NORME INTERNATIONALE

ISO 9697

Troisième édition
2015-04-01

Qualité de l'eau — Activité bêta globale des eaux non salines — Méthode d'essai par source concentrée

Water quality — Gross beta activity in non-saline water — Test method using thick source

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abfe69fe-fefd-4780-a95c-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

Numéro de référence
ISO 9697:2015(F)

© ISO 2015

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abfe69fe-fefd-4780-a95c-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

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

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Symboles, définitions et unités **2**
4 Principe **3**
5 Réactifs et matériel **3**
5.1 Réactifs 3
5.2 Matériel 4
6 Mode opératoire **4**
6.1 Échantillonnage 4
6.2 Prétraitement 4
6.3 Étape de concentration 5
6.4 Étape de sulfatation 5
6.5 Étape de calcination 5
6.6 Préparation de la source 5
6.7 Mesurage 6
6.8 Détermination du bruit de fond de comptage 6
6.9 Préparation de sources d'étalonnage 6
6.10 Sensibilité et biais 7
6.11 Optimisation de la détermination 7
7 Contrôle de la source **7**
7.1 Contrôle de contamination 7
7.2 Déséquilibre potentiel des radionucléides 7
8 Expression des résultats **8**
8.1 Calcul de l'activité volumique 8
8.2 Incertitude-type 9
8.3 Seuil de décision 9
8.4 Limite de détection 10
8.5 Limites de l'intervalle de confiance 10
9 Rapport d'essai **10**
Annexe A (informative) **Exemple de critères de performance** **12**
Bibliographie **13**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abfe69fe-fefd-4780-a95c-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

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 appelée 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Pour une explication de 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abfe69fe-fefd-4780-a95c-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous–comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 9697:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

 © ISO 2015 – Tous droits réservés

Introduction

La radioactivité provenant de sources d'origine naturelle et anthropique est présente partout dans l'environnement. Par conséquent, les masses d'eau (par exemple eaux de surface, eaux souterraines, eau de mer) peuvent contenir les radionucléides suivants d'origine naturelle ou d'origine anthropique:

— les radionucléides naturels, y compris le potassium 40, et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le radium 226, le radium 228, l'uranium 234, l'uranium 238, le plomb 210, 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 artificiels, tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), tritium, carbone 14, strontium 90 et certains radionucléides émetteurs gamma peuvent aussi se trouver dans les eaux naturelles en conséquence de leur libération périodique autorisée dans l'environnement en faibles quantités dans l'effluent déversé par les installations concernant le cycle du combustible nucléaire. Ils sont également libérés dans l'environnement suite à leur utilisation sous une forme non scellée dans le cadre d'applications médicales et industrielles. Ils peuvent également se trouver dans l'eau du fait de la pollution par retombées d'éléments radioactifs rejetés dans l'atmosphère lors de l'explosion de dispositifs nucléaires ou lors d'accidents nucléaires, tels que Tchernobyl et Fukushima.

L'eau potable peut donc contenir des radionucléides dont l'activité volumique est susceptible de présenter un risque pour la santé humaine. Afin d'évaluer la qualité de l'eau potable (y compris les eaux minérales et les eaux de source) en ce qui concerne sa teneur en radionucléides et afin de fournir des lignes directrices pour réduire les risques pour la santé humaine en prenant des dispositions destinées à réduire l'activité volumique des radionucléides, la teneur en radioactivité des ressources en eau (eaux souterraines, rivières, lacs, mers, etc.) et des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS) et cette surveillance peut être exigée par certaines autorités nationales.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab1e0f3e-1e1d-4780-a93e-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

L'existence d'une Norme internationale décrivant une méthode d'essai concernant l'activité bêta globale dans les échantillons d'eau est justifiée pour les laboratoires d'essais réalisant ces mesures et qui sont parfois tenus d'obtenir une accréditation spécifique de la part d'autorités nationales pour la réalisation de mesures concernant les radionucléides dans les échantillons d'eau potable.

