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

*Measurement of radioactivity — Determination of beta emitters
activities — Test method using liquid scintillation counting*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Symboles, abréviations et unités	2
5 Principe	2
6 Réactifs et matériel	3
6.1 Réactifs	3
6.1.1 Matériau témoin	3
6.1.2 Solutions sources d'étalonnage	3
6.1.3 Solution scintillante	4
6.1.4 Agent d'affaiblissement lumineux	4
6.2 Matériel	4
6.2.1 Généralités	4
6.2.2 Compteur à scintillations en milieu liquide	5
6.2.3 Flacons de comptage	5
7 Échantillonnage et échantillons	5
7.1 Échantillonnage	5
7.2 Conservation des échantillons	6
8 Mode opératoire	6
8.1 Détermination du bruit de fond	6
8.2 Détermination du rendement de détection	6
8.3 Correction de l'affaiblissement lumineux	6
8.4 Préparation de l'échantillon	7
8.5 Préparation des sources scintillantes à mesurer	7
8.6 Mode opératoire de comptage	8
8.6.1 Contrôle et étalonnage	8
8.6.2 Conditions du mesurage	8
8.6.3 Contrôle des interférences	8
9 Expression des résultats	9
9.1 Généralités	9
9.2 Calcul de l'activité volumique, sans préparation	9
9.3 Seuil de décision, sans préparation	10
9.4 Limite de détection, sans préparation	10
9.5 Limites de l'intervalle de confiance, sans préparation	11
9.6 Calculs utilisant l'activité par unité de masse, sans préparation	11
10 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Méthode de l'étalon interne	13
Annexe B (informative) Comptage des scintillations en milieu liquide selon la méthode RCTD	15
Annexe C (informative) Mesurage Cerenkov à l'aide de compteurs CSL et RCTD	18
Bibliographie	21

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/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 85, *Énergie nucléaire, technologies nucléaires et radioprotection*, sous-comité SC 2, *Radioprotection*.

Introduction

Tout individu est exposé à des rayonnements naturels. Les sources naturelles de rayonnement sont les rayons cosmiques et les substances radioactives naturelles présentes dans la Terre et à l'intérieur du corps humain. Les activités anthropiques impliquant l'utilisation de rayonnements et de substances radioactives s'ajoutent à l'exposition aux rayonnements en plus de l'exposition naturelle. Certaines de ces activités, dont l'exploitation minière et l'utilisation de minerais contenant des matières radioactives naturelles (MRN) ainsi que la production d'énergie par combustion du charbon contenant ces substances, augmentent simplement l'exposition des sources naturelles de rayonnement. Les centrales nucléaires et autres installations nucléaires utilisent des matières radioactives et produisent des effluents et des déchets radioactifs au moment de leur fonctionnement et de leur déclassement. L'utilisation de matières radioactives dans les domaines de l'industrie, de l'agriculture et de la recherche connaît un essor mondial.

Toutes ces activités anthropiques provoquent des expositions aux rayonnements qui ne représentent qu'une petite fraction du niveau moyen d'exposition naturelle dans le monde. Dans les pays développés, l'utilisation de rayonnements à des fins médicales est la source artificielle d'exposition aux rayonnements la plus importante et croissante. Elle comprend la radiologie diagnostique, la radiothérapie, la médecine nucléaire et la radiologie interventionnelle.

L'exposition aux rayonnements découle également d'activités professionnelles. Elle est subie par les employés des secteurs de l'industrie, de la médecine et de la recherche qui utilisent des rayonnements ou des substances radioactives, ainsi que par les passagers et le personnel navigant pendant les voyages aériens et par les astronautes. Le niveau moyen des expositions professionnelles est généralement inférieur au niveau moyen mondial des expositions naturelles aux rayonnements^[13].

Du fait de l'utilisation croissante des rayonnements, le risque potentiel pour la santé et les préoccupations du public augmentent. Ainsi, toutes ces expositions sont régulièrement évaluées pour: (1) mieux connaître les niveaux mondiaux et les tendances temporelles de l'exposition du public et des travailleurs, (2) évaluer les composantes de l'exposition afin de mesurer leur importance relative, et (3) identifier les nouveaux enjeux susceptibles de nécessiter plus d'attention et de vigilance. Alors que les doses reçues par les travailleurs sont majoritairement mesurées directement, celles reçues par le public sont généralement évaluées par des méthodes indirectes utilisant des mesures de la radioactivité obtenues sur différentes sources: déchets, effluents et/ou échantillons d'environnement.

