NORME ISO INTERNATIONALE 13164-4

Deuxième édition 2023-07

Qualité de l'eau — Radon 222 —

Partie 4:

Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide à deux phases

Water quality — Radon-222 — Wa

Part 4: Test method using two-phase liquid scintillation counting

ISO 13164-4:2023

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5ce7ee7-3350-456d-af37-cef46949c599/iso-13164-4-2023



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13164-4:2023 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5ce7ee7-3350-456d-af37-cef46949c599/iso-



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

Son	Sommaire P			
Avan	t-propos	iv		
Intro	oduction	v		
1	Domaine d'application	1		
2	Références normatives			
3	Termes, définitions et symboles			
3	3.1 Termes et définitions			
	3.2 Symboles			
4	Principe	3		
5	Prélèvement de l'échantillon	3		
	5.1 Généralités	3		
	5.2 Prélèvement de l'échantillon avec préparation in situ de la source	3		
	5.3 Prélèvement de l'échantillon sans préparation in situ de la source			
6	Réactifs et appareillage			
	6.1 Réactifs			
	6.2 Appareillage			
7	Mode opératoire	5		
	7.1 Préparation des sources d'étalonnage	5		
	7.2 Optimisation des conditions de comptage	5		
	7.4 Préparation et mesurage du blanc			
	7.5 Préparation et mesurage des échantillons			
8	Programme d'assurance qualité et de contrôle qualité	7		
	8.1 Généralités	7		
	8.2 Variables susceptibles d'influer sur le mesurage)/iso- 7		
	8.3 Vérification de l'instrument			
	8.4 Contamination 8.5 Contrôle des interférences			
	8.6 Vérification de la méthode			
	8.7 Démonstration de la compétence de l'analyste			
9	Expression des résultats	8		
	9.1 Généralités			
	9.2 Taux de comptage			
	9.3 Calcul de l'activité volumique par unité de masse			
	9.4 Incertitude composée			
	9.6 Limite de détection			
	9.7 Intervalle élargi probabilistiquement symétrique			
	9.7.1 Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique			
	9.7.2 Intervalle élargi le plus court			
	9.8 Calculs utilisant l'activité volumique			
10	Rapport d'essai	11		
Anne	exe A (informative) Paramètres de réglage et données de validation	12		
	ographio	17		

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*, en collaboration avec le Comité technique du Comité européen de normalisation (CEN), le CEN/TC 230, *Analyse de l'eau*, conformément à l'accord de coopération technique signé par l'ISO et le CEN (l'Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13164-4:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- Paragraphe 3.2: la table des symboles a été harmonisée avec celles de normes plus récentes;
- Article 8: une note a été ajoutée;
- Paragraphe A.4.2: les données de rendement et de répétabilité ont été révisées et mises à jour;
- Paragraphe A.4.2: ce paragraphe portant sur la reproductibilité a été ajouté.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 13164 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/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 le ³H, le¹⁴C, le ⁴⁰K et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le ²¹⁰Pb, le ²¹⁰Po, le ²²²Rn, le ²²⁶Ra, le ²²⁸Ra, l'²²⁷Ac, le ²³¹Pa, l'²³⁴U ou l'²³⁸U 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 le ⁵⁵Fe, le ⁵⁹Ni, le ⁶³Ni, le ⁹⁰Sr, le ⁹⁹Tc, mais aussi des éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium) et certains radionucléides émetteurs gamma tels que le ⁶⁰Co et le ¹³⁷Cs 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 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 représentant potentiellement 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, lors d'une situation planifiée ou existante, la limite indicative donnée par l'OMS pour le radon 222 dans l'eau potable est de 1 Bq·l⁻¹, voir la NOTE. 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 98-3^[5] de l'ISO/IEC et l'ISO 5667-20^[6].

