous-estimation des résultats. Pour ces échantillons, la détermination de ^3H et de ^{14}C requiert un traitement chimique supplémentaire (comme la distillation dans le cas du mesurage de ^3H , ou bien l'oxydation chimique ou la combustion, pour le mesurage de ^{14}C).

Une condition préalable à la détermination directe de ^3H et de ^{14}C dans un échantillon d'eau est l'absence, ou une contribution négligeable, d'autres radionucléides émetteurs de rayonnements bêta, tels que le ^{90}Sr et certains descendants des isotopes du radium. Lorsque la teneur en radionucléides de l'échantillon est inconnue, la méthode spécifiée dans le présent document ne fournit qu'une activité équivalente en carbone 14 pour l'échantillon.

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 appelée «eau morte».

Pour déterminer les rendements de détection, il est nécessaire de mesurer un échantillon d'eau dont les activités de ^3H et de ^{14}C sont 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.

Les conditions à respecter pour le blanc, l'échantillon pour essai et la source d'étalonnage sont les suivantes:

- utilisation du même type de flacon de comptage;
- utilisation de la même géométrie de remplissage;
- utilisation du 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 qui appartient à la courbe d'étalonnage.

Lorsqu'un affaiblissement lumineux chimique peut 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](#)).