

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9697

Première édition
1992-12-15

**Qualité de l'eau — Mesurage de l'activité bêta
globale dans l'eau non saline**

iTeh STANDARD PREVIEW
Water quality — Measurement of gross beta activity in non-saline water
(standards.iteh.ai)

[ISO 9697:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a59cdc4-0fc9-4361-a55d-8695c571320a/iso-9697-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a59cdc4-0fc9-4361-a55d-8695c571320a/iso-9697-1992>



Numéro de référence
ISO 9697:1992(F)

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 9697 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité *SC 93, Méthodes radiologiques*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a59cdc4-0fc9-4361-a55d-8695c571320a/iso-9697-1992>

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe B est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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

Qualité de l'eau — Mesurage de l'activité bêta globale dans l'eau non saline

AVERTISSEMENT — Pour travailler aux hautes tensions utilisées dans les instruments de comptage, il convient de se référer aux règles de sécurité fournies par le fabricant.

Il existe, dans tous les pays, des réglementations relatives à l'utilisation des matières radioactives en laboratoire. Ces réglementations doivent être appliquées et il est recommandé aux utilisateurs potentiels de se mettre en contact avec les autorités réglementaires.

1 Domaine d'application

1.1 Substances dosées

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de l'activité bêta globale dans l'eau non saline. Cette méthode est applicable aux radionucléides non volatils émettant des particules bêta d'énergie maximale supérieure à 0,3 MeV. Les émetteurs bêta de très basse énergie, notamment ^3H , ^{14}C , ^{35}S et ^{241}Pu , ne sont pas pris en compte dans la détermination.

1.2 Limites d'application

La méthode décrite est applicable à l'analyse des eaux brutes et des eaux potables, mais non directement applicable, c'est-à-dire sans adaptation préalable, à celle des eaux salines ou minéralisées.

1.3 Étendue du dosage

La taille des échantillons est limitée par la quantité de composés inorganiques contenus dans l'eau et par la taille des plaques pouvant être utilisées dans l'instrument de comptage.

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:—¹⁾, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

ISO 9964-1:—²⁾, *Qualité de l'eau — Dosage du sodium et du potassium — Partie 1: Dosage du sodium par spectrométrie d'absorption atomique.*

3 Principe

L'échantillon est stabilisé par acidification, évaporé jusqu'à dessiccation presque totale, transformé en sulfate puis calciné à 350 °C. Une partie du résidu est transférée sur une plaque et l'activité bêta mesurée au moyen d'un compteur Geiger préala-

1) À publier. (Révision de l'ISO 5667-3:1985)

2) À publier.

blement étalonné avec une source de référence de potassium.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et avoir une activité de fond la plus faible possible.

NOTE 1 Une méthode de contrôle est décrite en 10.1.

4.1 Eau.

Utiliser, pour toutes les applications, de l'eau distillée ou désionisée.

NOTES

2 L'eau distillée (ou désionisée) utilisée pour les déterminations à blanc dans la méthode elle-même et pour la préparation des réactifs présentera une activité faible au regard de l'activité la plus basse relevée dans les échantillons.

3 Les spécifications de certaines résines échangeuses d'ions indiquent qu'elles peuvent contenir du ^{90}Sr (entraîné par élution). Si l'on utilise de l'eau désionisée, il convient d'effectuer des contrôles sur chaque nouvelle livraison, avant utilisation.

4.2 Source étalon de référence, chlorure de potassium, séché à masse constante à 105 °C.

4.3 Acide nitrique concentré, à 50 % (V/V).

Diluer 100 ml \pm 5 ml d'acide nitrique ($\rho = 1,42$ g/ml) en complétant à 200 ml \pm 5 ml avec de l'eau (4.1).

4.4 Acide sulfurique concentré, $\rho = 1,84$ g/ml.

4.5 Solvants organiques volatils, méthanol et acétone.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Compteur Geiger à faible bruit de fond ou autre assemblage de comptage.