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

Les valeurs d'activité volumique du radon 222 dans les eaux de surface sont très faibles, généralement inférieures à 1 Bq·l⁻¹. Dans les eaux souterraines, elles peuvent varier de 1 Bq·l⁻¹ à 50 Bq·l⁻¹ pour les aquifères rocheux dans les roches sédimentaires, de 10 Bq·l⁻¹ à 300 Bq·l⁻¹ pour les puits creusés dans le sol, et de 100 Bq·l⁻¹ à 1 000 Bq·l⁻¹ dans les aquifères de roches cristallines. Les valeurs d'activité volumique les plus élevées sont généralement mesurées dans le socle rocheux à forte concentration en uranium^[7].

Les valeurs d'activité volumique du radon dans les aquifères rocheux se caractérisent par leur grande variabilité. Ainsi, dans une région aux types de roches relativement homogènes, certains puits peuvent présenter des valeurs d'activité volumique du radon largement supérieures à la moyenne de la région.

ISO 13164-4:2023(F)

Des variations saisonnières significatives ont également été enregistrées (voir l'Annexe A^[8] de l'ISO 13164-1: 2013).

Dans les cas où des concentrations élevées en radon pourraient être obtenues dans l'eau potable, il est prudent de mesurer le radon et, si des concentrations élevées sont identifiées, de décider si des mesures de réduction des concentrations présentes sont justifiées [2].

Le présent document offre une ou des méthodes de détermination du radon 222 dans les échantillons d'eau. Le présent document a été élaboré pour répondre aux besoins des laboratoires d'essai qui pour déterminer le radon 222 dans les échantillons d'eau peuvent être dans l'obligation d'obtenir une certification ou une accréditation, ces dernières étant parfois requises par les autorités nationales ou certains clients. Les certifications ou accréditations sont délivrées par un organisme indépendant.

La méthode décrite dans le présent document est applicable à divers types d'eaux (voir l'<u>Article 1</u>). 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.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13164-4:2023 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5ce7ee7-3350-456d-af37-cef46949c599/iso 13164-4-2023

Qualité de l'eau — Radon 222 —

Partie 4:

Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide à deux phases

AVERTISSEMENT — 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 s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer l'activité volumique du radon 222 (²²²Rn) dans des eaux non salines par extraction et comptage des scintillations en milieu liquide.

Cette méthode d'essai permet de mesurer, à l'aide d'instruments actuellement disponibles, les valeurs d'activité volumique du 222 Rn. Ces valeurs sont supérieures à 0,5 Bq l $^{-1}$, c'est-à-dire la limite de détection typique pour une prise d'essai de 10 ml et un temps de comptage de 1 h.

Il incombe au laboratoire de s'assurer de la validité de la présente méthode d'essai pour les échantillons d'eau provenant de matrices non testées. (18/8/18/1950-7-0-7-3350) 456d-a (1877-0-6/46) 490599/180-

L'<u>Annexe A</u> précise les conditions de comptage nécessaires à l'obtention des limites de détection requises pour la surveillance de l'eau potable.

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

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

3 Termes, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 80000-10 s'appliquent.

ISO 13164-4:2023(F)

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 donnés dans l'ISO 80000-10 ainsi que les suivants, s'appliquent.