Pour s'assurer que les données obtenues dans le cadre des programmes de contrôle de la radioactivité permettent leur utilisation prévue, il est essentiel que les parties prenantes (par exemple, opérateurs de sites nucléaires, organismes réglementaires et autorités locales) se mettent d'accord sur les méthodes et les modes opératoires appropriés pour obtenir des échantillons représentatifs puis pour manipuler, stocker, préparer et mesurer les échantillons pour essai. Une évaluation de l'incertitude de mesure globale doit également être effectuée systématiquement. Il est essentiel de disposer de données fiables, comparables et adaptées pour prendre une décision de santé publique fondée sur des mesures de la radioactivité. Les normes internationales et les méthodes d'essai des radionucléides validées sont donc un outil important pour produire de tels résultats de mesure. L'application de normes sert également à garantir la comparabilité dans le temps des résultats d'essai et entre différents laboratoires d'essai qui peuvent appliquer ces normes pour démontrer leurs compétences techniques et réaliser des essais d'aptitude lors de comparaisons interlaboratoires, deux préalables à l'obtention de l'accréditation nationale. Aujourd'hui, plus d'une centaine de normes internationales, élaborées par les comités techniques de l'Organisation internationale de normalisation, y compris celles préparées par l'ISO/TC 85, et par la Commission électrotechnique internationale (IEC), sont disponibles afin d'être appliquées par les laboratoires d'essai pour mesurer les principaux radionucléides.

Les normes génériques aident les laboratoires d'essai à maîtriser leur processus de mesure en définissant les exigences générales et des méthodes d'étalonnage et de validation des techniques. Ces normes étayent les normes spécifiques qui décrivent les méthodes d'essai que le personnel doit

effectuer, par exemple, pour différents types d'échantillon. Les normes spécifiques s'appliquent aux méthodes d'essai pour:

- les radionucléides naturels (notamment ^{40}K , ^3H , ^{14}C et ceux issus de la chaîne de désintégration du thorium et de l'uranium, en particulier ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{234}U , ^{238}U , ^{210}Pb), qui peuvent être présents dans n'importe quelle matière d'origine naturelle ou qui peuvent être produits par des processus technologiques impliquant des matières radioactives naturelles (par exemple, extraction et traitement des sables minéraux ou production et utilisation d'engrais phosphaté;
- les radionucléides artificiels, notamment les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr et les radionucléides émetteurs gamma présents dans les déchets, les effluents liquides et gazeux et les matrices environnementales (eau, air, sol, biote) et les aliments en raison de rejets autorisés dans l'environnement et de retombées résultant de l'explosion dans l'atmosphère de dispositifs nucléaires et d'accidents tels que survenus à Tchernobyl et Fukushima.

Bon nombre de ces radionucléides sont des émetteurs bêta qui peuvent être mesurés par comptage des scintillations en milieu liquide, à la suite d'une préparation appropriée des échantillons.

Une Norme internationale générique sur le comptage des scintillations en milieu liquide est justifiée pour les laboratoires d'essai effectuant les mesurages d'émetteurs bêta à l'appui des exigences des autorités nationales. Par exemple, les laboratoires d'essai ont besoin d'une accréditation spécifique applicable au mesurage des radionucléides pour le contrôle de l'eau potable, des aliments, de l'environnement ou des rejets, ainsi que pour les échantillons biologiques à des fins médicales.

Le présent document décrit (après un échantillonnage, une manipulation des échantillons et une préparation des prises d'essai appropriées) les exigences génériques permettant de quantifier l'activité volumique des émetteurs bêta par comptage des scintillations en milieu liquide. En l'absence d'un prétraitement spécifique de la prise d'essai (tel qu'une distillation pour le mesurage du ^3H ou après la synthèse du benzène pour le mesurage du ^{14}C), le présent document doit servir de méthode de détection sauf si l'interférence d'émetteurs bêta autres que ceux à quantifier est considérée comme négligeable dans la prise d'essai.

Le présent document fait partie d'une série de Normes internationales génériques sur le mesurage de la radioactivité.

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

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 la prise d'essai et un cocktail scintillant. La prise d'essai peut être liquide (aqueux ou organique) ou solide (particules, filtre ou planchette).

Le présent document décrit les conditions de mesure de l'activité de radionucléides émetteurs bêta par comptage des scintillations en milieu liquide[14][15].

Le choix de la méthode d'essai utilisant le comptage des scintillations en milieu liquide implique de prendre en compte la présence potentielle d'autres radionucléides émetteurs bêta dans la prise d'essai. Dans ce cas, un traitement spécifique de l'échantillon, par séparation ou extraction, est mis en place pour isoler le radionucléide d'intérêt afin d'éviter toute interférence avec d'autres radionucléides émetteurs bêta, alpha et gamma pendant la phase de comptage.

Le présent document est applicable à tous les types d'échantillons liquides ayant une activité volumique de quelques $\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ à $10^6 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$. Pour une prise d'essai liquide, il est possible de diluer les prises d'essai liquides afin d'obtenir une solution ayant une activité compatible avec l'instrument de mesure. Pour les échantillons solides, l'activité de la source scintillante préparée doit être compatible avec l'instrument de mesure.

Le domaine de mesure est lié à la méthode d'essai utilisée: nature de la prise d'essai, préparation du mélange scintillant - prise d'essai, ensemble de mesure. Il est également lié à la présence d'activités coexistantes dues à des radionucléides interférents.

Les préparations de la prise d'essai (telles que la distillation pour le mesurage du ^3H ou la synthèse du benzène pour le mesurage du ^{14}C , etc.) ne font pas partie du domaine d'application du présent document et sont décrites dans des méthodes d'essai spécifiques utilisant la scintillation en milieu liquide[2][3][4][5][6][7][8][9].