La distance source-détecteur ne doit pas dépasser 10 mm (10 mm d'air correspondent à une épaisseur massique de 0,01 mg/mm²). Le système de détection doit pouvoir présenter à la source une surface d'absorption extérieure d'épaisseur égale à 0,07 mg·mm⁻² \pm 0,02 mg·mm⁻² (7 mg·cm⁻² \pm 2 mg·cm⁻²). Cette condition est réalisable en utilisant soit la fenêtre en bout du détecteur seule, soit une fenêtre en bout mince augmentée d'un absorbant d'épaisseur appropriée. Par ailleurs, l'utilisation éventuelle d'un dispositif de

coïncidence/anticoïncidence en vue de réduire le fond ne doit pas affecter le rendement de comptage aux différentes énergies d'émission.

NOTE 4 Il est souhaitable que le fond de rayonnement mesuré soit inférieur à 1 coup par minute (cpm), mais il suffit en général qu'il ne dépasse pas 5 coups par minute (voir 9.2).

5.2 Plaque (plateaux de comptage), d'épaisseur au moins égale à 2,5 mg·mm⁻² (250 mg·cm⁻²). Les plaques utilisées doivent être en acier inoxydable, avec un rebord, afin que la rétrodiffusion de saturation soit atteinte aux énergies inférieures ou égales à 3,6 MeV.

NOTES

5 Le diamètre de la plaque doit être choisi en fonction des caractéristiques du compteur, c'est-à-dire du diamètre du détecteur et des dimensions de l'élément porte-source.

6 L'acier inoxydable contient parfois du ^{60}Co contaminant, qui peut affecter le résultat obtenu pour le fond mais pas nécessairement pour l'échantillon ou le témoin à blanc, l'activité étant absorbée par le résidu.

7 Il est nécessaire de répartir uniformément la source. Certains opérateurs trouvent ceci plus facile à réaliser sur une surface de métal poli, d'autres préfèrent utiliser une surface décapée ou rugueuse (on procède par décapage au sable ou corrosion chimique).

5.3 Four à moufle, permettant le maintien de la température à 350 °C \pm 10 °C.

6 Échantillonnage

Verser, dans une fiole propre en polyéthylène, 20 ml \pm 1 ml d'acide nitrique (4.3) par litre d'échantillon à prélever, puis prélever l'échantillon selon la méthode de l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-2 et l'ISO 5667-3. L'acidification permet de réduire l'adsorption de la radioactivité par les parois de la fiole. Conserver à 4 °C \pm 2 °C et analyser l'échantillon dès que possible.

Si l'on désire mesurer l'activité de l'échantillon filtré, procéder à la filtration immédiatement après le prélèvement et avant l'acidification.

NOTE 8 L'activité se répartit entre des éléments dissous et des éléments absorbés sur des particules en suspension. Si l'on procède à une filtration, il faut donc le faire avant l'acidification qui peut modifier cette répartition.

7 Mode opératoire

7.1 Étape préliminaire

NOTE 9 Il est souhaitable de ne pas conduire l'analyse dans un local où sont utilisés des traceurs radioactifs.

Déterminer la teneur totale de l'eau en matières solides suivant la méthode décrite dans l'annexe A. En tenant compte des modifications de composition qui résultent de la calcination à 350 °C et de la sulfatation des résidus, calculer le volume d'échantillon nécessaire pour obtenir un résidu solide de masse légèrement supérieure à 0,1A mg (A étant l'aire de la plaque (5.2) en millimètres carrés). En fonction du résultat obtenu, prélever un échantillon de volume suffisant pour l'étape de concentration décrite ci-dessous.

7.2 Concentration

Transvaser dans un bécher un volume V , en litre (mesuré à $\pm 1\%$ près) de l'échantillon (voir article 6) permettant d'obtenir au moins 0,1A mg de résidu après la calcination.

NOTE 10 Dans le cas d'eaux très douces, le volume nécessaire pour obtenir 0,1A mg peut être trop important pour que son prélèvement soit possible. (voir aussi note 12).

Procéder avec soin à l'évaporation sur une plaque chaude jusqu'à obtention d'un volume de 50 ml environ, puis laisser refroidir.

Transvaser la solution concentrée dans une capsule tarée en silice (ou en porcelaine émaillée) préalablement portée à 350 °C. Laver soigneusement le bécher avec le moins d'eau (4.1) possible, et verser les eaux de lavage dans la capsule.