а	Activité massique de l'échantillon	Bq∙g ⁻¹
$a_{\rm S}$	Activité massique de la solution étalon au moment du mesurage	Bq∙g ⁻¹
ã	Valeurs vraies possibles ou présumées du mesurande	Bq•g ^{−1}
a*	Seuil de décision pour l'activité massique totale	Bq•g ^{−1}
a [#]	Limite de détection pour l'activité massique totale	Bq⋅g ⁻¹
a [⊲] , a [⊳]	Limites respectivement inférieure et supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique du mesurande	Bq·g ⁻¹
a< , a>	Limites respectivement inférieure et supérieure de l'intervalle élargi le plus court du mesurande	Bq•g ⁻¹
c_A	Activité volumique	Bq·l⁻¹
m	Masse de l'échantillon pour essai	g
$m_{\rm S}$	Masse de la solution étalon utilisée pour la préparation de l'étalon de comptage	g
N_0	Nombre de coups mesuré sur le spectre LSC sur une durée donnée dans la région étudiée du mesurande	
$N_{ m g}$	Nombre de coups mesuré sur le spectre LSC sur une durée donnée dans la région d'intérêt du mesurande /catalog/standards/sist/15ce/ee/-3350-456d-af37-ce146949	c599/iso-
r_0	Taux de comptage du blanc 13164-4-2023	s ⁻¹
$r_{\rm g}$	Taux de comptage brut de la prise d'essai	s-1
$r_{\rm S}$	Taux de comptage de l'étalon dans la fenêtre de comptage (alpha + bêta)	s ⁻¹
$\overline{t_0}$	Durée de comptage du blanc	S
$r_{\rm net}$	Taux de comptage net	s-1
$t_{ m g}$	Durée de comptage de la prise d'essai	S
$t_{1/2}$	Demi-vie radioactive d'un isotope	
u(a)	Incertitude-type associée au résultat de mesure	Bq∙g ⁻¹
U	Incertitude élargie, calculée en utilisant $U = ku(a)$, avec $k = 2$	Bq∙g ⁻¹
W	Coefficient égal à $1/(\epsilon m)$	g-1
ε	Rendement total	
ρ	Masse volumique	g∙l ⁻¹
u_{rel}^2	Incertitude relative	
$\tilde{u}(\tilde{a})$	Incertitude-type de a fonction de sa valeur vraie	Bq•g ⁻¹
$\tilde{u}(a^{\#})$	Incertitude-type d'un estimateur du mesurande quand la valeur vraie est équivalente à la limite de détection	
k_p	Quantiles de la loi normale centrée réduite pour les probabilités p (par exemple, $p = 1 - \alpha$, $1 - \beta$ ou $1 - \gamma/2$)	
λ	Constante de désintégration de l'isotope	
ω	Grandeur auxiliaire	

у	Résultat de la mesure primaire du mesurande	
Φ	Fonction de répartition de la loi normale centrée réduite	
α	Probabilité de décision d'un faux positif	
β	Probabilité de décision d'un faux négatif	

4 Principe

Le radon est extrait d'une solution aqueuse au moyen d'un cocktail scintillant non miscible à l'eau (sans agent émulsifiant) à l'intérieur d'un flacon à scintillation et compté après que l'équilibre avec ses descendants à vie courte est atteint [9][10][11][12].

L'échantillon aqueux est prélevé à l'aide d'une seringue étanche aux gaz qui est insérée à l'intérieur du volume d'eau (c'est-à-dire bien au-dessous de la surface) afin d'éviter les pertes de radon durant le prélèvement de l'échantillon. L'échantillon est ensuite transféré dans un flacon à scintillation contenant la quantité souhaitée de cocktail scintillant. Pour la même raison, l'échantillon d'eau est injecté sous la surface du cocktail. Le flacon est fermé hermétiquement, secoué et conservé pendant 3 h, de préférence à l'abri de la lumière et à une température contrôlée. L'échantillon est ensuite compté à l'aide d'un compteur à scintillation en milieu liquide. Il est possible de prendre en compte soit le nombre de coups totaux (alpha + bêta), soit le nombre de coups alpha uniquement. Dans ces conditions, le ²²²Rn et ses descendants à vie courte (²¹⁸Po, ²¹⁴Pb, ²¹⁴Bi et ²¹⁴Po) sont mesurés.

5 Prélèvement de l'échantillon ARD PREVIEW

5.1 Généralités

Le prélèvement, la manipulation et la conservation des échantillons d'eau doivent être réalisés en suivant scrupuleusement l'ISO 5667-1 et l'ISO 5667-3. Il est important de transmettre au laboratoire un échantillon réellement représentatif, qui n'ait pas été altéré ou modifié au cours de son transport ou de sa conservation.

