
**Qualité de l'eau — Activité bêta globale
— Méthode d'essai par source épaisse**

Water quality — Gross beta activity — Test method using thick source

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9697:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f362970b-2b5d-4c74-bda1-7ed477ec92d8/iso-9697-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f362970b-2b5d-4c74-bda1-7ed477ec92d8/iso-9697-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9697:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f362970b-2b5d-4c74-bda1-7ed477ec92d8/iso-9697-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f362970b-2b5d-4c74-bda1-7ed477ec92d8/iso-9697-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

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
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 Termes, définitions, symboles 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..... | 6 |
| 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..... | 8 |
| 8.3 Seuil de décision..... | 9 |
| 8.4 Limite de détection..... | 9 |
| 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 |

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 9697:2015), dont elle constitue une révision mineure. Les modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- le titre a été modifié en remplaçant «Activité bêta globale des eaux non salines» par «Activité bêta globale»;
- l'Introduction a été reformulée;
- les [Formules \(10\)](#) et [\(11\)](#) ont été corrigées pour remplacer \pm par α dans l'indice de r ;
- les unités ont été corrigées de manière à utiliser mm^2 et mol/l dans l'ensemble du document.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

La radioactivité provenant de diverses 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 des radionucléides d'origine naturelle et/ou d'origine anthropique.

- Les radionucléides naturels, y compris ^{40}K , ^3H , ^{14}C , et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le ^{226}Ra , le ^{228}Ra , le ^{234}U , le ^{238}U , le ^{210}Po et le ^{210}Pb , peuvent se trouver dans l'eau pour des raisons naturelles (par exemple, désorption par le sol et lessivage par les eaux pluviales) ou ils peuvent être libérés par des processus technologiques impliquant des matériaux radioactifs existant à l'état naturel (par exemple, extraction minière et traitement de sables minéraux ou production et utilisation d'engrais phosphatés).
- Les radionucléides d'origine anthropique, tels que les éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr et les radionucléides émetteurs gamma, peuvent aussi se trouver dans les eaux naturelles. En raison de rejets réguliers autorisés, de faibles quantités de ces radionucléides sont rejetées dans l'environnement par les installations du cycle du combustible nucléaire. Certains de ces radionucléides, employés dans des applications médicales et industrielles, sont également rejetés dans l'environnement après usage. Il est également possible de retrouver des radionucléides anthropiques dans les eaux 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'activité volumique des radionucléides dans les masses d'eau peut varier en fonction des caractéristiques géologiques et des conditions climatiques locales et peut être localement et temporairement augmentée par les émissions d'installations nucléaires pendant des situations d'exposition prévue, existante et d'urgence.^[1] L'eau potable peut donc contenir des radionucléides dont l'activité volumique est susceptible de présenter un risque pour la santé humaine.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont généralement contrôlés avant d'être rejetés dans l'environnement^[2] et les étendues d'eau. L'eau potable est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS)^[3] afin que des mesures appropriées puissent être prises pour garantir l'absence d'effets nocifs sur la santé de la population. Conformément à ces recommandations internationales, des réglementations nationales spécifient généralement les limites autorisées de concentrations en radionucléides pour les effluents liquides rejetés dans l'environnement et les niveaux de référence des radionucléides pour les étendues d'eau et l'eau potable applicables aux situations d'exposition prévue, existantes et d'urgence. Le respect de ces limites peut être évalué en utilisant les résultats de mesure avec leurs incertitudes associées comme stipulé par le Guide ISO/IEC 98 3 et l'ISO 5667-20^[4].

Selon la situation d'exposition, il existe des limites et des niveaux de référence différents dont le dépassement entraînerait une action visant à réduire le risque pour la santé. Par exemple, pendant une situation prévue ou existante, les recommandations de l'OMS relatives aux niveaux de référence dans l'eau potable sont de 0,5 Bq/l pour l'activité alpha globale et de 1 Bq/l pour l'activité bêta globale.

NOTE Le niveau de référence est l'activité volumique avec une consommation de 2 l/j d'eau potable pendant 1 an, ce qui donne une dose efficace de 0,1 mSv/a pour la population. Il s'agit d'une dose efficace qui représente un niveau de risque très faible et qui ne devrait pas donner lieu à des effets nocifs sur la santé détectables^[3].

