
Qualité de l'eau — Technétium-99 —
Partie 1:
Méthode d'essai par comptage des
scintillations en milieu liquide

Water quality — Technetium-99 —

Part 1: Test method using liquid scintillation counting

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22125-1:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25e24a2b-0546-4b71-8019-1edc2a48a6f9/iso-22125-1-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22125-1:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25e24a2b-0546-4b71-8019-1edc2a48a6f9/iso-22125-1-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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 et symboles	2
4 Principe	4
5 Échantillonnage et stockage	4
6 Mode opératoire	5
6.1 Préparation de l'échantillon pour le mesurage.....	5
6.2 Mesurage de l'échantillon.....	5
7 Programme d'assurance qualité et de contrôle qualité	5
7.1 Généralités.....	5
7.2 Variables susceptibles d'influencer le mesurage.....	5
7.3 Vérification de l'instrument.....	6
7.4 Contamination.....	6
7.5 Contrôle des interférences.....	6
7.6 Vérification de la méthode.....	6
7.7 Démonstration des capacités de l'analyste.....	6
7.8 Mesurage de l'échantillon.....	6
8 Expression des résultats	7
8.1 Activité de l'échantillon, rendement et incertitudes.....	7
8.2 Seuil de décision.....	9
8.3 Limite de détection.....	9
8.4 Limites de l'intervalle de confiance.....	10
8.5 Calcul utilisant l'activité par unité de volume.....	10
8.6 Conversion de l'activité volumique en concentration en masse.....	11
8.7 Conversion de la concentration en masse en unité de volume.....	11
9 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Méthode 1 — Résine TEVA	13
Annexe B (informative) Méthode 2 — Résine TRU	16
Annexe C (informative) Méthode 3 — Résine échangeuse d'anions	19
Bibliographie	21

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*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 22125 se trouve sur le site web de l'ISO.

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 et 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 et 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. 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 que des 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 de l'ISO/IEC et l'ISO 5667-20^[4].

Selon la situation d'exposition, les différentes limites et différents niveaux indicatifs entraîneront une action pour réduire le risque sanitaire. À titre d'exemple, durant une situation planifiée ou existante, les lignes directrices de l'OMS concernant la limite indicative dans l'eau potable est de $100 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour l'activité volumique de ^{99}Tc .

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 efficace de $0,1 \text{ mSv/a}$ pour les personnes du public. Cette dose efficace représente 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^[5] mentionnent que l'activité volumique ne pourrait pas être supérieure à $10\,000 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ pour ^{99}Tc .

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)^[5].

Ainsi, il est possible d'adapter la méthode d'essai de façon 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^{[5][6][7]}.

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).

Le présent document a été élaboré pour répondre aux besoins des laboratoires d'essai effectuant ces mesurages, qui sont parfois requis par les autorités nationales, car ils 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 22125-1:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25e24a2b-0546-4b71-8019-1edc2a48a6f9/iso-22125-1-2019>

Qualité de l'eau — Technétium-99 —

Partie 1: Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide

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 de 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 et de déterminer l'applicabilité des autres restrictions.

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de mesure du ^{99}Tc dans tous les types d'eaux par comptage des scintillations en milieu liquide (CSL).

La méthode est applicable aux échantillons pour essai d'eau de distribution/potable, d'eau pluviale, d'eau de surface et souterraine, ainsi que d'eau de refroidissement, d'eau industrielle, d'eau usée domestique et industrielle après échantillonnage, manipulation de l'échantillon et préparation de l'échantillon pour essai. Il est nécessaire de filtrer l'échantillon pour essai.

