



**Norme
internationale**

ISO 4685

**Qualité de l'eau — Radium 226 —
Méthode d'essai par ICP-MS**

Water quality — Radium 226 — Test method using ICP-MS

**Première édition
2024-01**

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

ISO 4685:2024

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/44fb9424-b606-4fed-9e5d-292611c1d18d/iso-4685-2024>

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

ISO 4685:2024

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/44fb9424-b606-4fed-9e5d-292611c1d18d/iso-4685-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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
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 et symboles	2
3.1 Termes et définitions	2
3.2 Symboles	2
4 Principe	3
5 Échantillonnage et conservation des échantillons	4
6 Réactifs chimiques et équipement	5
6.1 Généralités	5
6.2 Réactifs chimiques	5
6.3 Équipement	5
7 Séparation	5
8 Contrôle qualité	6
8.1 Généralités	6
8.2 Variables susceptibles d'influer sur le mesurage	6
8.3 Vérification de l'instrument	6
8.4 Vérification de la méthode	7
9 Expression des résultats	7
9.1 Analyse des données	7
9.2 Bruit de fond	8
9.3 Étalon interne	8
9.4 Étalonnage interne	9
9.5 Limite de détection	9
9.6 Limite de quantification	9
9.7 Conversion de la concentration en masse en activité volumique	9
9.8 Conversion des unités de masse en unités de volume	10
10 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Séparation chimique du radium 226 par purification sur résine échangeuse de cations suivie d'une extraction par chromatographie sur résine éther couronne	11
Bibliographie	14

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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

Les radionucléides sont présents partout dans l'environnement. Dès lors, les masses d'eau (par exemple, les eaux de surface, les eaux souterraines, les eaux de mer) contiennent des radionucléides d'origine naturelle ou anthropique:

- les radionucléides naturels, y compris ^3H , ^{14}C , ^{40}K et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment ^{210}Pb , ^{210}Po , ^{222}Rn , ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{227}Ac , ^{232}Th , ^{231}Pa , ^{234}U ou ^{238}U peuvent se trouver dans l'eau en raison de processus naturels (par exemple, la désorption par le sol ou le lessivage par les eaux pluviales) ou bien ils peuvent être libérés par des procédés technologiques mettant en œuvre des matières radioactives existant à l'état naturel (par exemple, l'extraction minière, le traitement de sables minéraux, la production de carburant, de gaz ou de charbon, le traitement des eaux et la production et l'utilisation d'engrais phosphatés);
- les radionucléides engendrés par l'activité humaine, tels que ^{55}Fe , ^{59}Ni , ^{63}Ni , ^{90}Sr , ^{99}Tc , mais aussi des éléments transuraniens (américium, curium, neptunium, plutonium) et certains radionucléides émetteurs gamma tels que ^{60}Co et ^{137}Cs peuvent également être présents dans les eaux naturelles. De petites quantités de radionucléides sont rejetées dans l'environnement par les installations du cycle du combustible lors des rejets périodiques autorisés. Les radionucléides dans les effluents liquides font généralement l'objet de contrôles avant d'être rejetés dans l'environnement^[1] et les masses d'eau. Des radionucléides, utilisés dans le cadre d'applications médicales et industrielles, sont également libérés dans l'environnement après usage. Les radionucléides d'origine anthropiques sont aussi présents 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 peut varier 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.^{[2][3]} L'eau potable est alors susceptible de contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique qui pourraient présenter un risque sanitaire. L'Organisation mondiale de la santé (OMS) recommande une surveillance régulière de la radioactivité des eaux potables^[4] et la mise en place d'actions adéquates si besoin est afin de limiter le plus possible le risque pour la santé humaine.

Les législations nationales spécifient généralement les limites autorisées d'activité volumique dans les eaux potables, les masses d'eau et les effluents liquides rejetés dans l'environnement. Ces limites sont susceptibles de varier dans le cas de situations d'exposition planifiée, existante ou d'urgence. À titre d'exemple, pendant une situation planifiée ou existante, la valeur de référence de l'OMS pour l'activité volumique dans l'eau potable est de $1 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ ^[4] pour le radium 226, voir les NOTES 1 et 2. La conformité à ces limites peut être évaluée à partir des résultats de mesure et des incertitudes qui y sont associées, comme précisé par le Guide 98-3 de l'ISO/IEC et l'ISO 5667-20.^[6]

NOTE 1 Si cette valeur n'est pas précisée dans l'Annexe 6 de la Référence ^[4], elle est calculée à l'aide de l'équation donnée dans la Référence ^[4] et du coefficient de dose des Références ^[7] et ^[8].