NOTE 11 Si le bécher utilisé est grand, il peut être commode de transvaser les eaux de lavage dans un bécher plus petit (par exemple, de 500 ml). On peut ensuite les concentrer jusqu'à obtention d'un faible volume afin de faciliter le transvasement dans la capsule en silice.

7.3 Sulfatation

Vérifier que les eaux de lavage contenues dans la capsule ont refroidi et ajouter 1 ml ($\pm 20\%$) d'acide sulfurique (4.4).

NOTE 12 Avec certaines eaux, le résidu obtenu après évaporation et dessiccation est impropre au mesurage de l'activité (parce qu'hygroscopique ou difficile à étaler). La sulfatation permet souvent de résoudre cette difficulté. Le volume d'acide sulfurique employé permet la sulfatation de 1,8 g environ de carbonate de calcium. Pour avoir un excès d'acide, il convient de choisir le volume initial de l'échantillon de façon à ce que sa teneur totale en matières solides ne dépasse pas 1 g. (Pour certaines eaux, des expériences de contrôle peuvent montrer l'inutilité de cette étape.)

Procéder avec soin à l'évaporation à sec du contenu de la capsule.

Pour éviter les projections, exposer la capsule à la chaleur par le dessus (en utilisant une lampe à in-

frarouge ou autre du même type), et chauffer jusqu'à dégagement de vapeurs d'acide sulfurique. Transférer alors la capsule sur une plaque chaude et continuer à chauffer jusqu'à dégagement total des vapeurs.

7.4 Calcination

Transférer la capsule et son contenu dans un four à moufle (5.3) et calciner pendant 1 h à température égale à 350 °C \pm 10 °C, puis laisser refroidir dans un dessiccateur.

Peser la capsule et le résidu et calculer par différence la masse m , en milligrammes, du résidu calciné.

7.5 Préparation de la source

Peser 0,1A mg ($\pm 1\%$) de cendres et les déposer sur une plaque (5.2). Broyer éventuellement les cendres au pilon, dans un mortier, si elles ne sont pas assez fines. Soit m_r mg la masse du résidu.

Si la masse de résidu obtenue à partir du volume V utilisé en 7.2 est inférieure à 0,1A mg, déposer sur la plaque une quantité aussi grande que possible de résidu.

Étaler uniformément le résidu sur la surface de la plaque, en le délayant dans quelques gouttes de solvant organique volatil (4.5), puis laisser sécher.

NOTE 13 Il est admis de couvrir l'échantillon avec une fine feuille de mylar.

7.6 Comptage

Préparer le compteur Geiger ou tout autre assemblage de comptage des particules bêta (5.1) conformément aux instructions du fabricant.

Mesurer par comptage l'activité présente sur la plaque, pendant un temps convenable. Soit R_b s⁻¹ le taux de comptage ainsi obtenu.

NOTE 14 Le temps de comptage est fonction des taux de comptage obtenus pour l'échantillon et le fond, ainsi que de la fidélité requise (voir article 9).

7.7 Détermination du fond de rayonnement

Mesurer l'activité de fond à l'aide d'une plaque (5.2) identique à la précédente, mais vierge. Soit R_0 s⁻¹ le taux de comptage ainsi obtenu. Des comptages répétés confirment la stabilité du fond.

7.8 Mesurage de la source de référence

Répéter les opérations 7.5 et 7.6 en remplaçant les cendres par du chlorure de potassium (4.2). Soit R_s s⁻¹ le taux de comptage ainsi obtenu.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de l'activité volumique

Calculer l'activité volumique c , en becquerels par litre, de la solution d'après l'équation

$$c = R_n \times \frac{1}{\varepsilon_s} \times \frac{1}{V_p} \quad \dots (1)$$

où

c est l'activité bêta, en becquerels par litre;

R_n est le taux de comptage de l'échantillon, par seconde, corrigé du comptage de fond;

ε_s est le rendement de comptage partiel pour l'étalon de ^{40}K ;

V_p est le volume d'échantillon, en litres, correspondant à la masse de matière sèche déposée sur la plaque.