Étant donné que le radon est facilement dégazé de l'échantillon d'eau, il convient d'éviter les pertes d'analyte durant le prélèvement de l'échantillon.

5.2 Prélèvement de l'échantillon avec préparation in situ de la source

Fixer un tube en plastique sur un robinet à l'aide d'un raccord approprié. Insérer l'autre extrémité du tube dans un flacon à col large (6.2.3). Laisser un flux d'eau constant remplir puis déborder du flacon; il convient de laisser déborder l'équivalent de deux ou trois volumes d'eau. Régler le débit de manière à éviter les turbulences, les bulles et les volumes vides aussi bien dans le tube que dans le flacon.

Prélever l'aliquote d'échantillon d'eau à l'aide d'une seringue étanche aux gaz (6.2.4) en insérant l'aiguille bien au-dessous de la surface. La période de réalisation du prélèvement doit être notée pour calculer la correction de décroissance.

Préparer la source de comptage en suivant la méthode décrite en 7.5.

5.3 Prélèvement de l'échantillon sans préparation in situ de la source

Fixer un tube en plastique sur un robinet à l'aide d'un raccord approprié. Insérer l'autre extrémité du tube dans un flacon en verre à col large (6.2.2). Laisser un flux constant d'eau s'écouler et déborder du flacon pendant environ 2 min. Régler le débit de manière à éviter les turbulences, les bulles et les volumes vides aussi bien dans le tube que dans le flacon. Retirer doucement le tube et visser à fond le bouchon en évitant de laisser de l'air dans le goulot. En général, un flacon de 1 l convient pour le prélèvement de l'échantillon. La période de réalisation du prélèvement doit être notée pour calculer la correction de décroissance.

ISO 13164-4:2023(F)

Il convient de transporter l'échantillon au laboratoire et de l'analyser de préférence dans les 48 h qui suivent. Il convient de ne jamais congeler l'échantillon, au risque de briser le récipient. Si le flacon est rempli à ras bord, sans bulles, et hermétiquement fermé, l'échantillon peut être livré par transport routier sans perte significative de radon, et ce, même si l'échantillon est soumis à une température ambiante élevée.

6 Réactifs et appareillage

6.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et, excepté pour le <u>6.1.4</u>, ne doivent pas présenter d'activité alpha et bêta détectable.

6.1.1 Eau, distillée ou déionisée.

L'eau déionisée peut contenir des quantités détectables de ²²²Rn et de ses descendants à vie courte. Il est donc fortement recommandé de faire bouillir l'eau en l'agitant vigoureusement, puis de la laisser reposer pendant une journée avant de l'utiliser. Sinon, la purger avec de l'azote pendant environ 1 h pour 2 l d'eau.

- **6.1.2 Cocktail scintillant**, cocktails scintillants disponibles dans le commerce, non miscibles à l'eau.
- 6.1.3 Éthanol, 95 %. Teh STANDARD PREVIEW
- 6.1.4 Solution étalon de radium (standards.iteh.ai)

Les solutions étalons de 226 Ra doivent être accompagnées de certificats d'étalonnage comprenant au moins l'activité volumique, l'incertitude de mesure et/ou une déclaration de conformité à une spécification métrologique identifiée.

- 6.2 Appareillage
- 6.2.1 Balance.
- **6.2.2 Flacons en verre à col large,** volume compris entre 500 ml et 1 l.
- **6.2.3 Flacon à col large,** volume compris entre 500 ml et 1 l.
- 6.2.4 Seringue étanche aux gaz.
- **6.2.5 Compteur à scintillation en milieu liquide**, équipé de préférence d'une chambre de comptage thermostatée et d'un compteur ultra-bas niveau pour atteindre de meilleures limites de détection.
- **6.2.6 Flacon à scintillation en polyéthylène,** garni de PTFE, volume 20 ml.
- **6.2.7 Flacon à scintillation en verre**, verre à faible teneur en potassium, volume 20 ml.