NOTE 2 La limite indicative calculée par la Référence ^[4] correspond à l'activité volumique pour une consommation de $2 \text{ l} \cdot \text{j}^{-1}$ d'eau potable pendant un an à une dose effective de $0,1 \text{ mSv} \cdot \text{a}^{-1}$ pour un individu moyen. Cette dose effective présente un niveau de risque très faible qui ne devrait pas entraîner d'effets indésirables et détectables pour la santé.^[4]

La méthode détaillée dans le présent document a pour objectif de répondre aux besoins des laboratoires déterminant ^{226}Ra dans des échantillons d'eau. La méthode décrite dans le présent document est applicable à divers types d'eaux. Il est possible d'apporter des modifications mineures, par exemple au volume d'un échantillon ou à la durée de comptage, afin de s'assurer que le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes sont inférieurs aux limites requises. Ces modifications peuvent être effectuées dans le cadre d'une situation d'urgence, de limites indicatives nationales inférieures et d'obligations opérationnelles, etc.

Qualité de l'eau — Radium 226 — 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 est de la responsabilité de l'utilisateur de la norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient effectués par du personnel qualifié.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes de détermination de la concentration du ^{226}Ra par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS). Sur la base de la concentration en masse obtenue, l'activité volumique peut-être calculée.

La méthode est applicable à des échantillons d'eau potable, d'eau de pluie, d'eau de surface et d'eau souterraine, une fois que le prélèvement, l'échantillonnage et la préparation des échantillons pour essai ont été effectués en bonne et due forme.

La limite de détection dépend du volume de l'échantillon, de l'instrument utilisé, du bruit de fond de l'instrument, de la sensibilité de l'instrument, du temps d'acquisition et du rendement du traitement chimique. La limite de détection de la méthode décrite dans le présent document, avec l'équipement actuellement disponible, est d'environ $10 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$, c'est-à-dire une valeur à laquelle la consommation d'eau potable est considérée comme très sûre au regard des critères de l'OMS ($1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$).^[4]

La présente méthode couvre le mesurage du ^{226}Ra dans l'eau à des niveaux d'activité volumique compris entre $0,001 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ et $100 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$. Il est possible de mesurer, après dilution, des échantillons présentant une activité volumique supérieure à la limite supérieure de $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$.^[9]

La méthode décrite dans le présent document est applicable lors d'une situation d'urgence.

Dans la présente méthode, il est nécessaire de filtrer l'échantillon pour essai. L'analyse du ^{226}Ra adsorbé sur les matières en suspension n'est pas couverte par la présente méthode. L'analyse de la fraction insoluble requiert une étape de minéralisation non couverte par ce document. Le cas échéant, le mesurage est effectué sur les différentes phases obtenues.

Il incombe à l'utilisateur de s'assurer de la validité de la présente méthode d'essai pour les 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, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

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

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Recommandations relatives à 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 5667-10, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 10: Lignes directrices 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 17294-2:2023, *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 et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions du Guide ISO/IEC 98-3, Guide ISO/IEC 99 et 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 <https://www.electropedia.org/>

3.2 Symboles

Tableau 1 — Symboles

Symbole	Description	Unité
c_s	Activité spécifique correspondant à un gramme du radionucléide	Bq·g ⁻¹
L_D	Limite de détection en concentration en masse, à savoir la plus petite concentration en masse pouvant être considérée comme statistiquement différente de celle d'un blanc	Bq·kg ⁻¹
L_Q	Limite de quantification, à savoir la plus petite concentration en masse pouvant être quantifiée avec une incertitude statistique	g·kg ⁻¹
f	Facteur de correction	
m	Masse de l'échantillon	kg
m/z	Rapport masse sur charge mesuré par ICP-MS	—
m_c	Masse d'étalon de référence (traceur) ajoutée à l'échantillon	g
m_{cs}	Masse de solution étalon de référence ajoutée à l'échantillon	g
m_{IS}	Masse d'étalon interne ajoutée au blanc et à l'échantillon	g
m_{ISS}	Masse de solution étalon interne ajoutée à un blanc ou à un échantillon	g
N_0	Coups par seconde mesurés lors du mesurage par ICP-MS d'un blanc pour un rapport masse sur charge donné	coups·s ⁻¹
$\bar{N}_0$	Nombre moyen de coups par seconde pour plusieurs blancs mesurés par ICP-MS pour un rapport masse sur charge donné	coups·s ⁻¹
U	Incertitude élargie avec un facteur d'élargissement k avec $k = 1, 2, \dots, U = k \cdot u$	—
u	Incertitude liée, par exemple, aux coups par seconde, à la masse ajoutée, etc.	—

Tableau 1 (suite)

Symbole	Description	Unité
$u(c)$	Incertitude-type associée au résultat de l'activité volumique	Bq·kg ⁻¹
$u(\rho)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure	—
$u(\rho_V)$	Incertitude-type associée à la conversion des unités de masse en unités de volume de la solution d'étalonnage	g·g ⁻¹
ρ	Masse de l'analyte, pour un radionucléide donné, par unité de masse d'échantillon	g·g ⁻¹
ρ_c	Concentration en masse de la solution d'étalonnage	g·g ⁻¹
ρ_{IS}	Masse d'élément ou d'isotope étalon interne par unité de masse de la solution étalon interne	g·g ⁻¹
ρ_V	Conversion des unités de masse en unités de volume	g·l ⁻¹
V	Volume de l'échantillon	l
z	Charge d'un ion	

4 Principe

Les principes de l'analyse par ICP-MS sont décrits dans l'ISO 17294-1 et l'ISO 17294-2.