Les méthodes d'essai peuvent donc être adaptées de sorte que les limites caractéristiques, les seuils de décision, les limites de détection et les incertitudes associées garantissent que les résultats d'essai de l'activité volumique des radionucléides permettent de vérifier qu'elles se situent en dessous des niveaux de référence requis par l'autorité nationale pour des situations prévues/existantes ou une situation d'urgence^{[5][6][7]}.

En général, les méthodes d'essai peuvent être ajustées pour mesurer l'activité volumique du ou des radionucléides dans les eaux usées avant stockage ou dans les effluents liquides avant rejet dans l'environnement. Les résultats d'essai permettront à l'opérateur de la centrale/installation de vérifier,

avant rejet, que les eaux usées/effluents liquides présentent bien des activités volumiques radioactives inférieures aux limites autorisées.

La ou les méthode(s) d'essai décrite(s) dans le présent document peu(ven)t être utilisée(s) pendant des situations d'exposition prévue, existante et d'urgence, ainsi que dans le cas d'eaux usées et d'effluents liquides dont les modifications spécifiques pourraient accroître l'incertitude globale, la limite de détection et le seuil de décision.

La ou les méthodes d'essai peuvent être utilisées pour les échantillons d'eau après échantillonnage, manipulation des échantillons et préparation des prises d'essai appropriés (se référer à la partie concernée de la série ISO 5667).

L'existence d'une Norme internationale décrivant une méthode d'essai des activités volumiques alpha globale et bêta globale dans des échantillons d'eau est justifiée pour les laboratoires d'essais procédant à ces mesurages, parfois requis par les autorités nationales, car les laboratoires peuvent être dans l'obligation d'obtenir une accréditation spécifique pour le mesurage des radionucléides dans des échantillons d'eau potable.

Le présent document fait partie d'une série de Normes internationales portant sur des méthodes de mesure de l'activité volumique des radionucléides dans des échantillons d'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9697:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f362970b-2b5d-4c74-bda1-7ed477ec92d8/iso-9697-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f362970b-2b5d-4c74-bda1-7ed477ec92d8/iso-9697-2018>

Qualité de l'eau — Activité bêta globale — Méthode d'essai par source épaisse

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

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

1 Domaine d'application

Le présent document 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, ^3H , ^{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 le présent document.

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.

Il incombe au laboratoire de s'assurer que cette méthode est adaptée aux échantillons d'eau soumis à essai.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696:1987, *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 sur l'assurance qualité et le contrôle qualité pour 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*

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

3 Termes, définitions, symboles et unités

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

| | |
|--------------------|--|
| 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 |
| $c_A^{<}, c_A^{>}$ | limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance, en becquerels par litre |
| m | masse, en milligrammes, de résidu calciné du volume, V |
| m_T | 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 |
| $r_{g\alpha}$ | 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 |
| $r_{s\alpha}$ | 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 |
| $t_{s\alpha}$ | 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 $k = 1, 2 \dots$ |
| 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 |
| 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 ($^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$) à l'équilibre.

Si des mesurages alpha et bêta globaux sont requis simultanément sur le même échantillon d'eau, le mode opératoire spécifié dans le présent document est identique à celui spécifié dans l'ISO 9696.^[8] Toutefois, pour mesurer simultanément l'activité alpha globale, il convient que l'épaisseur de la source de comptage soit inférieur ou égal à 0,1 mg/mm².^{[9][10]}

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

5 Réactifs et matériel

5.1 Réactifs

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

NOTE Une méthode de préparation des blancs de réactifs pour contrôler l'absence de toute radioactivité bêta endémique ou de contamination est indiquée 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 27,9 Bq g⁻¹, c'est-à-dire 14,5 Bq g⁻¹ dans le chlorure de potassium^[3].

5.1.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/l}$.

5.1.4 Acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$, fraction massique $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 95 \%$.

5.1.5 Solvants organiques volatils, méthanol ou acétone.

5.1.6 Sulfate de calcium, CaSO₄.

5.1.7 Acétate de vinyle, [(C₄H₆O₂)_n].

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

5.2 Matériel

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, les éléments suivants:

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 ²³⁹Pu. 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 particulière 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/mm² (250 mg/cm²), 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.

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 la corrosion chimique ont été utilisés à cette fin).

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/mm²), donnée par la [Formule \(1\)](#):

$$\rho_s = \frac{m_r}{S} \geq 0,1 \quad (1)$$

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

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/mm².

Avec des eaux très douces, il est possible que le volume requis pour obtenir $\rho_s \geq 0,1$ mg/mm² 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 ([5.1.6](#)).

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

ISO 9697:2018

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.

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).

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.