



**Norme
internationale**

ISO 4722-2

**Qualité de l'eau — Thorium 232 —
Partie 2:
Méthode d'essai par ICP-MS**

*Water quality — Thorium 232 —
Part 2: Test method using ICP-MS*

**Première édition
2024-12**

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

[ISO 4722-2:2024](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/e2142ef0-ccd4-4aa8-8be3-ebaed87b60e1/iso-4722-2-2024)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/e2142ef0-ccd4-4aa8-8be3-ebaed87b60e1/iso-4722-2-2024>

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

[ISO 4722-2:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e2142ef0-ccd4-4aa8-8be3-ebaed87b60e1/iso-4722-2-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e2142ef0-ccd4-4aa8-8be3-ebaed87b60e1/iso-4722-2-2024>



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 et définitions	2
4 Symboles	2
5 Principe	4
6 Prélèvement et conservation des échantillons	5
7 Réactifs chimiques et appareillage	5
7.1 Généralités	5
7.2 Réactifs chimiques	5
7.3 Appareillage	6
8 Séparation	6
9 Contrôle de la qualité	6
9.1 Généralités	6
9.2 Variables susceptibles d'influer sur le mesurage	7
9.3 Vérification de l'instrument	7
9.4 Vérification de la méthode	8
10 Expression des résultats	8
10.1 Analyse des données	8
10.2 Bruit de fond	8
10.3 Étalon interne	8
10.4 Expression des résultats lorsque le ²²⁹ Th ou le ²³⁰ Th sont utilisés comme étalons internes dans la mesure par ICP-MS	9
10.4.1 Calcul de l'activité du traceur et de la masse de l'analyte	9
10.4.2 Biais de mesurage	9
10.4.3 Concentration en masse de l'échantillon	10
10.5 Expression des résultats lorsque le ²²⁹ Th ou le ²³⁰ Th sont utilisés comme étalons internes dans la mesure	10
10.5.1 Calcul de l'activité du traceur et de la masse de l'analyte	10
10.5.2 Rendement chimique	11
10.5.3 Biais de mesurage	11
10.5.4 Concentration en masse de l'analyte dans l'échantillon	11
10.6 Limite de détection	12
10.7 Limite de quantification	12
10.8 Correction de la contamination du traceur par le ²³² Th	12
10.9 Conversion de la concentration en masse en activité massique	12
10.10 Conversion des unités de masse en unités de volume	13
11 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Séparation chimique du thorium	15
Bibliographie	18

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 propriété 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 brevet.

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, et les eaux de mer) contiennent des radionucléides d'origine naturelle ou anthropique:

- les radionucléides naturels, y compris le ^3H , le ^{14}C , le ^{40}K et ceux provenant des chaînes de désintégration du thorium et de l'uranium, notamment le ^{210}Pb , le ^{210}Po , le ^{222}Rn , le ^{226}Ra , le ^{228}Ra , l' ^{227}Ac , le ^{231}Pa , l' ^{234}U ou l' ^{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 le ^{55}Fe , le ^{59}Ni , le ^{63}Ni , le ^{90}Sr et le ^{99}Tc , mais aussi des éléments transuraniens (américium, plutonium, neptunium, et curium) et certains radionucléides émetteurs gamma tels que le ^{60}Co et le ^{137}Cs peuvent également être présents dans les eaux naturelles. De petites quantités de ces radionucléides sont rejetées dans l'environnement par les installations du cycle du combustible lors des rejets périodiques autorisés. Les radionucléides présents 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; elle peut être localement et temporairement plus élevée suite aux rejets d'installations nucléaires au cours de situations d'exposition planifiées, existantes et d'urgence.^{[2],[3]} L'eau potable peut alors contenir des radionucléides à des valeurs d'activité volumique représentant potentiellement 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, lors d'une situation planifiée ou existante, la limite indicative donnée par l'OMS pour le ^{232}Th dans l'eau potable est de $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$, 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^[5].

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 [6] et [7].

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, aboutissant 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].

Le présent document offre une ou des méthodes visant à répondre aux besoins des laboratoires qui déterminent le ^{232}Th dans les échantillons d'eau.

La méthode décrite dans le présent document est applicable à divers types d'eaux (voir l'Article 1). Pour les méthodes radiométriques, 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 la limite caractéristique, le seuil de décision, la limite de détection et les incertitudes soient inférieurs aux limites requises. Pour les méthodes par ICP-MS, il est possible d'apporter si besoin des modifications mineures, par exemple, au volume de préconcentration de l'échantillon ou à la séparation des interférences, afin de s'assurer que la limite de détection, la limite de quantification et les incertitudes sont inférieures aux limites requises. Ces modifications peuvent

ISO 4722-2:2024(fr)

être effectuées dans le cadre d'une situation d'urgence, de limites indicatives nationales inférieures et d'obligations opérationnelles, etc.