La limite de détection dépend du volume d'échantillon et de l'instrument utilisé. La méthode décrite dans le présent document, qui a recours aux instruments CSL actuellement disponibles, a une limite de détection d'environ $5 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ à $20 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$, ce qui est inférieur aux critères de potabilité de l'eau de l'OMS (100 Bq l^{-1}).^[3] Ces valeurs peuvent être obtenues avec une durée de comptage de 30 min pour un volume d'échantillon variant entre 14 ml et 40 ml. La méthode présentée dans le présent document n'est pas applicable à la détermination de la quantité de ^{99}Tc à l'état d'ultra-traces.

Les valeurs d'activité volumique indiquées dans le présent document sont exprimées en masse d'échantillon et non en unité de volume d'échantillon comme c'est habituellement le cas dans des normes similaires. La raison est que ^{99}Tc est mesuré dans différents types de matrices tels que l'eau douce ou l'eau de mer, qui présentent des masses volumiques très différentes. Les valeurs d'activité volumique peuvent être facilement converties en unité de volume d'échantillon en mesurant le volume d'échantillon. Cependant, cela accroît l'incertitude applicable au résultat de l'activité volumique.

La méthode décrite dans le présent document est applicable en cas d'urgence, mais pas si $^{99\text{m}}\text{Tc}$ est présent à des quantités susceptibles de provoquer des interférences et pas si $^{99\text{m}}\text{Tc}$ est utilisé comme traceur de rendement.

L'analyse du Tc adsorbé dans la matière en suspension n'est pas couverte par la présente méthode.

Il incombe à l'utilisateur de s'assurer que la méthode d'essai relative aux échantillons d'eau soumis à essai est valide.

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.

ISO 22125-1:2019(F)

Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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 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 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 10703, *Qualité de l'eau — Détermination de l'activité volumique des radionucléides — Méthode par spectrométrie gamma à haute résolution*

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

ISO 19361, *Mesurage de la radioactivité — Détermination de l'activité des radionucléides émetteurs bêta — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide*

ISO 20042, *Mesurage de la radioactivité — Radionucléides émetteurs de rayons gamma — Méthode d'essai générique par spectrométrie à rayons gamma*

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

3 Termes, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 80000-10, l'ISO 11929, le Guide ISO/IEC 98-3 et le Guide ISO/IEC 99 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 (OBP): disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.2 Symboles

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

Symbole	Terme	Unité
C_A^*	seuil de décision	Bq·kg ⁻¹

Symbole	Terme	Unité
$c_A^\#$	limite de détection	Bq·kg ⁻¹
$c_A^<, c_A^>$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance	Bq·kg ⁻¹
$c_{A\rho}^\#$	limite de détection en concentration en masse	g·kg ⁻¹
A	activité de la source d'étalonnage	Bq
A_T	activité du traceur	Bq
A_{Tm}	activité du traceur mesuré	Bq
c_A	activité volumique	Bq·kg ⁻¹
c_m	concentration en masse	g·kg ⁻¹
C_s	activité spécifique	Bq·g ⁻¹
DPM	désintégrations par minute	
f_q	facteur d'affaiblissement lumineux	
m	masse de l'échantillon pour essai	kg
m_1	masse du sous-échantillon de l'éluat pour le mesurage par CSL de Tc	g
m_2	masse du sous-échantillon de l'éluat pour le mesurage du rendement	g
m_e	masse de l'éluat	g
m_T	masse du traceur	g
m_{TB}	masse du traceur ajouté au blanc de réactif pour le calcul de r_b	g
m_{te}	masse du récipient à vide de l'éluat	g
m_{tf}	masse du récipient plein de l'éluat	g
m_{Tm}	masse du traceur mesuré	g
m_{TS}	masse de la solution de traçage	g
r_b	taux de comptage du blanc de réactif	impulsions·s ⁻¹
R_c	rendement chimique	
r_g	taux de comptage de l'échantillon	impulsions·s ⁻¹
R_m	rapport massique	
r_s	taux de comptage d'étalonnage	impulsions·s ⁻¹
r_{sp}	taux de comptage du blanc de réactif dopé pour le calcul de r_o	impulsions·s ⁻¹
r_T	taux de comptage de ⁹⁹ Tc à partir du traceur	impulsions·s ⁻¹
r_{us}	taux de comptage du blanc de réactif non dopé pour le calcul de r_o	impulsions·s ⁻¹
SQPE	paramètre d'affaiblissement spectral de l'étalon externe	
t_0	durée de comptage du bruit de fond	s
TDCR	rapport des coïncidences triples à doubles	
t_g	durée de comptage de l'échantillon	s
t_s	durée de comptage d'étalonnage	s
tSIE	indice spectral transformé de l'étalon externe	
$\tilde{u}(\tilde{c}_A)$	limites caractéristiques	Bq·kg ⁻¹
U	incertitude élargie, calculée par $U = ku(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$	Bq·kg ⁻¹
$u(c_A)$	incertitude-type associée au résultat de mesure	Bq·kg ⁻¹
V	volume de l'échantillon pour essai	l
ε	rendement de détection	
ρ	masse volumique de l'échantillon	kg·l ⁻¹