Le niveau de dépistage pour l'activité bêta globale dans l'eau potable, conformément aux recommandations de l'OMS, est de 1 Bq l^{-1}.[1] Si cette valeur n'est pas dépassée, il convient qu'une dose efficace de 0,1 mSv an^{-1} ne soit pas dépassée. Lorsque le niveau de dépistage de l'activité bêta globale est dépassé, il est recommandé d'identifier les radionucléides spécifiques et de mesurer leur activité volumique individuelle. Les mesurages de l'activité bêta globale fondés sur la méthode d'évaporation incluent une contribution du potassium 40, qui est un émetteur bêta d'origine naturelle dans un rapport fixe avec le potassium stable. Si le niveau de dépistage de l'activité bêta globale de 1 Bq l^{-1} est dépassé, il convient de procéder à un dosage séparé du potassium total dans l'eau afin de soustraire la contribution du potassium 40 de l'activité bêta. Il convient d'utiliser le facteur de 27,6 Bq g^{-1} d'activité bêta par rapport au potassium total pour calculer la contribution du potassium 40.[1]

NOTE Le niveau de dépistage est déterminé en se basant sur l'activité volumique avec incorporation de 2 l j^{-1} d'eau potable pendant 1 an, aboutissant à une dose efficace inférieure à 0,1 mSv an^{-1} pour les personnes du public. Cette dose efficace présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables sur la santé.

La présente Norme internationale fait partie d'une série de Normes internationales spécifiant des méthodes d'essai pour le mesurage de l'activité globale des radionucléides dans des échantillons d'eau. Les autres normes connexes sont:

— l'ISO 9696,

— l'ISO 10704, et

© ISO 2015 – Tous droits réservés

— l'ISO 11704.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abfe69fe-fefd-4780-a95c-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

 © ISO 2015 – Tous droits réservés

Qualité de l'eau — Activité bêta globale des eaux non salines — Méthode d'essai par source concentrée

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale 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 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 absolument essentiel que les essais conduits conformément à la présente Norme internationale soient effectués par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer l'activité volumique bêta globale des eaux non salines. La méthode couvre les radionucléides non volatils émetteurs bêta avec des énergies maximales d'environ 0,3 MeV ou plus élevées. Les mesurages des émetteurs bêta à faible énergie (par exemple, ^{3}H, ^{228}Ra, ^{210}Pb, ^{14}C, ^{35}S et ^{241}Pu) et de certains radionucléides gazeux ou volatils (par exemple, radon et iode radioactif) peuvent ne pas être inclus dans la quantification bêta globale en utilisant la méthode d'essai décrite dans la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Cette méthode d'essai est applicable à l'analyse des eaux brutes et potables. La gamme d'application dépend de la quantité de sels solubles totaux dans l'eau et des caractéristiques de performance (taux de comptage du bruit de fond et efficacité de comptage) du compteur utilisé.

ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abfe69fe-fefd-4780-a95c-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

Il incombe au laboratoire de s'assurer de l'adéquation de cette méthode pour les échantillons d'eau soumis à essai.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application 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: Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 5667-14, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 14: Lignes directrices pour le contrôle de la qualité dans l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales*

ISO 11929, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle de confiance) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications*

ISO 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*

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

© ISO 2015 – Tous droits réservés

ISO/IEC Guide 99, *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*

3 Symboles, définitions et unités

Pour les besoins du présent document, les symboles et désignations donnés dans l'ISO 80000-10, l'ISO 11929, l'ISO/IEC Guide 98-3 et l'ISO/IEC Guide 99 ainsi que les suivants s'appliquent.