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

[ISO 4722-2:2024](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/e2142ef0-ccd4-4aa8-8be3-ebaed87b60e1/iso-4722-2-2024)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/e2142ef0-ccd4-4aa8-8be3-ebaed87b60e1/iso-4722-2-2024>

Qualité de l'eau — Thorium 232 —

Partie 2: Méthode d'essai par ICP-MS

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

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 une méthode de détermination du thorium 232 (^{232}Th) par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS). Sur la base des concentrations en masse obtenues, les activités massiques peuvent être calculées.

La méthode décrite dans le présent document est applicable à des échantillons d'eau potable, d'eau de pluie, d'eau de surface, d'eau souterraine, d'eau de mer, d'eau de refroidissement, d'eaux industrielles et d'eaux usées domestiques et industrielles, une fois que le prélèvement, la manipulation 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, du rendement de détection et du rendement du traitement chimique. La limite de détection de la méthode décrite dans le présent document, avec l'appareillage actuellement disponible, est d'environ $2 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ (ou $\text{mBq}\cdot\text{kg}^{-1}$), soit une valeur à laquelle la consommation d'eau potable est considérée comme sûre au regard des critères de l'OMS ($1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$)^[4].

La présente méthode couvre le mesurage du ^{232}Th dans l'eau à des niveaux d'activité volumique compris entre $2 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ et $5 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$. Il est possible de mesurer, après dilution, des échantillons présentant une activité volumique supérieure à $5 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$.

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

Cette méthode requiert la filtration de l'échantillon pour essai et ne couvre pas l'analyse du ^{232}Th adsorbé sur les matières en suspension. L'analyse de la fraction insoluble requiert une étape de minéralisation non couverte par le présent document. Le cas échéant, la mesure est effectuée 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 4722-2:2024(fr)

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

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

ISO 17294-1:2024, *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) — Partie 1: Exigences 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*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions du Guide ISO/IEC 98-3 et l'ISO 80000-10 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/>

4 Symboles

ISO 4722-2:2024		
C	Activité massique	Bq·kg ⁻¹
C_s	Activité spécifique correspondant à un gramme du radionucléide	Bq·g ⁻¹
C_T	Activité du traceur	Bq
C_{TS}	Activité massique de la solution du traceur ajouté à l'échantillon	Bq·g ⁻¹
k	Facteur d'élargissement (incertitude)	—
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	coups·s ⁻¹
L_Q	Limite de quantification, à savoir la plus petite concentration en masse pouvant être quantifiée avec une incertitude statistique	coups·s ⁻¹
m	Masse de l'échantillon	kg
m/z	Rapport masse sur charge mesuré par ICP-MS	—
m_A	Masse de l'analyte ajouté à une solution dopée	g
m_{AS}	Masse de la solution en présence de l'analyte ajoutée à un échantillon de contrôle ou pour calcul	g

ISO 4722-2:2024(fr)

