
**Qualité de l'eau — Plutonium et
neptunium — Méthode d'essai par
ICP-MS**

*Water quality — Plutonium and neptunium — Test method using
ICP-MS*

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 20899:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b06ffd5f-7d06-47af-9bc8-46135ebdd531/iso-20899-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b06ffd5f-7d06-47af-9bc8-46135ebdd531/iso-20899-2018>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 20899:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b06ffd5f-7d06-47af-9bc8-46135ebdd531/iso-20899-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b06ffd5f-7d06-47af-9bc8-46135ebdd531/iso-20899-2018>



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 abréviations	2
4 Principe	3
5 Réactifs	4
6 Appareillage	5
7 Échantillonnage	5
8 Préparation des échantillons	5
8.1 Généralités.....	5
8.2 Conservation.....	6
8.3 Séparation chimique.....	6
9 Mode opératoire de mesure	6
9.1 Généralités.....	6
9.2 Quantification avec étalonnage interne et dilution isotopique.....	7
10 Expression des résultats	7
10.1 Généralités.....	7
10.2 Évaluation du biais en masse.....	7
10.3 Étalonnage interne et dilution isotopique.....	8
11 Incertitudes pour dilution isotopique	8
12 Limite de détection instrumentale	8
13 Limite de quantification	9
14 Détermination de l'activité volumique	9
15 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Séparation chimique du plutonium et du neptunium avec une résine spécifique	11
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*.

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 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, eaux de mer) peuvent contenir des radionucléides d'origine naturelle, d'origine anthropique ou les deux:

- les radionucléides naturels, y compris ^{40}K , ^3H , ^{14}C , et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, en particulier ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{234}U , ^{238}U , ^{210}Po et ^{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 et traitement de sables minéraux ou production et utilisation d'engrais phosphatés).
- Les radionucléides artificiels, tels que les éléments transurinium (américium, plutonium, neptunium, curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr et les radionucléides émetteurs gamma peuvent aussi se trouver dans les eaux naturelles. De petites quantités de ces radionucléides sont déversées dans l'environnement par les installations à cycle de combustible nucléaire en conséquence de leur rejet périodique autorisé. Certains de ces radionucléides utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles sont également rejetés dans l'environnement suite à leur utilisation. Les radionucléides anthropiques peuvent également se trouver dans les eaux du fait de contaminations par retombées d'éléments radioactifs rejetés dans l'atmosphère lors de l'explosion de dispositifs nucléaires ou lors d'accidents nucléaires, tels que ceux de Tchernobyl et de Fukushima.

L'activité volumique des radionucléides dans les masses d'eau est variable en fonction des caractéristiques géologiques et des conditions climatiques locales, et peut être renforcée localement et dans le temps par les rejets d'installations nucléaires dans des situations d'exposition planifiée, d'exposition d'urgence et d'exposition existante^[1]. L'eau potable peut alors contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique représentant potentiellement un risque sanitaire pour l'Homme.

Les radionucléides présents dans les effluents liquides sont habituellement contrôlés avant d'être déversés dans l'environnement^[2] et les masses d'eau. La radioactivité des eaux potables est surveillée conformément aux recommandations de l'Organisation mondiale de la santé (OMS)^[3] de manière à ce que les actions appropriées puissent être conduites pour garantir l'absence d'effets indésirables sur la santé du public. Conformément à ces recommandations internationales, les législations nationales spécifient généralement des limites de concentration en radionucléides autorisées pour les effluents liquides déversés dans l'environnement ainsi que des limites indicatives concernant les teneurs en radionucléides dans les masses d'eau et les eaux potables dans les situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence. La conformité à ces limites peut être évaluée à partir des résultats de mesure et des incertitudes qui y sont associées, comme spécifié par le Guide 98-3^[4] de l'ISO/IEC et l'ISO 5667-20^[5].

Selon la situation d'exposition, différentes limites et différents niveaux indicatifs entraîneront une action pour réduire le risque sanitaire. A titre d'exemple, durant une situation planifiée ou existante, les lignes directrices de l'OMS concernant la limite indicative dans l'eau potable sont de 1 Bq/l pour l'activité volumique de ^{239}Pu , ^{240}Pu et ^{241}Pu .

NOTE 1 La limite indicative correspond à l'activité volumique pour une consommation de 2 l/j d'eau potable pendant un an, aboutissant à une dose effective de 0,1 mSv/a pour les personnes du public. Cette dose effective présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables pour la santé détectables^[3].