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les 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: 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 11929, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle de confiance) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications*

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

ISO 18589-2, *Mesurage de la radioactivité dans l'environnement — Sol — Partie 2: Lignes directrices pour la sélection de la stratégie d'échantillonnage, l'échantillonnage et le prétraitement des échantillons*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

4 Symboles, abréviations et unités

Pour les besoins du présent document, les symboles et abréviations définis dans l'ISO 80000-10,[10] dans le Guide ISO/IEC 98-3[11] et dans le Guide ISO/IEC 99,[12] ainsi que les symboles et abréviations suivants s'appliquent.

$\beta_{\max}$	Énergie maximale pour l'émission bêta, en keV
V	Volume de la prise d'essai, en litres
m	Masse de la prise d'essai, en kilogrammes
ρ	Densité de l'échantillon, en kilogrammes par litre
ε_p	Rendement de préparation
a	Activité par unité de masse, en becquerels par kilogramme
c_A	Activité volumique, en becquerels par litre
A	Activité de la source d'étalonnage, en becquerels
t_0	Durée de comptage du bruit de fond, en secondes
t_g	Durée de comptage de la prise, en secondes
t_s	Durée de comptage de l'échantillon d'étalonnage, en secondes
r_0	Taux de comptage du bruit de fond, par seconde
r_g	Taux de comptage de la prise, par seconde
r_s	Taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage, par seconde
ε	Rendement de détection
ε_q	Rendement d'affaiblissement lumineux
f_q	Facteur d'affaiblissement lumineux
$u(c_A)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure; en becquerels par litre
U	Incertitude élargie, calculée par $U = k \cdot u(c_A)$ with $k = 1, 2, \dots$, 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

5 Principe

La prise d'essai aqueuse, organique ou particulière est mélangée avec le cocktail scintillant dans un flacon de comptage pour obtenir un milieu homogène (source scintillante). Les électrons émis par la désintégration bêta transfèrent leur énergie aux molécules du cocktail scintillant qui sont excitées par ce processus avant de retrouver leur état fondamental en émettant des photons qui sont détectés par des tubes multiplicateurs photoélectroniques (photomultiplicateurs).

Les impulsions électroniques émises par les photomultiplicateurs sont amplifiées. L'amplitude de l'impulsion de crête est convertie en valeur numérique par un convertisseur analogique/numérique (CAN) et la hauteur d'impulsion enregistrée à l'aide d'un analyseur multicanaux (AMC). Les impulsions sont analysées (pour éliminer les événements aléatoires) par les systèmes électroniques et le logiciel d'analyse de données. Le taux de comptage de ces photons permet de déterminer l'activité dans la prise d'essai, après correction du taux de comptage du bruit de fond et du rendement de détection, en tenant compte de la correction de l'affaiblissement lumineux. Les exigences applicables à la méthode d'essai spécifique relative aux radionucléides émetteurs bêta spécifiques, y compris la préparation de la prise d'essai et la préparation de la source scintillante, doivent être déterminées selon l'utilisation prévue des résultats de mesure et sont les objectifs de qualité des données correspondants.

Pour déterminer le taux de comptage du bruit de fond, un blanc est préparé de la même manière que la prise d'essai.

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

- même cocktail scintillant;
- même type de flacon de comptage;
- même géométrie de remplissage;
- même rapport entre la prise d'essai et le cocktail scintillant;
- mêmes conditions de préparation réduisant au maximum les effets de la photoluminescence et de l'électricité statique;

De plus, il convient que le paramètre d'affaiblissement lumineux se situe dans la gamme de la courbe d'étalonnage de l'affaiblissement lumineux. Une autre méthode utilisant l'effet Cerenkov^{[16][17]} est abordée dans l'[Annexe C](#).

6 Réactifs et matériel

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

6.1 Réactifs

6.1.1 Matériau témoin

Le matériau témoin est utilisé pour préparer le blanc. Pour le comptage direct de la prise d'essai, il doit contenir le moins possible d'impuretés chimiques pour éviter l'affaiblissement lumineux, et contenir des impuretés radioactives à un niveau négligeable par rapport aux activités de la prise d'essai à mesurer.

S'il est nécessaire de préparer la prise d'essai, le blanc utilisé doit être préparé avec un matériau de référence ayant la plus faible activité possible.

Ce blanc doit être conservé à une certaine distance de toute matière radioactive afin d'éviter toute contamination.

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 (voir l'ISO 5667-3). Lorsque le volume d'eau témoin est suffisamment élevé (par exemple, 10 l à 20 l) et placé dans des flacons scellés, les activités volumiques du tritium et du carbone 14 restent stables pendant plusieurs années, même s'il est conseillé de déterminer ces activités volumiques à intervalles réguliers (par exemple, tous les ans).

6.1.2 Solutions sources d'étalonnage

Pour éviter toute contamination, les échantillons et la solution source d'étalonnage doivent être préparés à part les uns des autres.