m_C	Masse de l'étalon de référence (traceur) ajoutée à l'échantillon	g
m_{CS}	Masse de la solution étalon de référence ajoutée à l'échantillon	g
m_{IS}	Masse de l'étalon interne ajoutée à un blanc et à un échantillon	g
m_{ISS}	Masse de la solution étalon interne ajoutée à un blanc ou à un échantillon	g
m_T	Masse du traceur ajoutée au blanc et à l'échantillon	g
m_{TB}	Masse du traceur ajouté au blanc de réactif	g
m_{TS}	Masse de la solution de traceur ajoutée à un blanc ou à un échantillon	g
N	Nombre de coups par seconde mesurés par ICP-MS d'un échantillon pour un rapport masse sur charge donné	coups·s ⁻¹
N_0	Nombre de coups par seconde mesurés par ICP-MS d'un blanc pour un rapport masse sur charge donné	coups·s ⁻¹
\bar{N}_0	Nombre de coups moyen par seconde pour plusieurs blancs mesurés par ICP-MS pour un rapport masse sur charge donné	coups·s ⁻¹
N_{net}	Nombre de coups net par seconde, $N - N_0$	coups·s ⁻¹
N_{netIS}	Nombre de coups net par seconde au rapport masse sur charge de l'étalon interne	coups·s ⁻¹
N_{netT}	Nombre de coups net par seconde dans un échantillon où un traceur a été ajouté afin d'évaluer le rendement chimique	coups·s ⁻¹
N_{SP}	Nombre de coups net par seconde dans le blanc réactif dopé	coups·s ⁻¹
N_T	Nombre de coups par seconde au rapport masse sur charge de l'analyte présent comme impuretés	coups·s ⁻¹
N_{US}	Nombre de coups net par seconde dans le blanc réactif non dopé	coups·s ⁻¹
R_c	Rendement chimique de l'étape de purification mesuré par ICP-MS	—
S_{N_0}	Écart-type obtenu à partir du mesurage de dix prises d'essai du blanc	coups s ⁻¹
U	Incertitude élargie avec un facteur d'élargissement k avec $k = 1, \dots, U = k \cdot u$	Bq·kg ⁻¹
$u(C)$	Incertitude-type associée au résultat de l'activité massique	Bq·kg ⁻¹
$u(\rho)$	Incertitude-type associée au résultat de mesure	g·kg ⁻¹
ρ	Concentration en masse d'analyte	g·kg ⁻¹
ρ_A	Concentration en masse de la solution étalon d'analyte	g·g ⁻¹
ρ_C	Concentration en masse de la solution d'étalonnage	g·g ⁻¹
ρ_{IS}	Concentration en masse d'élément ou d'isotope étalon interne par unité de masse de la solution étalon interne	g·g ⁻¹
ρ_T	Concentration en masse de la solution de traceur	g·g ⁻¹
ρ_V	Concentration en masse d'analyte par unité de volume d'échantillon	g·l ⁻¹
V	Volume de l'échantillon	l

α Constante de biais de mesurage permettant d'appliquer une correction au biais d'intensité du signal entre le traceur et l'analyte

5 Principe

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

La spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) s'est avérée satisfaisante pour mesurer la concentration de ^{232}Th dans des échantillons d'eau [8],[9].

Les résultats peuvent être convertis en activités volumiques en utilisant l'activité spécifique indiquée dans le [Tableau 1](#) comme facteur de conversion.

Tableau 1 — Période radioactive et activité spécifique du ^{232}Th [10]

Isotope	Période radioactive années	Activité spécifique $\text{Bq}\cdot\text{g}^{-1}$
^{232}Th	14,02 (7) 10^9	4,067 (17) $\cdot 10^3$

Le [Tableau 2](#) donne un exemple de limite de détection pouvant être obtenue par ICP-MS pour une durée de mesure 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 2 — Exemples de limite de détection [8],[9]

Isotope	Limite de détection $\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$	Limite de détection $\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
^{232}Th	0,5	$2,0 \times 10^{-3}$

Plusieurs types d'interférences, présentées dans le [Tableau 3](#), influent sur le mesurage des radionucléides par ICP-MS.

Tableau 3 — Interférences influant sur le mesurage du ^{232}Th par ICP-MS

Type d'interférence	Description	Interférents
Isobarique	Des isotopes stables ou radioactifs ont une masse similaire à celle de l'analyte	Aucune
Polyatomique	Des isotopes stables ou radioactifs se combinent dans le plasma pour former un ion polyatomique de masse similaire à celle de l'analyte	$^{231}\text{Pa}^1\text{H}$, $^{197}\text{Au}^{35}\text{Cl}$, $^{192}\text{Pt}^{40}\text{Ar}$
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	^{231}Pa , ^{233}U

En fonction des interférences potentielles, la mesure du ^{232}Th peut être effectuée soit directement, soit après une séparation chimique. Cette séparation chimique permet d'éliminer des éléments susceptibles de former des interférences polyatomiques et liées à la sensibilité en abondance. Il est important de s'assurer de l'élimination de toute interférence potentielle avant le mesurage. S'il existe un nombre limité d'interférences affectant le mesurage du ^{232}Th par ICP-MS, les interférences polyatomiques et la sensibilité en abondance doivent néanmoins être prises en compte.

Il est important de connaître le facteur de séparation des interférents atteignable par séparation chimique et selon le spectromètre ICP-MS utilisé. Celui-ci peut être évalué au départ par la mesure de la concentration des interférents à des concentrations croissantes, afin de surveiller les effets à $m/z = 232$, avant que la séparation chimique ou instrumentale soit effectuée, après, ou les deux.

On peut effectuer une mesure directe par ICP-MS d'une aliquote d'un échantillon d'eau pour déterminer sa composition en éléments stables. Il peut être nécessaire de diluer davantage les échantillons avec des concentrations élevées dans la matrice (tels que l'eau de mer) avant le mesurage, selon le système