

NORME ISO  
INTERNATIONALE 13165-1

Deuxième édition  
2022-11

---

---

**Qualité de l'eau — Radium-226 —**  
**Partie 1:**  
**Méthode d'essai par comptage des**  
**scintillations en milieu liquide**

*Water quality — Radium-226 —*

*Part 1: Test method using liquid scintillation counting*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 13165-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7613873-e9fa-4ef2-871b-7bae1842edcc/iso-13165-1-2022>



Numéro de référence  
ISO 13165-1:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 13165-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7613873-e9fa-4ef2-871b-7bae1842edcc/iso-13165-1-2022>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2022

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](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 et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Symboles et unités</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Réactifs et appareillage</b> .....	<b>3</b>
6.1 Réactifs .....	3
6.2 Équipement .....	3
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>4</b>
<b>8</b> <b>Réglage et étalonnage de l'instrument</b> .....	<b>4</b>
8.1 Préparation des sources d'étalonnage .....	4
8.2 Optimisation des conditions de comptage .....	4
8.3 Rendement de détection .....	5
8.4 Préparation et mesurage du blanc .....	5
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>6</b>
9.1 Comptage direct .....	6
9.2 Préconcentration thermique .....	6
9.3 Préparation de l'échantillon .....	6
9.4 Mesurage de l'échantillon .....	6
<b>10</b> <b>Contrôle qualité</b> .....	<b>7</b>
<b>11</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>7</b>
11.1 Calcul de l'activité massique .....	7
11.2 Incertitude-type .....	7
11.3 Seuil de décision .....	8
11.4 Limite de détection .....	8
11.5 Limites des intervalles élargis .....	8
11.5.1 Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique .....	8
11.5.2 Intervalle élargi le plus court .....	9
11.6 Calculs à l'aide de l'activité volumique .....	9
<b>12</b> <b>Contrôle des interférences</b> .....	<b>9</b>
<b>13</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe A (informative) Paramètres de réglage et données de validation</b> <sup>[13]</sup> .....	<b>11</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>15</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 le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos](http://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 13165-1:2013), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- l'Introduction a été mise à jour;
- la liste des symboles a été mise à jour;
- l'expression des résultats a été mise à jour;
- le rapport d'essai a été mis à jour;
- les données de validation ont été mises à jour.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 13165 se trouve sur le site web de l'ISO.

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

- 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, notamment  $^{226}\text{Ra}$ ,  $^{228}\text{Ra}$ ,  $^{234}\text{U}$ ,  $^{238}\text{U}$ ,  $^{210}\text{Po}$  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 ils peuvent être libérés par des processus technologiques impliquant des matériaux radioactifs existant à l'état naturel (par exemple, extraction minière et traitement de sables minéraux ou production et utilisation d'engrais phosphatés).
- Les radionucléides anthropiques, tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium),  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{90}\text{Sr}$ , et des radionucléides émetteurs gamma peuvent également 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 à la suite de 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 l'eau peut varier en fonction des caractéristiques géologiques locales et des conditions climatiques et elle peut être localement et temporellement augmentée par des rejets d'installations nucléaires lors de situations d'exposition planifiée, existante et d'urgence<sup>[1]</sup>. 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<sup>[2]</sup> et l'eau. La radioactivité des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS)<sup>[3]</sup> de manière à ce que des 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 niveaux indicatifs 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<sup>[4]</sup>.

Selon la situation d'exposition, il existe différentes limites et différents niveaux de recommandation qui conduiraient à la mise en oeuvre de mesures pour réduire le risque sanitaire. À titre d'exemple, lors d'une situation planifiée ou existante, les lignes directrices de l'OMS concernant la limite indicative dans l'eau potable sont de  $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$  pour les activités volumiques du  $^{226}\text{Ra}$ .

NOTE 1 La limite indicative correspond à l'activité volumique pour une consommation de  $2 \text{ l}\cdot\text{d}^{-1}$  d'eau potable pendant un an, aboutissant à une dose efficace de  $0,1 \text{ mSv}\cdot\text{a}^{-1}$  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<sup>[1]</sup>.

En situation d'urgence nucléaire, les limites indicatives du Codex de l'OMS<sup>[5]</sup> indiquent que les activités volumiques sont susceptibles d'être supérieures.

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 à la suite d'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  $1 \text{ mSv}$  en un an pour le public (nourrissons et adultes)<sup>[5]</sup>.

## ISO 13165-1:2022(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<sup>[6][7]</sup>.

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 des essais permettront à l'opérateur de l'usine/installation de vérifier qu'avant leur déversement, les activités volumiques des radionucléides présents dans les eaux usées/effluents liquides ne dépassent pas les limites autorisées.

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 peuvent 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 effectuant ces mesurages, qui sont parfois exigés par les autorités nationales, car ils peuvent être tenus d'obtenir une accréditation spécifique pour le mesurage des radionucléides dans les 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.