Le radium 226 est un radionucléide d'origine naturelle qui fait partie de la chaîne de désintégration de l'uranium 238.

La spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) s'est avérée satisfaisante pour mesurer la concentration de radium 226 dans des échantillons d'eau.^{[9],[10]}

Les résultats peuvent être convertis en activités volumiques, l'activité spécifique indiquée dans le [Tableau 2](#) servant de facteur de conversion.

Tableau 2 — Demi-vie et activité spécifique du ²²⁶Ra^[11]

Isotope	Demi-vie années	Activité spécifique Bq·g ⁻¹
radium 226	$1,600 \cdot (7) \cdot 10^3$	$3,658 \cdot (16) \cdot 10^{10}$

Le [Tableau 3](#) donne un exemple de limite de détection pouvant être obtenue par ICP-MS, pour une durée de mesurage classique de plusieurs minutes par échantillon, durée qui comprend le prélèvement de l'échantillon, le temps d'analyse et le nettoyage avant passage à l'échantillon suivant.

Tableau 3 — Exemples de limite de détection^{[9],[10]}

Isotope	Limite de détection μg·l ⁻¹	Limite de détection Bq·l ⁻¹
radium 226	$2,70 \cdot 10^{-7}$	0,01

Plusieurs types d'interférences, présentées dans le [Tableau 4](#), influent sur le mesurage par ICP-MS.

Tableau 4 — Interférences influant sur le mesurage de ^{226}Ra par ICP-MS

Type d'interférence	Description	Interférents
Isobarique	Un isotope stable ou radioactif a une masse similaire à celle de l'analyte	Aucun
Polyatomique	Des isotopes stables ou radioactifs se combinent dans le plasma pour former un ion de masse similaire à celle de l'analyte	^{86}Sr ^{140}Ce ^{87}Sr ^{139}La ^{88}Sr ^{138}Ba $^{40}\text{Ca}_2$ ^{146}Nd ^{209}Bi ^{16}O ^1H ^{208}Pb ^{18}O ^{186}Os ^{40}Ar ^{188}Os ^{38}Ar ^{190}Os ^{36}Ar ^{186}W ^{40}Ar ^{203}Tl ^{23}Na
Sensibilité en abondance	Des isotopes de masse m+1, m+2, m-1 et m-2 par rapport à l'analyte, d'abondance relativement élevée ($>10^6$) par rapport à l'analyte, sont présents	Aucun

Il est important de s'assurer de l'élimination de toute interférence potentielle avant le mesurage. Les principales interférences influant sur le mesurage du ^{226}Ra par ICP-MS sont de type polyatomique.

La demi-vie de ^{226}Ra permet de réaliser un mesurage direct sans séparation chimique lors de l'analyse par ICP-MS. Une préconcentration et une séparation chimique peuvent être nécessaires avant le mesurage s'il est requis d'éliminer des éléments susceptibles d'engendrer des interférences polyatomiques. La méthode d'essai consiste à réaliser une séparation chimique du ^{226}Ra d'avec des éléments interférents par une chromatographie d'échange d'ions et par une extraction par chromatographie, suivie de la mesure par ICP-MS.

Il est important de connaître le facteur de décontamination des interférents. Celui-ci peut être évalué au départ par l'analyse d'éléments étalons stables à des concentrations croissantes afin de surveiller les effets à $m/z = 226$ avant et après la séparation chimique ou instrumentale.

Si les effets d'une interférence sur le résultat de mesure de ^{226}Ra ne peuvent être corrigés, le résultat ne peut alors pas être considéré comme valide.

L'échantillon peut être mesuré directement, si nécessaire, après filtration (sur un filtre de porosité $0,45\ \mu\text{m}$), sans séparation chimique du radium. Dans ce cas, il est nécessaire de corriger l'effet de matrice à l'aide d'un étalon interne, par exemple ^{205}Tl ou ^{195}Pt , en suivant l'ISO 17294-1.

Afin de quantifier toute interférence potentielle qui serait due aux réactifs, un blanc est préparé de la même manière que l'échantillon pour essai, avec de l'eau pour laboratoire.

5 Échantillonnage et conservation des échantillons

L'échantillonnage, la manipulation et la conservation de l'eau doivent être effectués en suivant l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-3 et l'ISO 5667-10. Des recommandations relatives aux différents types d'eau sont données dans les Références [12] à [19]. Il est important de transmettre au laboratoire un échantillon réellement représentatif, qui n'ait pas été altéré ou modifié au cours de son transport ou de sa conservation.

L'échantillon est filtré au moyen d'un filtre de porosité $0,45\ \mu\text{m}$ afin d'éliminer les matières en suspension. On peut utiliser un filtre à plus petite taille de pores, toutefois la filtration pourrait prendre plus de temps et devenir chronophage. Après filtration, l'échantillon doit être acidifié à 1 % avec de l'acide nitrique (HNO_3).