A activité bêta, en becquerels, de la source d'étalonnage

c_A activité volumique bêta, en becquerels par litre

c_A^* seuil de décision, en becquerels par litre

$c_A^\#$ limite de détection, en becquerels par litre

$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$ limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre

m masse, en milligrammes, de résidu calciné du volume, V

m_r masse, en milligrammes, du résidu de l'échantillon déposé sur la coupelle

r_0 taux de comptage du bruit de fond, par seconde

$r_{0\alpha}$ taux de comptage du bruit de fond, par seconde, de la fenêtre alpha

r_g taux de comptage global d'échantillon, par seconde

$r_{\mathrm{g}\alpha}$ taux de comptage global d'échantillon, par seconde, de la fenêtre alpha

r_s taux de comptage d'étalonnage de la source bêta, par seconde

$r_{\mathrm{s}\alpha}$ taux de comptage d'étalonnage de la source alpha, par seconde, de la fenêtre alpha

S surface, en millimètres carrés, de la coupelle

t_0 temps de comptage du bruit de fond, en secondes

t_g temps de comptage de l'échantillon, en secondes

t_s temps de comptage d'étalonnage de la source bêta, en secondes

$t_{\mathrm{s}\alpha}$ temps de comptage d'étalonnage de la source alpha, en secondes

$u(c_A)$ incertitude type, en becquerels par litre, associée au résultat de mesure

U incertitude élargie, en becquerels par litre, calculée par $U = ku(c_A)$, avec $k = 1, 2 \ldots$

V volume, en litres, de l'échantillon soumis à essai équivalent à la masse de solide sur la coupelle

V_t volume, en litres, de l'échantillon d'eau

ε efficacité de comptage pour l'étalon radioactif spécifié

ρ_S épaisseur de source, en milligrammes par millimètre carré, du résidu de l'échantillon déposé sur la coupelle

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abfe69fc-fefl-4780-a95c-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

 © ISO 2015 – Tous droits réservés

χ taux de rejet alpha-bêta, pourcentage de comptage alpha passant dans la fenêtre bêta depuis la source d'étalonnage alpha

4 Principe

Le mesurage de l'activité bêta globale n'est pas destiné à fournir une détermination absolue de l'activité volumique de l'ensemble des radionucléides émetteurs bêta d'un échantillon pour essai, mais plutôt une analyse de dépistage pour s'assurer que les niveaux de référence particuliers d'émetteurs bêta spécifiques n'ont pas été dépassés. Ce type de détermination est également appelé indice bêta global. L'analyse de l'activité bêta globale n'est pas censée être aussi exacte ni aussi précise que l'analyse d'un radionucléide spécifique après des séparations radiochimiques.

L'échantillon, prélevé, manipulé et conservé comme spécifié dans l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-3 et l'ISO 5667-14, est évaporé pratiquement à sec, converti sous forme de sulfate puis calciné à 350 °C. Une partie du résidu est transférée sur une coupelle et l'activité bêta est mesurée par comptage dans un dispositif de comptage approprié étalonné par rapport à un étalon bêta approprié, tel que le potassium 40 (^{40}K) ou le strontium 90/yttrium 90 (^{90}Sr + ^{90}Y) à l'équilibre.

Si des mesurages alpha et bêta globaux sont requis simultanément sur le même échantillon d'eau, le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale est identique à celui spécifié dans l'ISO 9696.[2] Toutefois, pour mesurer simultanément l'activité alpha globale, il convient que l'épaisseur de la source de comptage soit au moins égale à 0,1 mg mm^{-2}.[3][4]

L'Annexe A donne un exemple de critères de performance.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Réactifs et matériel

5.1 Réactifs

ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abfe69fe-fefd-4780-a95c-aa1e0a4a1f2e/iso-9697-2015

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et ne doivent contenir aucune activité bêta détectable.

NOTE Une méthode permettant de préparer des blancs de réactif afin de contrôler l'absence de toute radioactivité endémique ou de contamination est présentée à l'Article 7.

5.1.1 Eau, conforme à l'ISO 3696:1987, qualité 3.

5.1.2 Source d'étalonnage, le choix de la source d'étalonnage bêta dépend de la connaissance du type de contaminant radioactif susceptible d'être présent dans les eaux soumises à essai. Parmi les sources d'étalonnage de radionucléides émetteurs bêta, celles avec du ^{90}Sr et du ^{40}K sont couramment utilisées.

