NORME INTERNATIONALE

ISO 17294-2

Deuxième édition
2016-07-15

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

Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) —

Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes

Numéro de référence
ISO 17294-2:2016(F)

© ISO 2016



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

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

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **2**
3 Termes et définitions **3**
4 Principe **3**
5 Interférences **4**
5.1 Généralités 4
5.2 Interférences spectrales 4
5.2.1 Généralités 4
5.2.2 Interférences isobariques des éléments 4
5.2.3 Interférences polyatomiques 6
5.3 Interférences non spectrales 6
6 Réactifs **7**
7 Appareillage **11**
8 Échantillonnage **12**
9 Prétraitement des échantillons **13**
9.1 Détermination de la concentration en masse des éléments dissous sans digestion 13
9.2 Détermination de la concentration en masse totale après digestion 13
10 Mode opératoire **13**
10.1 Généralités 13
10.2 Étalonnage du système ICP-MS 14
10.3 Analyse de la solution de matrice pour l'évaluation des facteurs de correction 14
10.4 Analyse des échantillons 14
11 Calculs **15**
12 Rapport d'essai **15**
Annexe A (normative) **Détermination de la concentration en masse des isotopes de l'uranium** **16**
Annexe B (informative) **Description des matrices des échantillons utilisés pour l'essai interlaboratoires** **26**
Annexe C (informative) **Données relatives aux performances** **28**
Bibliographie **31**

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1 Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 147, *Qualité de l'eau,* sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 17294-2:2003) qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 17294 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS):*

— *Partie 1: Lignes directrices générales*

— *Partie 2: Dosage des éléments sélectionnés, y compris les isotopes d'uranium*

 © ISO 2016 – Tous droits réservés

Introduction

Lors de l'application de la présente partie de l'ISO 17294, il est nécessaire de déterminer, dans chaque cas et en fonction de la plage à étudier, s'il convient de spécifier des conditions additionnelles, et le cas échéant, selon quelle ampleur.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

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

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente partie de l'ISO 17294 maîtrisent les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 17294 ne prétend pas couvrir tous les problèmes de sécurité potentiels associés à son utilisation. Il incombe à ses utilisateurs d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument indispensable que les essais menés conformément à la présente partie de l'ISO 17294 le soient par un personnel dûment qualifié et compétent.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17294 spécifie une méthode de dosage des éléments suivants: aluminium, antimoine, argent, arsenic, baryum, béryllium, bismuth, bore, cadmium, césium, calcium, cérium, chrome, cobalt, cuivre, dysprosium, erbium, étain, fer, gadolinium, gallium, germanium, hafnium, holmium, indium, iridium, lanthane, lithium, lutécium, magnésium, manganèse, mercure, molybdène, néodyme, nickel, or, palladium, phosphore, platine, plomb, potassium, praséodyme, rubidium, rhénium, rhodium, ruthénium, samarium, scandium, sélénium, sodium, strontium, terbium, tellure, thorium, thallium, thulium, tungstène, uranium et ses isotopes, vanadium, yttrium, ytterbium, zinc et zirconium, ainsi que pour le dosage de ces éléments dans l'eau (par exemple l'eau potable, l'eau de surface, l'eau souterraine, les eaux usées et les éluats).

Compte tenu des interférences spécifiques et non spécifiques, ces éléments peuvent également être dosés dans des minéralisats d'eau, de boues et de sédiments (par exemple des minéralisats d'eau tels que décrits dans l'ISO 15587-1 ou l'ISO 15587-2).

La gamme de travail dépend de la matrice et des interférences rencontrées. Dans l'eau potable et dans les eaux relativement peu polluées, la limite de quantification (xLQ) est comprise entre 0,002 µg/l et 1,0 µg/l pour la plupart des éléments (voir Tableau 1). Selon l'élément concerné et les exigences prédéfinies, la gamme de travail couvre généralement les concentrations comprises entre plusieurs pg/l et plusieurs mg/l.

Les limites de quantification de la plupart des éléments sont influencées par la contamination du blanc et dépendent, dans une large mesure, des installations de traitement de l'air dont dispose le laboratoire, ainsi que de la pureté des réactifs et de la propreté de la verrerie.

La limite inférieure de quantification sera plus élevée dans les cas où la détermination est susceptible d'être soumise à des interférences (voir l'Article 5) ou en cas d'effets mémoire (voir ISO 17294-1:2004, 8.2).

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Tableau 1 — Limites de quantification inférieures (*x*LQ) pour l'eau non polluée