4 Principe

Le technétium est principalement un élément anthropogène, mais des quantités traces sont trouvées dans les minerais d'uranium. Il n'a pas d'isotope stable. ^{99}Tc est un important produit de fission de ^{235}U (environ 6 % de rendement^[8]) avec une énergie bêta maximale de (294 ± 1) keV et une demi-vie de $(2,1 \pm 0,1) \times 10^5$ ans^[9].

Pour déterminer la quantité de ^{99}Tc dans l'eau, un échantillon d'eau est recueilli, filtré, acidifié et oxydé (voir l'Article 5). Un traceur est ajouté avant la séparation chimique pour tenir compte des pertes de rendement survenues pendant l'étape de purification. Le traceur est ajouté en quantité suffisante pour obtenir une bonne fidélité statistique et pour pouvoir facilement le différencier d'un échantillon témoin. Les traceurs utilisables sont Re stable, $^{95\text{m}}\text{Tc}$ et $^{99\text{m}}\text{Tc}$. Re stable est souvent utilisé comme traceur de rendement pour le mesurage de Tc en raison de sa réactivité similaire.^[8] Il a l'avantage d'être facilement disponible et stable. Tc et Re n'ont pas le même comportement lorsqu'ils sont chauffés dans une solution acide. Tc est plus volatil^{[10][11]}; ainsi Re ne peut pas être utilisé comme traceur de rendement lorsque la méthode comprend une étape d'évaporation.

- Lorsque est utilisé comme traceur de rendement chimique, un sous-échantillon (m_2) de masse connue est prélevé avant le mesurage par CSL pour la détermination du rendement. Il est recommandé d'effectuer la détermination du rendement avant de compter l'échantillon.

Le rhénium peut être mesuré, par exemple, par:

- ICP-OES conformément à l'ISO 11885^[12]
- AAS conformément à l'ISO 15586^[13]
- spectroscopie UV-visible^{[14][15]}
- Lorsque $^{99\text{m}}\text{Tc}$ ou $^{95\text{m}}\text{Tc}$ est utilisé comme traceur de rendement chimique, le rendement chimique est déterminé par spectrométrie gamma.^[8] Une activité suffisante de $^{99\text{m}}\text{Tc}$ ou de $^{95\text{m}}\text{Tc}$ est ajoutée pour obtenir 10 000 impulsions lors du comptage de l'échantillon. L'échantillon est directement placé dans le compteur gamma, sans le prétraiter. Il est mesuré conformément aux spécifications de l'instrument et selon l'ISO 10703 et l'ISO 20042.

