

---

---

**Qualité de l'eau — Détermination de  
l'activité volumique des radionucléides par  
spectrométrie gamma à haute résolution**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Water quality — Determination of the activity concentration of  
radionuclides by high resolution gamma-ray spectrometry*

ISO 10703:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc2708c1-79a0-4868-a63d-1a5dc10663be/iso-10703-1997>



## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10703 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Méthodes radiologiques*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

## Introduction

La présente Norme internationale permet, après échantillonnage, traitement et, si nécessaire ou souhaitable, préparation des échantillons, la détermination simultanée de l'activité volumique de plusieurs rayons gamma émettant des radionucléides dans les échantillons d'eau, par spectrométrie gamma au germanium de très haute pureté ou à l'aide de détecteurs au germanium dérivé du lithium [Ge(Li)]. Les rayons gamma émettant des radionucléides sont très répandus tant sous la forme de radionucléides d'origine naturelle que d'origine artificielle. C'est pourquoi les échantillons environnementaux contiennent en général une multitude d'émetteurs de rayons gamma différents. La spectrométrie gamma à haute résolution offre donc un outil d'analyse utile pour effectuer des mesurages environnementaux.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 10703:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc2708c1-79a0-4868-a63d-1a5dc10663be/iso-10703-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc2708c1-79a0-4868-a63d-1a5dc10663be/iso-10703-1997>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 10703:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc2708c1-79a0-4868-a63d-1a5dc10663be/iso-10703-1997>

# Qualité de l'eau — Détermination de l'activité volumique des radionucléides par spectrométrie gamma à haute résolution

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination simultanée de l'activité volumique de divers radionucléides émettant des rayons gamma d'une énergie de  $0,1 \text{ MeV} < E < 2 \text{ MeV}$  dans les échantillons d'eau, par spectrométrie gamma à l'aide de détecteurs au germanium à haute résolution en énergie, combinés à un analyseur d'amplitude multicanal.

NOTE 1 La détermination de l'activité volumique des radionucléides émetteurs gamma dans une bande d'énergie de  $40 \text{ keV} < E < 100 \text{ keV}$  et supérieure à  $2 \text{ MeV}$  est possible dans le cadre de la présente Norme internationale, à condition que l'étalonnage et le bouclier du système de mesure soient adaptés à cette fin (voir 6.2, 8.5 et 10.3).

La présente Norme internationale prescrit les procédures pour l'étalonnage de l'énergie, la détermination de la sensibilité du système de mesurage liée à l'énergie, l'analyse des spectres et la détermination de l'activité volumique des différents radionucléides présents dans l'échantillon à analyser. La présente Norme internationale n'est applicable qu'aux échantillons homogènes. Les échantillons d'activité type comprise entre  $1 \text{ Bq}$  et  $10^4 \text{ Bq}$  peuvent être mesurés tel quel, c'est-à-dire sans dilution ni concentration, ni l'emploi de dispositifs spéciaux (électroniques).

Pour mesurer des activités inférieures à  $1 \text{ Bq}$ , il convient de concentrer l'échantillon par évaporation, en fonction de différents paramètres tels que l'énergie des rayons gamma et la probabilité d'émission par désintégration nucléaire, la taille et la géométrie de l'échantillon et du détecteur, le temps de comptage et d'autres paramètres expérimentaux. De même, lorsque l'activité est largement supérieure à  $10^4 \text{ Bq}$ , il convient soit de diluer l'échantillon, soit de ne prélever qu'une portion aliquote, soit d'augmenter la distance entre la source et le détecteur, soit de corriger les effets d'empilement.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.*

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.*

ISO 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

CEI 659:1979, *Méthodes d'essai pour les analyseurs d'amplitude multicanaux.*

CEI 973:1989, *Méthodes d'essais de détecteurs gamma en germanium.*

CEI 1151:1992, *Instrumentation nucléaire — Amplificateurs et préamplificateurs utilisés avec des détecteurs de rayonnements ionisants — Méthodes d'essai.*

### 3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

**3.1 efficacité de comptage:** Dans les conditions de détection définies, rapport du nombre de photons gamma détectés au nombre de photons gamma de même espèce émis par la source de radiation dans le même laps de temps.