Élément	Isotope souvent utilisé	Limite de quantification[a] µg/l	Élément	Isotope souvent utilisé	Limite de quantification[a] µg/l	Élément	Isotope souvent utilisé	Limite de quantification[a] µg/l
Ag	^{107}Ag	0,5	Hf	^{178}Hf	0,1	Ru	^{102}Ru	0,1
	^{109}Ag	0,5	Hg	^{202}Hg	0,05	Sb	^{121}Sb	0,2
Al	^{27}Al	1	Ho	^{165}Ho	0,1		^{123}Sb	0,2
As	^{75}As[c]	0,1	In	^{115}In	0,1	Sc	^{45}Sc	5
Au	^{197}Au	0,5	Ir	^{193}Ir	0,1	Se	^{77}Se[c]	1
B	^{10}B	1	K	^{39}K[c]	5		^{78}Se[c]	0,1
	^{11}B	1	La	^{139}La	0,1		^{82}Se	1
Ba	^{137}Ba	3	Li	^{6}Li	10	Sm	^{147}Sm	0,1
	^{138}Ba	0,5		^{7}Li	1	Sn	^{118}Sn	1
Be	^{9}Be	0,1	Lu	^{175}Lu	0,1		^{120}Sn	1
Bi	^{209}Bi	0,5	Mg	^{24}Mg	1	Sr	^{86}Sr	0,5
Ca	^{43}Ca	100		^{25}Mg	10		^{88}Sr	0,3
	^{44}Ca	50	Mn	^{55}Mn	0,1	Tb	^{159}Tb	0,1
	^{40}Ca	10	Mo	^{95}Mo	0,5	Te	^{126}Te	2
Cd	^{111}Cd	0,1		^{98}Mo	0,3	Th	^{232}Th	0,1
	^{114}Cd	0,5	Na	^{23}Na	10	Tl	^{203}Tl	0,2
Ce	^{140}Ce	0,1	Nd	^{146}Nd	0,1		^{205}Tl	0,1
Co	^{59}Co	0,2	Ni	^{58}Ni[c]	0,1	Tm	^{169}Tm	0,1
Cr	^{52}Cr[c]	0,1		^{60}Ni[c]	0,1	U	^{238}U	0,1
	^{53}Cr	5	P	^{31}P	5		^{235}U	10^{-4}
Cs	^{133}Cs	0,1	Pb	^{206}Pb[b]	0,2		^{234}U	10^{-5}
Cu	^{63}Cu	0,1		^{207}Pb[b]	0,2	V	^{51}V[c]	0,1
	^{65}Cu	0,1		^{208}Pb[b]	0,1	W	^{182}W	0,3
Dy	^{163}Dy	0,1	Pd	^{108}Pd	0,5		^{184}W	0,3
Er	^{166}Er	0,1	Pr	^{141}Pr	0,1	Y	^{89}Y	0,1
Fe	^{56}Fe[c]	5	Pt	^{195}Pt	0,5	Yb	^{172}Yb	0,2
Ga	^{69}Ga	0,3	Rb	^{85}Rb	0,1		^{174}Yb	0,2
	^{71}Ga	0,3	Re	^{185}Re	0,1	Zn	^{64}Zn	1
Gd	^{157}Gd	0,1		^{187}Re	0,1		^{66}Zn	1
	^{158}Gd	0,1	Rh	^{103}Rh	0,1		^{68}Zn	1
Ge	^{74}Ge	0,3	Ru	^{101}Ru	0,2	Zr	^{90}Zr	0,2

[a] Selon l'instrumentation utilisée, il est possible d'atteindre des limites nettement inférieures.

[b] Pour éviter les résultats incorrects dus aux différents rapports d'isotopes dans l'environnement, les intensités des signaux des ^{206}Pb, ^{207}Pb et ^{208}Pb doivent être ajoutées.

[c] Pour atteindre ces limites, l'emploi d'une cellule de collision-réaction est recommandé en fonction des interférences constatées.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage.*

© ISO 2016 – Tous droits réservés

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

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage.*

ISO 15587-1, *Qualité de l'eau — Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau — Partie 1: Digestion à l'eau régale.*

ISO 15587-2, *Qualité de l'eau — Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau — Partie 2: Digestion à l'acide nitrique.*

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.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 17294-1 ainsi que le suivant s'appliquent.

3.1
limite d'application
concentration la plus basse d'un analyte pouvant être déterminée avec un niveau défini d'exactitude et de fidélité

4 Principe

Le dosage multi-élément d'éléments sélectionnés, y compris les isotopes de l'uranium, par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) se compose des étapes suivantes:

— introduction d'une solution à analyser dans un plasma induit par haute fréquence (par nébulisation pneumatique, par exemple) où les processus de transfert de l'énergie engendrés par le plasma provoquent la désolvatation, la décomposition, l'atomisation et l'ionisation des éléments;

— à titre d'option supplémentaire, la technologie des cellules de collision-réaction peut être mise en œuvre afin de maîtriser plusieurs interférences (voir 5.1);

— extraction des ions du plasma par une interface sous vide à pompage différentiel avec optique ionique intégrée et séparation sur la base de leur rapport masse/charge au moyen d'un spectromètre de masse (un spectromètre quadripolaire, par exemple);

— introduction des ions dans l'unité de séparation des masses (un spectromètre quadripolaire, par exemple) et détection en utilisant généralement un montage à multiplicateur d'électrons à dynode en continu, puis traitement de l'information ionique par un système de traitement des données;

— détermination quantitative après étalonnage avec des solutions d'étalonnage appropriées.

La relation entre l'intensité du signal et la concentration en masse est généralement linéaire sur un intervalle étendu (habituellement supérieur à plusieurs ordres de grandeur).

L'Annexe A décrit la méthode à utiliser pour le dosage des isotopes de l'uranium. Des spectres de masse à résolution plus élevée peuvent être obtenus en utilisant des instruments à secteur magnétique. Cette configuration peut faciliter la séparation des isotopes utiles des espèces interférentes.

© ISO 2016 – Tous droits réservés