NOTE L'activité bêta du ^{40}K dans le potassium naturel est de 27,6 Bq g^{-1}, c'est-à-dire 14,4 Bq g^{-1} dans le chlorure de potassium.[1]

5.1.3 Acide nitrique, $c(HNO_3)$ = 8 mol/l^{-1}.

5.1.4 Acide sulfurique, $c(H_2SO_4)$ = 18 mol/l^{-1}, ρ = 1,84 g/ml^{-1}, de fraction massique $w(H_2SO_4)$ = 95 %.

5.1.5 Solvants organiques volatils, méthanol ou acétone.

5.1.6 Sulfate de calcium, $CaSO_4$.

5.1.7 Acétate de vinyle, $[(C_4H_6O_2)n]$.

ATTENTION — Étant donné que les sels de calcium peuvent contenir des traces de ^{226}Ra et/ou de ^{210}Pb, le contrôle de la présence de ces radionucléides doit être effectué.

© ISO 2015 – Tous droits réservés

5.2 Matériel

Matériel courant de laboratoire et en particulier ce qui suit.

5.2.1 Compteur bêta, de préférence du type compteur proportionnel à circulation de gaz, comportant un détecteur de scintillation plastique ou un détecteur silicium de particules chargées.

Si un compteur proportionnel à circulation de gaz est utilisé, il est recommandé de choisir la fenêtre électronique bêta ayant un taux de rejet bêta-alpha minimal et d'effectuer une correction pour le taux de rejet alpha-bêta au moyen d'une source alpha ^{239}Pu. Si un matériel autre qu'un compteur proportionnel à circulation de gaz est utilisé, le taux de rejet peut être insignifiant et ignoré.

Si un compteur proportionnel à circulation de gaz sans fenêtre est utilisé, effectuer des contrôles réguliers à l'aide de comptage d'échantillons de blanc pour détecter une contamination éventuelle du système de comptage.

NOTE La nature particulaire de la source à compter peut conduire à des contaminations si elle est utilisée sous vide (comme dans le cas du détecteur silicium de particules chargées) ou dans des systèmes à circulation de gaz (comme dans le cas d'un compteur proportionnel).

5.2.2 Coupelle avec plateau de comptage, ayant une épaisseur massique d'au moins 2,5 mg/mm^{-2} (250 mg/cm^{-2}), avec rebord et en acier inoxydable.

Le diamètre de la coupelle à utiliser est déterminé par les exigences du compteur, c'est-à-dire le diamètre du détecteur et les dimensions du porte-source.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE Une source uniformément répartie est requise et certains analystes trouvent plus commode de préparer celle-ci sur une surface métallique polie, tandis que d'autres préfèrent utiliser une coupelle gravée ou rugueuse (le décapage au sable et l'attaque chimique ont été utilisés à cette fin).

ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbc0f4d-f7d0-4f9b-9f3a-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

5.2.3 Four à moufle, pouvant être maintenu à une température de (350 ± 10) °C.

6 Mode opératoire

6.1 Échantillonnage

La collecte, la manipulation et la conservation des échantillons d'eau doivent être effectuées comme spécifié dans l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-3 et l'ISO 5667-14.

Si le mesurage de l'activité d'un échantillon d'eau filtrée est requis, effectuer la filtration dès la collecte et avant l'acidification.

NOTE L'acidification de l'échantillon d'eau réduit au minimum la perte de matériau radioactif de la solution par adsorption. Si elle est effectuée avant la filtration, l'acidification désorbe le matériau radioactif initialement adsorbé sur le matériau particulaire.

6.2 Prétraitement

La détermination des matières solides totales dans l'eau peut être effectuée pour estimer le plus faible volume d'eau nécessaire au mesurage. En tenant compte de manière appropriée des changements de composition dus à la calcination à 350 °C et à la sulfatation du résidu, calculer le volume d'échantillon requis pour produire une masse par unité de surface de résidu solide légèrement supérieure à ρ_S (mg/mm^{-2}), donnée par:

$$\rho_S = \frac{m_r}{S} \geq 0,1 \qquad (1)$$

Utiliser cette valeur pour déterminer le volume d'échantillon requis pour l'étape de concentration ci-après.