(standards.iteh.ai)

ISO 13165-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7613873-e9fa-4ef2-871b-7bae1842edcc/iso-13165-1-2022>

# Qualité de l'eau — Radium-226 —

## Partie 1: 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 la détermination de l'activité volumique du radium 226 ( $^{226}\text{Ra}$ ) dans des échantillons d'eau non saline par extraction de son produit, le radon 222 ( $^{222}\text{Rn}$ ), et son mesurage par comptage des scintillations en milieu liquide.

La méthode d'essai décrite dans le présent document, employant les compteurs à scintillations actuellement disponibles, présente une limite de détection approximativement égale à  $50 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ . Cette méthode n'est pas applicable au mesurage d'autres isotopes du radium.

### 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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/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*

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

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 80000-10 et le Guide ISO/IEC 98-3 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/>.

#### 4 Symboles et unités

Pour les besoins du présent document, les symboles donnés dans le Tableau 1, l'ISO 80000-10 et le Guide ISO/IEC 98-3 s'appliquent.

Tableau 1 — Symboles

Symbole	Description	Unité
$a$	Activité massique de l'échantillon au moment du mesurage	Bq·g <sup>-1</sup>
$a_S$	Activité massique de la solution étalon <sup>226</sup> Ra au moment du mesurage	Bq·g <sup>-1</sup>
$a^*$	Seuil de décision pour l'activité alpha massique	Bq·g <sup>-1</sup>
$a^\#$	Limite de détection pour l'activité alpha massique	Bq·g <sup>-1</sup>
$a^<, a^>$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique	Bq·g <sup>-1</sup>
$a^<, a^>$	Limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi le plus court	Bq·g <sup>-1</sup>
$c$	Concentration	mol·l <sup>-1</sup>
$c_A$	Activité volumique	Bq·l <sup>-1</sup>
$k$	Facteur d'élargissement	—
$m$	Masse de la prise d'essai	g
$m_1$	Masse de l'échantillon initial soumis à un chauffage ou éventuellement à une concentration	g
$m_2$	Masse de l'échantillon chauffé ou concentré	g
$m_3$	Masse de l'échantillon chauffé ou concentré transféré dans le flacon	g
$m_S$	Masse de la solution étalon <sup>226</sup> Ra utilisée pour la préparation de l'échantillon d'étalonnage	g
$p$	Probabilité (par exemple $p = 1 - \alpha$ , $1 - \beta$ ou $1 - \gamma/2$ )	—
$q$	Probabilité	—
$r_0$	Taux de comptage du blanc dans la fenêtre alpha	s <sup>-1</sup>
$r_g$	Taux de comptage brut de l'échantillon dans la fenêtre alpha	s <sup>-1</sup>
$r_S$	Taux de comptage de l'échantillon d'étalonnage dans la fenêtre alpha	s <sup>-1</sup>
$t_0$	Durée de comptage du blanc	s
$t_g$	Durée de comptage de l'échantillon	s
$t_S$	Durée de comptage de l'échantillon d'étalonnage	s
$u(a)$	Incertitude-type associée au résultat de mesurage	Bq·l <sup>-1</sup>
$\tilde{u}(\tilde{a})$	Incertitude-type de $a$ en fonction de sa valeur vraie	—
$u_{rel}$	Incertitude-type relative	—
$u_c$	Incertitude composée	—
$U$	Incertitude élargie, calculée avec $U = ku(a)$ , où $k = 1, 2, \dots$	Bq·l <sup>-1</sup>
$w$	Facteur égal à $1/\varepsilon m$	—
$\varepsilon$	Rendement alpha, relatif	—
$\rho$	Densité	g·l <sup>-1</sup>
$\Phi$	Fonction de répartition de la loi normale centrée réduite	—
$\omega$	Grandeur auxiliaire	—

Tableau 1 (suite)

Symbole	Description	Unité
$\gamma$	Probabilité associée à l'intervalle élargi	—

## 5 Principe

L'activité massique du  $^{226}\text{Ra}$  est déterminée de manière indirecte en isolant son descendant  $^{222}\text{Rn}$  par comptage des scintillations en milieu liquide (LSC). Le  $^{222}\text{Rn}$  atteint l'équilibre séculaire avec son parent,  $^{226}\text{Ra}$ , après 30 jours (99,56 %). À l'aide d'un cocktail de scintillation non miscible à l'eau, le  $^{222}\text{Rn}$  est extrait de la solution aqueuse dans un flacon à scintillation (voir les Références [8], [9], [10] et [11]).

L'échantillon aqueux est acidifié, chauffé et, si possible, concentré par lente évaporation pour désorber le  $^{222}\text{Rn}$  et pour obtenir une meilleure limite de détection. L'échantillon aqueux concentré est transféré dans un flacon à scintillation étanche au radon et un cocktail de scintillation non miscible à l'eau est ajouté.