Il convient que $^{95\text{m}}\text{Tc}$ ou $^{99\text{m}}\text{Tc}$ se désintègre complètement avant de mesurer l'échantillon par CSL. Cela peut prendre plusieurs jours pour $^{99\text{m}}\text{Tc}$ et plusieurs mois pour $^{95\text{m}}\text{Tc}$, selon la quantité initiale ajoutée. Il est généralement préférable d'utiliser le traceur $^{99\text{m}}\text{Tc}$ plutôt que $^{95\text{m}}\text{Tc}$ en raison d'une désintégration plus rapide et aussi parce que les solutions étalons de $^{95\text{m}}\text{Tc}$ du commerce peuvent contenir une importante quantité de ^{99}Tc ^[8].

^{99}Tc est soumis à une purification chimique des interférents potentiels, qui comprennent les isotopes permettant au scintillateur liquide d'émettre de la lumière dans la région d'intérêt (RI) de ^{99}Tc . Différentes méthodes de purification de ^{99}Tc sont présentées aux Annexes A à C.

Après élimination des interférents potentiels, le rendement chimique (R_c) est déterminé. L'échantillon purifié est mélangé avec le cocktail scintillant dans un flacon de comptage pour obtenir un milieu homogène. Le flacon est compté par CSL.

5 Échantillonnage et stockage

L'échantillonnage, la manipulation et le stockage de l'eau doivent être effectués conformément aux spécifications l'ISO 5667-1, de l'ISO 5667-3 et de l'ISO 5667-10 et des recommandations sont données pour les différents types d'eau dans les Références [16] à [23]. Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon parfaitement représentatif et non endommagé ou modifié pendant le transport ou le stockage.

L'échantillon est filtré à l'aide d'un filtre de 0,45 μm pour éliminer la matière en suspension. Un filtre de porosité inférieure peut également être utilisé, mais la filtration risque d'être plus laborieuse et chronophage. Le technétium (VII) n'est pas fortement adsorbé par un récipient en plastique ou en

verre, mais il peut être réduit en oxyde de technétium (TcO_2) par la matière organique présente dans l'échantillon. Après filtration, l'échantillon est acidifié avec de l'acide nitrique (HNO_3) à $0,01 \text{ mol l}^{-1}$ de HNO_3 . Puis du peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) est ajouté pour maintenir Tc sous forme de TcO_4^- et réduire son adsorption par le récipient. Il est recommandé d'ajouter du H_2O_2 pour porter la concentration de l'échantillon à $0,02 \text{ mol l}^{-1}$.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'échantillon pour le mesurage

Filtrer, acidifier et oxyder les échantillons et un échantillon témoin préparé avec de l'eau ultra-pure conformément aux spécifications de [l'Article 5](#). Au moins un échantillon témoin est nécessaire pour toutes les méthodes présentées. Cependant, la moyenne de plusieurs témoins peut être utilisée. De plus, mesurer des échantillons témoins à intervalles réguliers permet de détecter rapidement un problème de bruit de fond lors du mesurage des échantillons (voir le programme d'assurance qualité et de contrôle qualité à [l'Article 7](#)). Ajouter le traceur à l'échantillon.

Purifier l'échantillon des interférents potentiels. Des méthodes de purification sont décrites aux Annexes informatives A à C. Une méthode équivalente peut être utilisée, à condition qu'elle satisfasse à tous les critères énoncés dans le présent document.

Déterminer le rendement chimique.

Mesurer ^{99}Tc dans l'échantillon par CSL.

6.2 Mesurage de l'échantillon

Mesurer ^{99}Tc dans les échantillons par CSL en respectant les instructions fournies par le fabricant d'instrument et les étapes décrites dans [l'ISO 19361:2019](#).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25e24a2b-0546-4b71-8019-1edc2a48a6f9/iso-22125-1-2019>

7 Programme d'assurance qualité et de contrôle qualité

7.1 Généralités

Les mesures de contrôle qualité doivent répondre aux exigences de l'ISO/IEC 17025. Les méthodes de mesure doivent être effectuées par un personnel adéquatement formé dans le cadre d'un programme d'assurance qualité.