**3.2 cascade gamma:** Deux ou plusieurs photons gamma différents émis successivement dans le temps de résolution, par un seul noyau lorsqu'il se désexcite en passant par un ou plusieurs niveaux d'énergie intermédiaires.

**3.3 rayonnement gamma:** Rayonnement électromagnétique émis lors d'un processus de transition nucléaire ou d'annihilation de particule.

**3.4 spectrométrie en rayons gamma:** Méthode de mesurage des rayons gamma fournissant le spectre énergétique du rayonnement gamma.

**3.5 résolution en énergie:** Mesure, à une énergie donnée, de la plus petite différence relative entre l'énergie de deux rayons gamma, pouvant être mise en évidence à l'aide d'un appareil utilisé pour la spectrométrie gamma.

NOTE 2 Dans la présente Norme internationale, la résolution en énergie est exprimée, pour les photons monoénergétiques, par un coefficient égal à la largeur à mi-hauteur du pic d'absorption totale, divisée par l'énergie au sommet de la courbe de distribution.

**3.6 constante de désintégration  $\lambda$ :** Quotient, pour un radionucléide dans un état énergétique particulier, de  $dP$  par  $dt$ , où  $dP$  est la probabilité qu'un noyau donné subisse une transition nucléaire spontanée à partir de cet état d'énergie dans l'intervalle de temps  $dt$ .

$$\lambda = \frac{dP}{dt} = -\frac{1}{N} \frac{dN}{dt}$$

où  $N$  est le nombre de noyaux concernés existant au temps  $t$ .

**3.7 temps mort:** Laps de temps devant s'écouler entre deux impulsions consécutives ou événements ionisants et le moment où ils sont reconnus par le système de détection comme impulsions ou événements discrets.

**3.8 correction du temps mort:** Correction à appliquer au nombre d'impulsions observées de façon à prendre en compte le nombre d'impulsions perdues pendant le temps mort.

**3.9 empilement:** traitement, par un spectromètre à rayonnement, des impulsions résultant de l'absorption simultanée de particules, ou photons, provenant de la désintégration de différents noyaux, par le détecteur de rayonnements. Ces particules ou photons sont donc comptabilisé(e)s comme un(e) seul(e) et unique particule ou photon dont l'énergie est comprise entre la valeur correspondant à leur énergie individuelle, et celle correspondant à la somme de toutes leurs énergies.

**3.10 pic d'absorption totale:** Pic de réponse spectrale correspondant à l'absorption totale de l'énergie des photons par l'effet photoélectrique.

**3.11 probabilité de transition:** Fraction du noyau qui se désintègre d'une manière spécifique.

#### 4 Symboles et abréviations

$A_i(t)$	est l'activité du radionucléide $i$ au temps $t$ , en becquerels;
$C_i$	est l'activité volumique du radionucléide $i$ , en becquerels par litre;
$f_{d,i}$	est le facteur de correction utilisé pour corriger l'activité volumique du radionucléide $i$ pour tenir compte de sa désintégration physique entre le moment de l'échantillonnage et celui du mesurage (sans dimension);
$f_{s,i}$	est le facteur de correction des effets de sommation affectant l'émission de photons du radionucléide $i$ à l'énergie $E$ ;
$g_i$	est la limite inférieure de détection pour le radionucléide $i$ , comme spécifié dans la présente Norme internationale, en becquerels par litre;
$g'_i$	est le seuil inférieur de décision pour le radionucléide $i$ , comme spécifié dans la présente Norme internationale, en becquerels par litre;
$k_{1-\alpha}$ et $k_{1-\beta}$	sont les coefficients de confiance correspondant aux erreurs de première ( $\alpha$ ) et de seconde espèce ( $\beta$ );
$P_{i,E}$	est la probabilité de transition du radionucléide $i$ donnant lieu à une émission de rayonnement gamma d'énergie $E$ , également appelée fraction d'embranchement de l'énergie $E$ (sans dimension);
$R_{n,E}$	est le taux de comptage net par seconde, relevé sous le pic d'absorption totale à l'énergie $E$ ;
$R_{n,i}$	est le taux de comptage net par seconde, relevé sous le pic d'absorption totale correspondant au radionucléide $i$ ;
$\bar{R}_\phi$	est le taux de comptage moyen du bruit de fond, par seconde et par kiloélectronvolt;
$t_m$	est le temps de mesurage de l'échantillon, en secondes;
$v_i$	est le coefficient de variation de l'activité volumique, découlant du caractère aléatoire de la décroissance radioactive, en pourcentage;
$V$	est le volume de l'échantillon, en litres;
$\varepsilon_E$	est l'efficacité de comptage pour une énergie $E$ donnée, (sans dimension);
$\varepsilon_i$	est l'efficacité de comptage pour un radionucléide $i$ à une énergie donnée (sans dimension);
$\lambda_i$	est la constante de désintégration du radionucléide $i$ , par seconde.