Après 30 jours, l'échantillon est mesuré par comptage des scintillations en milieu liquide (LSC) en appliquant la discrimination alpha et bêta; seules l'émission alpha du  $^{222}\text{Rn}$  et celle de ses descendants à vie courte ( $^{218}\text{Po}$  et  $^{214}\text{Po}$ ) sont considérées, car cette condition de comptage garantit une meilleure limite de détection.

## 6 Réactifs et appareillage

### 6.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne doivent présenter aucune activité alpha et bêta détectable, sauf solution en 6.1.4. 65-1:2022

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7613873-e9fa-4ef2-871b-7bae1842edcc/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7613873-e9fa-4ef2-871b-7bae1842edcc/iso-65-1-2022)

**6.1.1 Eau de laboratoire**, distillée ou déionisée, conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

L'eau déionisée peut contenir des quantités détectables de  $^{222}\text{Rn}$  et de descendants à vie courte. Il est donc vivement recommandé de faire bouillir l'eau en l'agitant vigoureusement et de la laisser reposer un jour avant de l'utiliser. Il est également possible de la purger avec un volume d'azote de 2 l pendant 1 h.

**6.1.2 Acide nitrique**,  $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ,  $\rho = 1,42 \text{ g ml}^{-1}$ , fraction massique  $w(\text{HNO}_3) = 70 \%$ .

**6.1.3 Cocktail de scintillation**, cocktails de scintillation disponibles dans le commerce, non miscibles à l'eau et adaptés à la discrimination alpha et bêta (par exemple, cocktails à base de diisopropylnaphtalène).

**6.1.4 Solution étalon de Ra<sup>226</sup>**

Les solutions étalon de  $^{226}\text{Ra}$  doivent être accompagnées de certificats d'étalonnage comprenant au moins l'activité volumique, l'incertitude de mesure et/ou une déclaration de conformité avec une spécification métrologique identifiée.

### 6.2 Équipement

**6.2.1 Balance.**

**6.2.2 Plaque chauffante avec agitateur magnétique et barreau aimanté.**

**6.2.3 pH-mètre.**

**6.2.4 Flacons d'échantillons à col large en polyéthylène haute densité (HDPE)**, volumes compris entre 100 ml et 500 ml.

**6.2.5 Compteur à scintillations en milieu liquide**, équipé de l'option de discrimination alpha et bêta, d'une chambre de comptage thermostatée et, de préférence, d'un compteur ultra-bas niveau pour atteindre de meilleures limites de détection.

**6.2.6 Flacons à scintillation en polyéthylène, garnis de polytétrafluoroéthylène (PTFE)**, 20 ml.

Les flacons en polyéthylène garnis de PTFE sont les mieux adaptés, car ils empêchent à la fois la diffusion du cocktail dans la paroi du flacon et l'absorption du radon depuis l'environnement. Les flacons en verre présentent un bruit de fond nettement supérieur et dégradent généralement la discrimination alpha et bêta.

## 7 Échantillonnage

Il est de la responsabilité du laboratoire de s'assurer de la conformité de cette méthode d'essai aux échantillons d'eau soumis à essai.

Prélever l'échantillon conformément à l'ISO 5667-1. Conserver l'échantillon d'eau (de 0,1 l à 1 l) dans un flacon (6.2.4) conformément à l'ISO 5667-3.

Si nécessaire, effectuer immédiatement la filtration au moment du prélèvement et avant l'acidification.

Lorsqu'une préconcentration est souhaitée, acidifier l'échantillon à un pH compris entre 1 et 3 avec du HNO<sub>3</sub> (6.1.2).

L'acidification de l'échantillon d'eau réduit le plus possible la perte de matière radioactive de la solution par dépôt sur la paroi du récipient contenant l'échantillon. Si une filtration de l'échantillon est requise, l'acidification est effectuée ultérieurement, faute de quoi la matière radioactive déjà adsorbée sur la matière particulaire peut être désorbée.

Si l'échantillon n'est pas acidifié, il convient de commencer la préparation de l'échantillon dès que possible et toujours moins d'un mois après la date d'échantillonnage (voir l'ISO 5667-3).

## 8 Réglage et étalonnage de l'instrument

### 8.1 Préparation des sources d'étalonnage

Transférer une masse précisément connue,  $m_s$ , de la solution étalon <sup>226</sup>Ra (6.1.4) dans un flacon à scintillation (6.2.6). Faire en sorte que l'activité massique de la solution étalon <sup>226</sup>Ra, au moment du mesurage, soit  $a_s$ . Diluer avec de l'eau (6.1.1) jusqu'au volume préalablement choisi, par exemple 10 ml. Ajouter le cocktail de scintillation (6.1.3), par exemple 10 ml.