NOTE Les flacons en polyéthylène garnis de PTFE sont les plus adaptés car ils empêchent à la fois la diffusion du cocktail dans la paroi du flacon, la perte de radon et l'absorption du radon depuis l'environnement extérieur. Les flacons en verre, qui offrent des avantages similaires, présentent toutefois un bruit de fond très élevé dû à la teneur en 40 K.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des sources d'étalonnage

Transférer une masse précisément connue $m_{\rm S}$ de la solution étalon de $^{226}{\rm Ra}$ (6.1.4) dans un flacon à scintillations de 20 ml (6.2.6 ou 6.2.7). Diluer avec de l'eau de laboratoire (6.1.1) (voir l'ISO 3696) jusqu'à la masse préalablement choisie (par exemple 10 g). Ajouter le cocktail scintillant (6.1.2). Conserver l'échantillon pendant au moins 25 jours, jusqu'à ce que l'équilibre séculaire soit atteint. Il est également possible d'utiliser une solution étalon de $^{222}{\rm Rn}$, si elle est disponible.

Secouer vigoureusement le flacon pendant quelques secondes. Un mélangeur vortex peut également être utilisé pour secouer. Après la séparation des phases, il est requis d'attendre au moins 3 h avant de commencer le comptage. Étant donné que le ²²⁶Ra n'est pas extrait dans la phase organique, son émission alpha n'affecte pas l'étalonnage du rendement de détection du ²²²Rn.

7.2 Optimisation des conditions de comptage

Il est possible d'utiliser un comptage alpha + bêta ou un comptage alpha en appliquant la discrimination alpha-bêta (voir les instructions du fabricant).

Lorsque la discrimination alpha-bêta est appliquée, le bruit de fond et le rendement alpha sont tous deux généralement faibles ; en pratique il est constaté qu'une limite de détection beaucoup plus faible peut être atteinte.

Régler la fenêtre de comptage de manière à exclure les canaux affectés par la photoluminescence et la chimiluminescence.

NOTE Étant donné qu'il n'y a pas d'eau dans la phase du cocktail scintillant, l'affaiblissement lumineux est faible et constant. Aucune correction de l'affaiblissement lumineux n'est donc nécessaire.

7.3 Rendement de détection

Soit r_S le taux de comptage des coups de la source d'étalonnage dans la fenêtre de comptage (alpha + bêta).

Déterminer le rendement de détection à l'aide de la Formule (1):

$$\varepsilon = \frac{r_{\rm S} - r_{\rm 0}}{a_{\rm S} \cdot m_{\rm S}} \tag{1}$$

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

NOTE ε inclut à la fois l'efficacité de comptage et le rendement d'extraction. Les valeurs habituelles se situent entre environ 400 % et 500 % (émissions alpha de 222 Rn, 218 Po et 214 Po et émissions bêta de 214 Pb et 214 Bi). Si seul un comptage alpha est utilisé, une valeur ε inférieure (\leq 300 %) est à prévoir.

Il est conseillé de vérifier la linéarité de la méthode. Il convient d'évaluer le rendement en utilisant des sources d'étalonnage dont les activités couvrent la totalité du domaine de travail.

Une estimation plus précise du rendement peut être obtenue en préparant et en mesurant un certain nombre de sources d'étalonnage.

Il convient de vérifier les rendements selon une périodicité établie par le laboratoire et en cas de changement de matériaux (par exemple, de cocktail scintillant (6.1.2)) ou lorsque des opérations de maintenance sont effectuées sur le compteur à scintillation (6.2.5). Il est nécessaire d'effectuer une vérification ou un nouvel étalonnage lorsque les exigences relatives au contrôle qualité de l'instrument ne sont pas respectées.