#### 5 Principe

Les rayons gammas provoquent des ionisations quand ils traversent la matière. Lorsqu'un voltage est appliqué à un détecteur semi-conducteur, ces ionisations sont, après amplification, détectées comme des impulsions électriques. La hauteur des impulsions dépend de l'énergie des photons gamma (ou photons) absorbée dans le temps de résolution du détecteur et du matériel électronique. En établissant une discrimination entre les hauteurs des impulsions, on obtient un spectre de rayons gamma. Après analyse du spectre, on attribue les différents pics aux radionucléides ayant émis les rayons gamma correspondants. On calcule ensuite la concentration en radionucléides présents dans l'échantillon à l'aide de l'efficacité du détecteur dépendant de l'énergie obtenue précédemment.

## 6 Sources de référence

Toutes les sources de référence doivent pouvoir être retrouvées dans les normes nationales.

### 6.1 Source(s) de référence relative(s) à l'étalonnage de l'énergie

Utiliser une ou plusieurs source(s) de référence émettant des rayons gamma dont on connaît précisément l'énergie et couvrant la totalité de la bande d'énergie à étudier.

NOTE 3 Il est recommandé que les sources émettrices de photons utilisées couvrent la zone énergétique en question. Choisir la source de sorte qu'elle présente un minimum de neuf pics d'absorption totale uniformément répartis sur la bande d'énergie à étudier. Les sources contenant des radionucléides à période longue (europium-152, américium-241, cobalt-60, césium-137) sont particulièrement recommandées ici. Pour des contrôles réguliers, un plus petit nombre de pics d'énergie peut être choisi.

### 6.2 Source(s) de référence pour la détermination de l'efficacité de comptage dépendant de l'énergie

Utiliser une ou plusieurs source(s) de référence des normes nationales ou internationales, dont l'incertitude totale sur l'activité est établie. Des sources multi-radionucléides peuvent aussi être utilisées. Les énergies des rayons gamma émis doivent être distribuées sur toute la bande d'énergie à analyser de telle manière que l'efficacité dépendant de l'énergie de l'appareil de mesure puisse être déterminée de façon suffisamment précise. Dans la plupart des cas, la précision est suffisante si la différence de l'efficacité de comptage entre deux énergies subséquentes est inférieure à 10 % de l'efficacité de comptage à 120 keV, en présence des radionucléides requis. Pour déterminer l'activité d'un radionucléide émetteur de rayons gamma dans la bande d'énergie  $40 \text{ keV} < E$  et  $E < 100 \text{ keV}$ , l'efficacité de comptage doit être déterminée par étalonnage à l'aide de ce radionucléide particulier.

NOTE 4 Pour la bande d'énergie  $100 \text{ keV} < E < 2\,000 \text{ keV}$ , les radionucléides suivants peuvent être utilisés: manganèse-54, cobalt-57, zinc-65, strontium-85, yttrium-88, cadmium-109, étain-113, césium-137, cérium-139, mercure-203. Il convient d'utiliser avec précaution les radionucléides ayant des transitions en cascade (par exemple, le cobalt-60 et le césium-134) (voir 10.6.1).