7.2 Variables susceptibles d'influencer le mesurage

Veiller à limiter le plus possible l'influence des paramètres susceptibles d'influencer le mesurage et de donner un résultat non représentatif. Le non-respect de ces précautions peut impliquer l'application de facteurs correctifs au résultat de mesure. Les variables influençant chaque méthode de mesure sont décrites dans l'ISO 13164-2^[24] et dans l'ISO 13164-3^[25].

Des variables d'influence peuvent affecter les étapes suivantes du processus de mesurage: échantillonnage, transport et stockage, réactifs, transfert et mesurage d'activité.

La présence de luminescence empêche le mesurage correct des échantillons. Pour réduire la luminescence, les échantillons sont gardés à l'abri de la lumière pendant quelques heures avant de les compter. Si un pic de luminescence est observé, attendre quelques heures de plus jusqu'à disparition de la luminescence et recommencer le comptage des échantillons.

7.3 Vérification de l'instrument

Les principaux paramètres de l'instrument (performance, bruit de fond) doivent être vérifiés à intervalles réguliers dans le cadre d'un programme d'assurance qualité établi par le laboratoire et conformément aux instructions du fabricant.

7.4 Contamination

Vérifier la présence de contamination des réactifs en réalisant régulièrement une analyse du blanc de réactif. Les modes opératoires du laboratoire doivent garantir l'absence de toute contamination du laboratoire et de l'équipement et de toute contamination croisée.

7.5 Contrôle des interférences

Il incombe à l'utilisateur de s'assurer que tous les interférents potentiels ont été éliminés. L'élimination des interférents potentiels est limitée par le facteur de décontamination de la méthode et les fonctionnalités de l'instrument.

7.6 Vérification de la méthode

Il convient d'effectuer une vérification périodique de l'exactitude de la méthode. Cette vérification inclut:

- la participation à des comparaisons interlaboratoires;
- l'analyse de matériaux de référence;
- l'analyse d'échantillons dopés.

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Il convient de vérifier la répétabilité de la méthode (par exemple, par des mesurages répétés).

ISO 22125-1:2019

7.7 Démonstration des capacités de l'analyste

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25e24a2b-0546-4b71-8019-1edc2a48a619/iso-22125-1-2019>

Si un analyste n'a pas effectué cette opération avant, il convient d'effectuer un essai de fidélité et de biais en réalisant un mesurage en double d'un matériau de référence ou dopé. Il convient que le laboratoire définisse les limites d'acceptation.

Il convient qu'une évaluation similaire soit effectuée par les analystes qui réalisent régulièrement cette opération, avec une périodicité définie par le laboratoire. Il convient que les limites d'acceptation soient définies.

7.8 Mesurage de l'échantillon

Vérifier régulièrement les performances de mesurage des instruments en utilisant des sources d'activité constante couvrant le domaine d'énergie à mesurer. Le bruit de fond de comptage du système est mesuré pendant une période au moins égale à celle de la durée de comptage utilisée pour l'échantillon pour essai et les étalons. Le taux de comptage du blanc de réactif est désigné par r_b . Le rendement de comptage de ^{99}Tc est déterminé avec une solution étalon de ^{99}Tc d'activité et de pureté connues.

Il convient que les échantillons recueillis après la purification et analyse par CSL présentent un indice d'affaiblissement lumineux (par exemple tSIE, SQPE, TDCR, DPM direct) similaire pour un type de matrice spécifique car le milieu chimique est très similaire. Cependant, une courbe d'étalonnage de l'affaiblissement lumineux peut être tracée pour couvrir le domaine de valeurs d'indices d'affaiblissement lumineux rencontré. Cette courbe est réalisée en ajoutant aux aliquotes témoins une quantité connue de ^{99}Tc et des concentrations variables en agent d'affaiblissement lumineux. Une courbe d'affaiblissement lumineux peut être obtenue en représentant graphiquement le rendement de détection en fonction de la valeur d'indice d'affaiblissement lumineux.