 © ISO 2015 – Tous droits réservés

6.3 Étape de concentration

Transférer dans un bécher un volume mesuré, V, en litres, de l'échantillon choisi de sorte qu'après calcination, la valeur de ρ_S soit au moins égale à 0,1 mg/mm^{-2}.

Avec des eaux très douces, il est possible que le volume requis pour obtenir $\rho_S \geq 0{,}1$ mg/mm^{-2} soit trop important dans la pratique. Dans de tels cas, il convient d'utiliser le plus grand volume possible dans la pratique ou d'ajouter des sels de calcium.

Évaporer soigneusement l'échantillon sur une plaque chauffante jusqu'à ce que le volume soit réduit à environ 50 ml.

Après refroidissement, transférer la solution concentrée dans une capsule en silice ou en porcelaine vitrifiée tarée ayant été au préalable calcinée à 350 °C. Rincer soigneusement le bécher avec une quantité minimale d'eau (5.1.1) et transférer les eaux de rinçage dans la capsule.

NOTE Si le bécher est grand, il peut être plus pratique de transférer les eaux de rinçage dans un bécher plus petit. Les eaux de rinçage peuvent ensuite être évaporées à un volume plus faible pour faciliter le transfert de l'échantillon dans la capsule en silice.

6.4 Étape de sulfatation

Après séchage et calcination, certains résidus d'eau peuvent être hygroscopiques ou difficiles à disperser et donc inadéquats pour le mesurage de l'activité. Un traitement de sulfatation est alors un traitement approprié pour de tels échantillons d'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Veiller à ce que les eaux de rinçage dans la capsule soient refroidies et ajouter (1 ± 0,2) ml d'acide sulfurique (5.1.4).

Le volume d'acide sulfurique choisi est suffisant pour sulfater environ 1,8 g de carbonate de calcium. Afin d'obtenir un excès d'acide, il convient de choisir le volume d'échantillon initial de sorte que la teneur en matières solides totales ne dépasse pas 1 g (l'expérience avec certaines eaux peut démontrer que cette étape n'est pas nécessaire).

ISO 9697:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e6e6e608-6ffb-4780-a85a-cd87d0e7a85e/iso-9697-2015

Évaporer soigneusement le contenu de la capsule à sec.

Afin d'éviter les projections, chauffer la capsule par le dessus à l'aide d'une lampe infrarouge jusqu'à ce que des fumées d'acide sulfurique se dégagent. Ensuite, transférer les capsules sur une plaque chauffante jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement de fumées.

6.5 Étape de calcination

Transférer la capsule et son contenu dans le four à moufle (5.2.3), calciner pendant 1 h à une température de (350 ± 10) °C et laisser refroidir à température ambiante, dans un dessiccateur.

Peser la capsule avec le résidu pour obtenir par différence la masse, m, en milligrammes, du résidu calciné.

6.6 Préparation de la source

Si le résidu est grossier, broyer celui-ci dans un mortier à l'aide d'un pilon. Transférer la masse requise de résidu sur une coupelle (5.2.2). Cette masse est notée m_r.

Si le volume de l'échantillon utilisé (V, en 6.3) a conduit à une valeur de ρ_S inférieure à 0,1 mg/mm^{-2}, transférer autant de résidu que possible sur la coupelle.

Étaler uniformément le résidu sur la coupelle en formant une suspension dense avec quelques gouttes d'un solvant organique volatil (5.1.5, méthanol ou acétone) et le laisser sécher jusqu'à masse constante. Pour produire des sources de comptage uniformément réparties, il est également recommandé d'ajouter de l'acétate de vinyle (5.1.7) au solvant pour faciliter la tenue de la source. Noter la date et l'heure de préparation de la source et vérifier qu'aucun résidu n'a été perdu.

© ISO 2015 – Tous droits réservés