## 7 Réactifs

Utiliser les réactifs suivants lorsque l'échantillon est concentré par évaporation avec rétention d'iode. Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

**7.1 Acide nitrique concentré** ( $\text{HNO}_3$ ),  $\rho = 1,42 \text{ g/ml}$ .

**7.2 Acide sulfurique concentré** ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ),  $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$ .

**7.3 Solution de nitrate d'argent**,  $\rho = 3,2 \text{ g/l}$ .

Dissoudre 3,2 g de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) dans de l'eau acidifiée avec 0,1 ml d'acide nitrique (7.1) et diluer avec de l'eau jusqu'à un volume total de 1 litre.

**7.4 Solution d'iodure de potassium**,  $\rho = 1,3 \text{ g/l}$ .

Dissoudre 1,3 g d'iodure de potassium (KI) dans 1 litre d'eau.

**7.5 Sulfite de sodium**, ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ).

**7.6 Solution de peroxyde d'hydrogène** ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ),  $\rho = 0,3 \text{ g/l}$ .

**7.7 Solution de carbonate de sodium** ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), saturée à 20 °C.



## 8 Appareillage

L'appareil de mesure consiste en deux parties principales: le détecteur et le dispositif permettant de traiter, mémoriser et analyser les signaux émis par le détecteur. Le signal de sortie du détecteur est en général acheminé dans un analyseur d'amplitude multicanal (MCA). Les MCA ont dans la plupart des cas été remplacés par des mémoires tampons d'un analyseur multicanal, et tout le traitement des données (affichage, mémorisation et analyse) est effectué par un microprocesseur avec logiciels et matériels périphériques associés. Pour les besoins de la présente Norme internationale, on peut utiliser l'une ou l'autre de ces possibilités, mais l'analyse des données se fait par ordinateur.

L'appareillage doit nécessairement être constitué des différentes parties suivantes:

### 8.1 Cristal de germanium de très haute pureté ou de germanium dérivé du lithium [Ge(Li)].

Les performances du détecteur doivent être essayées conformément à la CEI 973.

NOTE 5 Dans le commerce, on trouve trois principaux types de détecteurs: planaires, coaxiaux et en forme de puits, chacun présentant des avantages particuliers suivant les circonstances. Les détecteurs coaxiaux, par exemple, sont utilisés en général avec des échantillons dont on dispose d'un volume important, tandis que ceux en forme de puits sont plus efficaces lorsqu'il s'agit de faibles volumes. De plus amples détails concernant les détecteurs sont donnés dans la référence [1] de l'annexe B.

### 8.2 Source d'énergie électrique haute tension.

**AVERTISSEMENT — Prendre les précautions de sécurité nécessaires en suivant les instructions du constructeur.**

iTeh STANDARD PREVIEW

**8.3 Préamplificateur**, qui détermine pour une grande part la qualité de tout le système de mesure, puisque le bruit et la résolution en énergie dépendent des caractéristiques du préamplificateur.

NOTE 6 Habituellement, le préamplificateur est situé à proximité du détecteur. Refroidir l'étage d'entrée du préamplificateur diminue le niveau du bruit et améliore la résolution en énergie.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc2708c1-79a0-4868-a63d-1a5dc10663be/iso-10703-1997>

**8.4 Cryostat**, capable de maintenir le détecteur à une température proche de celle de l'azote liquide.

Effectuer l'opération à basse température afin de diminuer la fuite de courant et le niveau du bruit électronique du détecteur et du préamplificateur. Il est recommandé d'installer une mise hors-circuit automatique ainsi qu'un signal d'alarme dont les mises en marche commandées par une augmentation de la température (provoquée, par exemple, par un dysfonctionnement du cryostat ou une perte d'azote liquide). Tout échauffement endommagera les détecteurs au Ge(Li).

Un détecteur au germanium de haute pureté peut être installé à température ambiante, cependant, il doit être refroidi lorsqu'un voltage légèrement polarisé est appliqué.