On a donc

$$R_n = R_b - R_0$$

où

R_n est le taux de comptage obtenu pour l'échantillon, en impulsions par seconde (voir 7.6);

R_0 est le taux de comptage obtenu pour le fond, en impulsions par seconde (voir 7.7),

et

$$\varepsilon_s = \frac{(R_s - R_0)}{0,1A \times 14,4} \times 1\,000$$

où

R_s est le taux de comptage obtenu pour l'étalon, en impulsions par seconde (voir 7.8);

A est l'aire de la plaque, en millimètres carrés;

$0,1A$ est la masse de chlorure de potassium solide ou de la cendre, en milligrammes, sur la plaque (voir 7.8).

NOTE 15 L'activité β du ^{40}K est égale à $27,4 \text{ Bq}\cdot\text{g}^{-1}$ dans le potassium naturel (voir [4]), et donc à $14,4/1\,000 \text{ Bq}\cdot\text{mg}^{-1}$ dans le chlorure de potassium. Un becquerel est égal à une désintégration par seconde.

Comme, par ailleurs

$$V_p = \frac{V}{m} \times 0,1A$$

où

V est le volume de l'échantillon, en litres (voir 7.2);

m est la masse, en milligrammes, de résidu calciné obtenue à partir du volume V , (voir 7.4).

L'équation générale (1) devient

$$c = \frac{(R_b - R_0) \times 0,1A \times 14,4 \times m}{(R_s - R_0) \times 1\,000V \times 0,1A}$$

$$= \frac{(R_b - R_0) \times 14,4 \times m}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V}$$

L'équation finale donnant l'activité volumique peut donc s'écrire, pour c en becquerels par litre,

$$c = \frac{(R_b - R_0) \times 14,4 \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V} \quad \dots (2)$$

NOTE 16 Il est important d'introduire dans l'équation finale le facteur 1,02 pour tenir compte de l'addition de 20 ml par litre d'acide nitrique comme agent stabilisant (voir article 6).

S'il est nécessaire d'exprimer la radioactivité de l'échantillon en excluant celle du ^{40}K , évaluer la contribution du potassium en mesurant sa concentration dans l'échantillon selon la méthode de l'ISO 9964-1. À partir de la valeur ainsi obtenue, calculer la radioactivité correspondante en se référant à la première note 15 et soustraire le résultat de c .

9 Fidélité

9.1 Écart-type

L'écart-type s_c associé à l'activité de l'échantillon (corrigée du fond de rayonnement) est de la forme:

$$s_c = \sqrt{\frac{R_b}{t_b} + \frac{R_0}{t_0}} \times \frac{14,4 \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V} \quad \dots (3)$$

où t_b et t_0 sont les temps de comptage respectifs de l'échantillon et du fond de rayonnement. L'écart-type associé au comptage de la source étalon de chlorure de potassium étant négligeable au regard de celui qui est associé au comptage de l'échantillon, le résultat doit être indiqué avec un écart-type «exclusivement lié aux erreurs de comptage».

9.2 Limite de détection

La limite de détection pour la détermination de l'activité bêta globale peut être calculée avec un bon niveau d'approximation d'après la formule sui-

vante, pour une probabilité d'erreur α ou un coefficient de confiance k :

$$c_{\min} = k \frac{a_s \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V} \times \sqrt{\frac{R_0}{t_b} \left(1 + \frac{t_b}{t_0}\right)}$$

où a_s est l'activité spécifique de l'étalon, en becquerels par gramme.

La limite de détection est fonction des composés inorganiques contenus dans l'eau, des radionucléides présents, de l'appareillage utilisé et du temps de comptage.

Les résultats donnés au tableau 1 ont été obtenus avec un échantillon de ^{137}Cs ($723 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$).

Le tableau 2 donne les valeurs de l'aire de la source, du temps de comptage, du taux de comptage obtenu pour le fond et des degrés de liberté.