En situation d'urgence nucléaire, les limites directives du Codex de l'OMS^[2] indiquent que l'activité volumique ne pourrait pas être supérieure à 1 Bq/l et 10 Bq/l pour ^{239}Pu , ^{240}Pu , ^{241}Pu , respectivement, pour les nourrissons et autres personnes que les nourrissons.

NOTE 2 Les limites indicatives du Codex s'appliquent aux radionucléides contenus dans les aliments destinés à la consommation humaine et commercialisés internationalement, qui ont été contaminés suite à une urgence radiologique ou nucléaire. Ces limites indicatives s'appliquent aux aliments après reconstitution ou tels que préparés pour la consommation, c'est-à-dire des aliments non séchés ou concentrés, et sont fondées sur un niveau d'exemption d'intervention de 1 mSv en un an pour le public (nourrissons et adultes)^[2].

ISO 20899:2018(F)

Ainsi il est possible d'adapter la méthode d'essai de façon à ce que les limites caractéristiques, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes garantissent qu'il soit possible de vérifier que les résultats d'essai relatifs à l'activité volumique des radionucléides sont inférieurs aux limites indicatives requises par une autorité nationale soit pour des situations existantes/planifiées, soit pour une situation d'urgence^{[6][7][8]}.

En général, il est possible d'ajuster les méthodes d'essai pour mesurer l'activité volumique du ou des radionucléides, soit dans les eaux usées avant stockage, soit dans les effluents liquides avant qu'ils ne soient déversés dans l'environnement. Les résultats d'essai permettront à l'opérateur de l'usine/ de l'installation de vérifier que les concentrations d'activité radioactive des eaux usées/des effluents liquides ne dépassent pas les limites autorisées, avant que ceux-ci ne soient rejetés.

La ou les méthodes d'essai décrites dans le présent document peuvent être utilisées dans des situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence ainsi que pour les eaux usées et les effluents liquides, avec des modifications spécifiques qui pourraient augmenter l'incertitude globale, la limite et le seuil de détection.

La ou les méthodes d'essai peuvent être utilisées pour des échantillons d'eau après un échantillonnage, une manipulation et une préparation de l'échantillon pour essai adaptés (voir la partie pertinente de la série ISO 5667).

L'existence d'une Norme internationale décrivant une méthode de détermination pour la concentration en ^{239}Pu , ^{240}Pu , ^{241}Pu et ^{237}Np dans les échantillons d'eau est justifiée pour les laboratoires d'essai réalisant ces mesurages, parfois requis par les autorités nationales, car les laboratoires peuvent être dans l'obligation d'obtenir une accréditation spécifique pour la réalisation de mesures de radionucléides dans des échantillons d'eau potable.

Le présent document fait partie d'un ensemble de Normes internationales relatives aux méthodes d'essai qui traitent du mesurage de l'activité volumique des radionucléides dans des échantillons d'eau.

Document Preview

[ISO 20899:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b06ffd5f-7d06-47af-9bc8-46135ebdd531/iso-20899-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b06ffd5f-7d06-47af-9bc8-46135ebdd531/iso-20899-2018>

Qualité de l'eau — Plutonium et neptunium — Méthode d'essai par ICP-MS

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 de ce document d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément au présent document soient exécutés par du personnel titulaire d'une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document décrit des méthodes permettant de déterminer la concentration des isotopes du plutonium et du neptunium dans l'eau, par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) (^{239}Pu , ^{240}Pu , ^{241}Pu et ^{237}Np). Les concentrations obtenues peuvent être converties en activités volumiques des différents isotopes^[9].

En raison de sa période relativement courte et des interférences isobariques de ^{238}U , ^{238}Pu est difficilement mesurable par cette méthode. Pour quantifier cet isotope, il est possible d'utiliser d'autres techniques (ICP-MS avec cellule de collision-réaction, ICP-MS/MS avec cellule de collision-réaction ou séparation chimique). Un mesurage par spectrométrie alpha, comme décrit dans l'ISO 13167^[10], est couramment réalisé^[11].

La présente méthode est applicable à tous types d'eau ayant une charge saline inférieure à $1 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$. Une dilution de l'échantillon est possible afin d'obtenir une solution ayant une charge saline et une activité volumique compatibles avec la préparation et l'appareillage de mesure.