### 8.5 Bouclier

Afin de réduire les signaux du bruit de fond provenant principalement des radionucléides d'origine naturelle, le détecteur doit être pourvu d'un bouclier sur tous ses côtés, y compris le fond, avec du fer ou du plomb. Si l'on doit procéder à des mesurages dans la bande d'énergie  $40 \text{ keV} < E < 100 \text{ keV}$ , le carter doit consister en trois couches successives de cadmium, de cuivre et de méthacrylate de polyméthyle afin de parvenir à un bruit de fond faible et constant en atténuant les rayons X émis dans l'enceinte du bouclier.

Le bouclier est important pour diminuer le niveau du bruit de fond, spécialement si l'on doit effectuer des mesurages de faibles niveaux d'activité. Les mesures suivantes peuvent être prises:

- emploi de plomb de faible activité; si possible il convient de ne placer aucun écran à proximité du détecteur;
- il convient de choisir avec soin la ventilation, la filtration de l'air, les matériaux de construction ainsi que les autres matériaux du système, de façon à réduire l'activité volumique et à obtenir de faibles niveaux de rayonnement de fond.

## 8.6 Amplificateur principal

L'amplificateur principal doit avoir des caractéristiques linéaires pour ce qui concerne les signaux d'entrée et de sortie, ainsi que des possibilités de mise en forme des impulsions. Il doit être équipé d'un réseau de pôles et de zéros et d'un dispositif de rétablissement de la composante continue. La conformité des paramètres caractéristiques réels aux spécifications du constructeur doit être vérifiée conformément à la CEI 1151.

NOTE 7 Lorsqu'on peut s'attendre à des taux de comptage élevés ( $> 5\,000\text{ s}^{-1}$ ), un circuit de rejet des empilements d'impulsions peut s'avérer utile. L'utilisation d'un tel circuit nécessite une grande expérience.

## 8.7 Analyseur d'amplitude multicanal (MCA) ou tampon d'amplitude multicanal (MCB)

L'analyseur d'amplitude multicanal doit comporter au moins 1 024 canaux. Pour une bonne résolution, 2 048 canaux sont recommandés. Les performances de l'analyseur d'amplitude multicanal doivent être essayées conformément à la CEI 659.

## 8.8 Ordinateur avec logiciels et matériels périphériques associés

L'ordinateur, avec les logiciels et matériels périphériques lui étant associés, doit pouvoir:

- traiter les données provenant du MCA ou du MCB;
- reproduire ces données sur un écran vidéo, une table traçante ou une imprimante, et les garder en mémoire;
- déterminer, en utilisant la source de référence appropriée, la relation entre le numéro de canal et l'énergie lui correspondant sur toute la bande d'énergie à étudier (voir 6.1);
- déterminer, en utilisant la source de référence appropriée, l'efficacité de comptage dépendant de l'énergie sur toute la bande d'énergie à étudier (voir 6.2);
- détecter les pics, en déterminant les caractéristiques, telles que: position, largeur à mi-hauteur, comptage net enregistré sous le pic, et déterminer l'incertitude de ce nombre;
- identifier les radionucléides responsables des pics d'absorption totale à l'aide des données de la littérature concernant les radionucléides (par exemple [2] à [6] dans l'annexe B);
- calculer l'activité des différents radionucléides sur la base du comptage, du temps de comptage, de l'efficacité de comptage, ainsi que des données de la littérature concernant la radionucléides (par exemples [2] à [6] dans l'annexe B);
- calculer l'écart-type de l'activité des radionucléides identifiés, ou la limite de détection des radionucléides à mesurer mais n'étant pas présents dans l'échantillon.

Si nécessaire, les calculs et l'identification peuvent être effectués manuellement.

Il est recommandé de vérifier régulièrement les résultats de l'analyse informatique du spectre car des anomalies ou des erreurs assez grossières peuvent apparaître. Il est conseillé d'utiliser une norme de laboratoire pour vérifier les performances de l'appareillage. Des comparaisons entre des séries de mesurages peuvent aussi aider à vérifier les performances de l'appareillage et celles de l'analyse.