Conserver l'échantillon pendant au moins 30 jours pour atteindre l'équilibre séculaire.

S'assurer que le pH des solutions étalon diluées est compris entre 0 et 2.

Conserver les échantillons de manière à optimiser leur préservation. Il est recommandé de les conserver à l'abri de la lumière. Choisir une température unique applicable de façon générale afin de ne pas influencer sur les coefficients de distribution. La température doit être en cohérence avec les caractéristiques du cocktail de scintillation (6.1.3, voir les instructions du fabricant). En général, et si possible, une conservation dans la chambre à scintillation à 15 °C environ est appropriée.

### 8.2 Optimisation des conditions de comptage

Régler la fenêtre de comptage alpha de façon à ce que les énergies des trois émetteurs alpha présents dans la phase du cocktail (<sup>222</sup>Rn: 5,49 MeV; <sup>218</sup>Po: 6,00 MeV; et <sup>214</sup>Po: 7,69 MeV) soient couvertes.

Il convient que la gamme d'énergie observée inclut également  $^{212}\text{Po}$  (8,78 MeV) comme indiqué à l'[Article 12](#).

Pendant une durée appropriée, compter l'échantillon d'étalonnage  $^{226}\text{Ra}$  en mode de discrimination alpha et bêta (voir les instructions du fabricant), en utilisant différents réglages pour le discriminateur.

Le réglage optimal du discriminateur (point de fonctionnement) est choisi par inspection visuelle des spectres afin d'obtenir un spectre alpha dépourvu de dénombrements bêta (voir l'[Annexe A](#)).

NOTE Étant donné qu'il n'y a pas d'eau dans la phase du cocktail de scintillation, le quenching est faible et constant et la discrimination alpha et bêta est relativement nette.

### 8.3 Rendement de détection

Faire en sorte que le taux de comptage soit  $r_S$  pour les dénombrements de l'échantillon d'étalonnage  $^{226}\text{Ra}$  dans la fenêtre alpha, conformément aux mesurages effectués avec les réglages optimaux du discriminateur définis au préalable.

Déterminer le rendement alpha relatif donné dans la [Formule \(1\)](#):

$$\varepsilon = \frac{r_S - r_0}{a_S m_S} \quad (1)$$

Il convient de définir les limites d'acceptation du rendement.

NOTE Le rendement alpha inclut à la fois le rendement de comptage et le rendement d'extraction. Les valeurs habituelles (en pourcentage) se situent entre 200 % et 300 % (émissions alpha de  $^{222}\text{Rn}$ ,  $^{218}\text{Po}$  et  $^{214}\text{Po}$ ).

Il est conseillé de vérifier la linéarité de la méthode. Évaluer le rendement en utilisant des échantillons d'étalonnage dont les activités couvrent l'ensemble de l'étendue de mesure.

Une estimation plus précise du rendement peut être obtenue en préparant et en mesurant un nombre suffisant d'échantillons d'étalonnage.

Vérifier les rendements selon une périodicité établie par le laboratoire et en cas de changements de matériaux (par exemple, cocktail de scintillation) ou lorsque des opérations de maintenance sont effectuées sur le compteur à scintillations ([6.2.5](#)). Il est nécessaire d'effectuer une vérification ou un nouvel étalonnage lorsque les exigences de contrôle qualité de l'instrument (voir l'[Article 10](#)) ne sont pas respectées.

### 8.4 Préparation et mesurage du blanc

Acidifier un échantillon d'eau de laboratoire de façon à obtenir un pH compris entre 0 et 2. Transférer la quantité choisie (par exemple, 10 ml) dans le flacon à scintillation ([6.2.6](#)). Ajouter le cocktail de scintillation ([6.1.3](#)), par exemple 10 ml, et bien mélanger.

Conserver le blanc pendant 30 jours, puis le compter en utilisant les conditions de comptage optimales choisies. Faire en sorte que le taux de comptage mesuré dans la fenêtre alpha soit  $r_0$ . Si le mode opératoire de préconcentration est utilisé normalement, préparer les blancs selon la même méthode.

Il convient également de définir les limites d'acceptation des blancs d'après la sensibilité souhaitée. Pour ce faire, il est conseillé d'utiliser des cartes de contrôle (voir l'ISO 7870-2[12]).

Il est recommandé de compter les blancs pendant la même durée que pour les prises d'essai habituelles.

Mesurer les blancs selon une périodicité établie par le laboratoire (par exemple, tous les mois) et en cas de changements de matériaux (par exemple, lot de cocktails de scintillation) ou lorsque des opérations de maintenance sont effectuées sur le compteur à scintillations ([6.2.5](#)). Il est nécessaire d'effectuer une vérification ou un nouvel étalonnage lorsque les exigences de contrôle qualité de l'instrument (voir l'[Article 10](#)) ne sont pas respectées.