Tableau 1

Laboratoire	Résidu		Limite de détection $\text{mBq}\cdot\text{l}^{-1}$
	m/V	$\pm m/V$ 1)	
AERE	522	1,4	40
LGC	578	2,8	70
WRC	535	2,5	114

AERE: Atomic Energy Research Establishment (Harwell)
LGC: Laboratory of the Government Chemist (Londres)
WRC: Water Research Centre (Stevenage)

1) Voir définition de m et V dans l'article 7.

9.3 Sensibilité

Le rendement de comptage varie d'environ 0,05 à 0,5 suivant l'énergie de particules bêta. L'utilisation du ^{40}K comme étalon conduit à une surestimation des radionucléides d'énergie $\beta_{\max} > 1,32 \text{ MeV}$ et une sous-estimation des radionucléides d'énergie β_{\max} basse.

nues sont négligeables comparées à celle de l'échantillon. Effectuer un contrôle global de contamination du système en traitant 1 litre $\pm 10 \text{ ml}$ d'eau distillée acidifiée avec $20 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$ d'acide nitrique (4.3), à laquelle ont été ajoutés $0,14 \text{ mg}$ de gel de silice de qualité réactif chromatographique, et en mesurant l'activité. Comparer le résultat obtenu avec l'activité de $0,14 \text{ mg}$ de gel de silice directement déposé sur une plaque.

10 Mise en évidence des interférences

10.1 Contamination

Effectuer un contrôle de contamination des réactifs en concentrant les volumes de réactifs utilisés dans la détermination par évaporation sur des plaques séparées. Vérifier que les valeurs de l'activité obtenues

Vérifier à nouveau que la différence d'activité est négligeable au regard de celle de l'échantillon. Si tel n'est pas le cas, choisir des réactifs d'activité plus faibles, ou introduire dans la méthode l'analyse d'un échantillon à blanc en substituant à l'opération 7.7 la procédure de vérification de la contamination globale du système décrite au premier alinéa de ce paragraphe.

Tableau 2

Laboratoire	Aire de la source cm^2	Temps de comptage s	Taux de comptage du fond $\text{c}\cdot\text{s}^{-1}$	Rendement de comptage pour le ^{40}K (nombre de coups par désintégration)	Degrés de liberté ($n - 1$)	Activité mesurée	
						$\text{mBq}\cdot\text{l}^{-1}$	% s
AERE	19,6	$1,2 \times 10^4$	0,014	0,29	5	370	6,9
LGC	20,3	6×10^4	0,116	0,29	5	401	3,7
WRC	19,6	6×10^4	0,153	0,30	5	409	16,9

AERE: Atomic Energy Research Establishment (Harwell)
LGC: Laboratory of the Government Chemist (Londres)
WRC: Water Research Centre (Stevenage)

10.2 Pertes d'activité

Certains radionucléides se perdent évidemment au cours de la détermination, ou s'avèrent impossibles à mesurer par la méthode prescrite. La totalité de l' ^3H et du ^{14}C et une partie du ^{35}S , par exemple, disparaissent lors de l'évaporation et de la calcination.

Avec une auto-absorption de $0,1 \text{ mg}\cdot\text{mm}^{-2}$ ($10 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$), les émetteurs β de basse énergie ne sont pas mesurés (ou seulement avec un très faible rendement). Parmi les radionucléides de la famille de l'uranium, le ^{222}Rn disparaît au cours du traitement mais, avec ses descendants émetteurs bêta, le ^{214}Pb et le ^{214}Bi , croît ensuite à nouveau dans la source analysée, à partir du ^{226}Ra présent.

10.3 Variations de réponse du système

NOTE 17 Le phénomène inévitable, d'auto-absorption se traduit par des variations du rendement de comptage, qui sont fonction de la composition de l'eau. Il convient de déterminer la réponse du système aux radionucléides susceptibles d'être rencontrés en ensemençant de la silice ou une autre matière neutre avec des quantités connues de solutions étalons de ces radionucléides. Après séchage minutieux et homogénéisation, on peut préparer des sources d'épaisseur égale à $0,0014 \text{ mg}\cdot\text{mm}^{-2}$ ($0,14 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$) et analyser leur activité. Il est alors possible de calculer la réponse du compteur, en taux de comptage par unité d'activité ($\text{coups s}^{-1}\cdot\text{Bq}^{-1}$).