Une filtration à $0,45 \mu\text{m}$ est nécessaire pour déterminer les nucléides dissous. Une acidification et une séparation chimique de l'échantillon sont toujours nécessaires.

La limite de quantification est fonction de la séparation chimique et des performances du dispositif de mesure.

Cette méthode couvre le mesurage des isotopes présents dans les eaux dont l'activité volumique est approximativement comprise^{[12][13]}:

- entre $1 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ et $5 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour ^{239}Pu , ^{240}Pu et ^{237}Np ;
- entre $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ et $5 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour ^{241}Pu .

Dans les deux cas, des échantillons ayant une activité volumique supérieure à $5 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ peuvent être soumis au mesurage s'ils sont dilués avant la séparation chimique.

Il est possible de mesurer le ^{241}Pu après une étape de préconcentration d'au moins 1 000.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

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

ISO 5667-10, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 10: Guide pour l'échantillonnage des eaux résiduaires*

ISO 17294-1:2004, *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) — Partie 1: Lignes directrices générales.*

ISO 17294-2:2016, *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) — Partie 2: Dosage des éléments sélectionnés y compris les isotopes d'uranium*

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

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

3 Termes, définitions, symboles et abréviations

Pour les besoins du présent document, les termes, définitions, symboles et abréviations de l'ISO 80000-10, 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/>

Terme	Symbole ou abréviation	Unité	Définition
Concentration en masse	ρ	$\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$	Masse d'analyte pour un radionucléide donné par unité de volume d'échantillon.
Concentration en masse de la solution d'étalon interne	ρ_T	$\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$	Masse de radionucléide étalon interne par unité de volume de solution d'étalon interne.
Masse de l'étalon interne	m_T	μg	Masse du traceur de dilution isotopique ajouté
Incertitude type	$u(\rho)$	$\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$	Incertitude-type associée au résultat de mesure
Incertitude élargie	$U(x)$		Produit de l'incertitude-type par le facteur d'élargissement k , avec $k = 1, 2, \dots, U = k \cdot u$
Incertitude type	$u(x)$		Incertitude-type associée au résultat de mesure de x
Limite de détection	DL	$\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$	La limite de détection est la plus petite quantité d'analyte pouvant être détectée à l'aide d'un instrument, comme déterminé par le mesurage répété d'un blanc de réactif.
Limite de quantification	LOQ	$\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$ $\text{mBq}\cdot\text{l}^{-1}$	La limite de quantification est la plus faible concentration d'analyte dans l'échantillon pour essai pouvant être déterminée avec une exactitude définie.
Écart type du blanc	s_{No}		Ecart-type obtenu avec des répliqués du blanc.
Limite de quantification instrumentale	LOQ _{ins}	Coups. $\cdot\text{s}^{-1}$	La LOQ _{ins} est la limite de quantification exprimée sous forme de taux de comptage pour le rapport masse/charge (m/z) choisi, due au blanc et à l'instrument.

Terme	Symbole ou abbréviation	Unité	Définition
Limite de détection instrumentale	IDL	Coups.s ⁻¹	L'IDL est la limite de détection exprimée sous forme de taux de comptage pour le rapport masse/charge (m/z) choisi.
Volume de l'échantillon	V	l	
Bruit de fonds	N ₀	Coups.s ⁻¹	Taux de comptage pour une masse donnée dans la solution à blanc.
Nombre de coups	N	Coups.s ⁻¹	Taux de comptage brut: taux de comptage non corrigé d'un mesurage
Net counts	N _{net}	Coups.s ⁻¹	N-N ₀
Nombre de coups net	N _{netT}	Coups.s ⁻¹	Pour la masse de l'étalon interne
Biais par unité de masse	α		
Masse	m		Nombre de masse de l'isotope.
Différence de masse	Δm		m _i -m _j
Rapport isotopique mesuré	r		
Rapport isotopique réel	R		
Activité spécifique	C _s	Bq.g ⁻¹	Activité correspondant à un gramme de radionucléide.
Activité volumique	C	Bq.l ⁻¹	Correspondant à la concentration en masse ρ mesurée pour un radionucléide donné.

4 Principe

Le principe de mesure de l'analyse par ICP- MS est décrit dans l'ISO 17294-1 et l'ISO 17294-2.

L'ICP-MS peut être utilisée pour déterminer les concentrations en masse des isotopes du plutonium (²³⁹Pu, ²⁴⁰Pu, ²⁴¹Pu) et du ²³⁷Np dans des échantillons d'eau.