## 9 Échantillonnage

L'échantillon doit être prélevé et conservé selon l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-2 et l'ISO 5667-3. Il faut faire particulièrement attention aux étapes suivantes:

- l'identification de l'échantillon (lieu, heure et méthode suivie);
- le temps écoulé entre le moment de l'échantillonnage et le mesurage de l'échantillon;

- l'homogénéité de l'échantillon; s'il contient des matières particulières pouvant diminuer son homogénéité, les éliminer par filtration, et le résidu doit être mesuré séparément si nécessaire (voir également 10.1.1);
- utiliser pour l'échantillonnage des flacons de polyéthylène avec de l'acide chlorhydrique 1 mol/l, puis rincés avec une solution d'acide nitrique dilué et ensuite avec de l'eau distillée ou déionisée;
- tout de suite après l'échantillonnage, le pH de l'échantillon doit être ajusté à une valeur  $< 2$ , à l'aide d'acide nitrique; en présence de matières particulières, procéder à leur élimination par filtration ou centrifugation avant l'acidification (voir 10.1.1);
- entre l'acidification et le mesurage, l'échantillon doit être transporté et/ou conservé à l'abri de la lumière et à une température entre  $0\text{ °C} < t < 5\text{ °C}$ ;

Si l'on doit doser le radio-iodé, il est préférable d'utiliser, pour acidifier l'échantillon, de l'acide chlorhydrique plutôt que de l'acide nitrique.

NOTE 8 Dans certains cas, il peut s'avérer préférable d'ajouter à l'échantillon une solution vecteur. Par exemple, lorsqu'il s'agit de doser les eaux résiduaires d'une centrale nucléaire, il est possible d'utiliser une solution vecteur comme décrit dans l'annexe A.

## 10 Mode opératoire

### 10.1 Préparation de l'échantillon

La présente Norme internationale donne la description de trois modes opératoires différents pour la préparation de l'échantillon d'eau. Le rapport d'essai doit préciser la méthode choisie, parmi les trois décrites de 10.1.1 à 10.1.3.

Le choix de la méthode dépend de la limite de détection requise (voir 10.1.1 ou 10.1.2). Cependant, si des radio-nucléides d'iode doivent être dosés, il faut choisir, en fonction de la limite de détection requise, entre la méthode décrite en 10.1.1 et celle décrite en 10.1.3.

#### 10.1.1 Dosage direct

Il faut procéder à un mesurage direct lorsque l'on s'attend à des activités volumiques relativement élevées, par exemple pour les contrôles de la radioactivité et en cas d'accident. Après filtration sur filtre moléculaire (porosité de  $0,45\ \mu\text{m}$ ), acidifier l'échantillon (voir article 9) et effectuer un dosage direct (voir 10.4) de préférence dans un bécher de Marinelli.

Doser séparément le résidu resté sur le filtre. Dans le rapport d'essai, indiquer qu'il s'agit d'un «dosage direct», en donnant les résultats pour les «liquides» et pour les «solides», chacun par rapport au volume de l'échantillon. La concentration en masse des matières en suspension doit aussi être mentionnée.

NOTE 9 Lors du dosage, l'homogénéisation de l'échantillon, par exemple en remuant ou en ajoutant un agent gélifiant, est possible. Dans ce cas, il convient d'indiquer que les résultats sont des totaux.

#### 10.1.2 Évaporation sans rétention d'iode

Évaporer l'échantillon jusqu'à ce qu'il n'y ait plus qu'une faible quantité d'eau avec les matières solides. Transvaser l'échantillon concentré dans un petit récipient, évaporer le reste et sécher l'échantillon à  $105\text{ °C}$  pendant 30 min. Déterminer la masse du résidu et le doser. Le rapport d'essai doit mentionner la méthode utilisée comme étant une «évaporation sans rétention d'iode». Les résultats doivent apparaître sous forme d'un «total», sauf si les matières en suspension sont comptées à part.

#### 10.1.3 Évaporation avec rétention d'iode

Tout en agitant, ajouter à l'échantillon 10 ml d'une solution d'iodure de potassium (7.4), 0,1 g de sulfite de sodium (7.5) et 5 ml d'acide sulfurique (7.2) par litre d'échantillon non filtré. Après avoir remué pendant 5 min, ajouter