10.4 Contrôle de qualité

Suivre les suggestions du fabricant relatives au contrôle de qualité des instruments, et préparer en outre des cartes d'assurance qualité pour les étalons de chlorure de potassium (voir 7.8) et les plaques de comptage du fond de rayonnement (voir 7.7) qui ont été analysés avec chaque lot d'échantillons.

On trouvera à ce sujet des informations plus détaillées dans l'ISO/CD 8465³⁾ Guide pour les cartes de contrôle.

NOTE 18 Il est possible de contrôler les performances d'un opérateur en lui faisant préparer six sources au moins, obtenues chacune en ajoutant à 1 litre d'eau distillée une quantité connue de chlorure de potassium connue et suffisante pour permettre l'obtention après calcination d'au moins $0,14 \text{ mg}$ de résidu en vue de la préparation de la source à analyser.

11 Réglementation

S'assurer que l'ensemble des réglementations nationales et internationales qui régissent l'utilisation des matières radioactives et le traitement des déchets dans chacun des pays d'application sont respectées.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon, y compris la durée de l'échantillonnage;
- valeur de l'activité bêta globale, en becquerels par litre, indiquée avec trois chiffres significatifs;

Si le résultat est inférieur à la limite de détection telle que définie en 9.2, le signaler explicitement;

- date du comptage et de l'échantillonnage et temps effectif de comptage;
- tous détails particuliers relevés au cours du dosage;
- tous détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale;
- tous détails opératoires considérés comme facultatifs, par exemple la filtration de l'échantillon.

3) À publier.

Annexe A (normative)

Détermination, par séchage à 180 °C, de la teneur totale en matières dissoutes

A.1 Caractéristiques de la méthode

A.1.1 Substances dosées

Matières non volatiles, organiques et/ou inorganiques, restant dans l'eau après filtration sur membrane de 0,45 µm.

A.1.2 Types d'échantillons

Eaux naturelles et polluées et certains effluents, à l'exclusion de l'eau de mer et des eaux à forte teneur à la fois en magnésium et en chlorures (voir toutefois A.10).

A.1.3 Principe de la méthode

Filtration sur membrane. Détermination de la masse des matières en solution dans le filtrat, par évaporation, séchage à 180 °C et pesée (voir également A.10).

A.1.4 Étendue du dosage

La limite inférieure d'application est fonction de la sensibilité de la balance utilisée. Il n'existe pas réellement de limite supérieure.

A.1.5 Écart-type (voir tableau A.1)

Tableau A.1

Teneur en matières dissoutes obtenue par séchage à 180 °C mg/l	Écart-type (dans un lot) mg/l	Degrés de liberté
569	5,32	9
343	5,54	9
202	2,89	9

NOTE — Source: Mid-Kent Water Company

A.1.6 Limite de détection

Environ 10 mg/l, comme indiqué, mais dépend de la balance utilisée.

A.1.7 Sensibilité

Pour une partie aliquote de 100 ml, chaque quantité élémentaire de 10 mg/l de matières solides dissoutes correspond à une variation de masse de 1 mg.

A.1.8 Erreur systématique

L'erreur systématique est indéterminée mais, au vu de la méthode utilisée, probablement légèrement négative et variable suivant les échantillons. Elle peut toutefois être légèrement positive si l'échantillon contient des sels hygroscopiques. Certains composés organiques peuvent être carbonisés, d'autres volatilisés (par exemple, les sels d'ammonium).

A.1.9 Interférences

Aucun essai spécifique n'a été réalisé, mais il peut être nécessaire de prolonger le séchage à 180 °C dans le cas des eaux contenant des bicarbonates, pour assurer leur transformation totale en carbonates.

A.1.10 Durée de l'analyse

Variable suivant le type d'échantillon analysé, généralement inférieure à un jour.

A.2 Domaine d'application

A.2.1 Objet

La méthode permet de doser les matières non volatiles organiques et/ou inorganiques restant dans l'eau après filtration sur membrane de porosité égale à 0,45 µm.

A.2.2 Limites d'application

La méthode est applicable aux eaux naturelles et polluées et à certains effluents.