Les résultats peuvent être convertis en activité volumique en utilisant les facteurs de conversion du [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Période et activité spécifique des isotopes du plutonium et du neptunium[12][13]

Isotope du plutonium	Période années	Activité spécifique Bq.g ⁻¹
²³⁹ Pu	24 100 (±11)	2,296·10 ⁹ (±2,000·10 ⁶)
²⁴⁰ Pu	6 561 (±7)	8,396·10 ⁹ (±9,000·10 ⁶)
²⁴¹ Pu	14,33 (±0,04)	3,829·10 ¹² (±1,100·10 ¹⁰)
²⁴² Pu	3,73 (±0,03)·10 ⁵	1,465·10 ⁸ (±1,180·10 ⁶)
²⁴⁴ Pu	81,1 (±0,6)·10 ⁶	6,683·10 ⁵ (±7,600·10 ³)
Neptunium	Période années	Activité spécifique Bq.g ⁻¹
²³⁷ Np	2,144 (±0,007)·10 ⁶	2,603·10 ⁷ (±9,000·10 ⁴)

L'échantillon d'eau doit être mesuré après filtration (à une porosité de 0,45 μm) pour la détermination des radionucléides dissous et une séparation chimique spécifique doit être réalisée pour limiter les interférences potentielles dues aux isotopes de l'uranium[14]. Un exemple de séparation chimique est donné en [Annexe A](#).

Comme décrit dans la série ISO 17294, un traceur est nécessaire pour évaluer le rendement de séparation chimique et effectuer une dilution isotopique. Une quantité connue de solution étalon de

traceur pure et certifiée est ajoutée à la prise d'essai et le calcul de la concentration des isotopes est basé sur les rapports isotopiques.

Même si des solutions étalons dont l'activité est certifiée existent, l'étalonnage externe n'est pas utilisé car il est difficile de trouver des solutions étalons d'isotopes du plutonium (^{239}Pu , ^{240}Pu , ^{241}Pu) et du ^{237}Np , dont la masse est certifiée.

Pour déterminer les isotopes du plutonium dans l'eau, on utilise couramment le ^{242}Pu mais le ^{244}Pu peut également convenir.

Le rendement chimique obtenu pour le plutonium peut être appliqué au neptunium. Cela peut entraîner un biais potentiel qui doit être quantifié. Il est préférable d'utiliser d'autres méthodes comme l'étalonnage externe, l'ajout du ^{239}Np à courte période comme traceur, les ajouts dosés de ^{237}Np dans plusieurs prises d'essai de l'échantillon, etc.

Il est également important d'évaluer le biais en masse et de le corriger (voir [10.2](#)).

Le [Tableau 2](#) donne des exemples de limites de quantification qui peuvent être obtenues avec un ICP-MS quadripolaire.

Tableau 2 — Exemples de limites de quantification^{[15][16]}

Isotope	LOQ $\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$	LOQ $\text{mBq}\cdot\text{l}^{-1}$
^{237}Np	3,85E-07	0,01
^{239}Pu	8,70E-07	2
^{240}Pu	4,76E-07	4
^{241}Pu	3,93E-07	1 500

Par la séparation chimique, il est possible d'obtenir un facteur élevé de décontamination de l'uranium mais il est probable que la concentration en uranium restante sera encore supérieure à la concentration type de ^{238}Pu attendue dans l'eau. En outre, cette concentration du ^{238}Pu est présumée inférieure à la limite de quantification rapportée. Pour ces raisons, l'appareillage courant n'est pas adapté aux mesurages du ^{238}Pu , dans les conditions normales. Cependant, en supposant que l'on puisse monter une cellule de collision-réaction sous pression sur un instrument plus sensible, ce nouvel appareil pourrait être plus adapté à la séparation des interférences isobariques.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau pour laboratoire, de qualité 3 telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

5.2 Blanc

Un essai à blanc est réalisé durant tout le mode opératoire, y compris la séparation chimique.

Une solution d'acide dilué est utilisée pour déterminer les spectres de bruit de fond pour les différentes masses.

5.3 Solutions étalons des isotopes certifiées

Il est recommandé d'utiliser une solution étalon certifiée de composition isotopique connue pour évaluer le biais en masse.

De même l'emploi d'une solution de référence de composition isotopique d'actinide connue convient pour le dosage par encadrement par l'étalon (au moins deux mesurages avant et après l'échantillonnage, avec plusieurs répétitions).