
Qualité de l'eau — Technétium-99 —
Partie 2:
Méthode d'essai par spectrométrie
de masse couplée à un plasma induit
(ICP-MS)

iTeh STANDARD PREVIEW
Water quality — Technetium-99 —
(standards.iteh.ai)

Part 2: Test method using inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

ISO 22125-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57bf91dd-4e18-4723-9fe0-085472ae467f/iso-22125-2-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22125-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57bf91dd-4e18-4723-9fe0-085472ae467f/iso-22125-2-2019>



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, manipulation 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	6
7.1 Généralités.....	6
7.2 Variables susceptibles d'influencer le mesurage.....	6
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.....	7
8 Expression des résultats	7
8.1 En utilisant Re, ⁹⁷ Tc ou ⁹⁸ Tc comme traceur de rendement.....	7
8.1.1 Calcul de la masse du traceur et de l'analyte ajouté.....	7
8.1.2 Biais de mesure.....	8
8.1.3 Concentration en masse de l'échantillon.....	8
8.1.4 Limite de détection.....	8
8.1.5 Limite de quantification.....	8
8.2 En utilisant ^{95m} Tc, ^{97m} Tc ou ^{99m} Tc comme traceur de rendement.....	8
8.2.1 Calcul de l'activité du traceur, de la masse de l'analyte et de la masse de l'étalon interne ajouté.....	8
8.2.2 Rendement de l'étape de purification.....	9
8.2.3 Biais de mesure.....	9
8.2.4 Concentration en masse de l'échantillon.....	10
8.2.5 Limite de détection.....	10
8.2.6 Limite de quantification.....	10
8.2.7 Conversion de la concentration en masse en activité volumique.....	10
8.2.8 Conversion de la concentration en masse en unité de volume.....	11
8.3 Correction de la présence de ⁹⁹ Tc dans le traceur.....	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	22

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 nature volontaire des normes, de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute autre 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.

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

Selon la situation d'exposition, 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 ^[3].

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 mSv/a pour les personnes du public. Cette dose efficace 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^[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].

ISO 22125-2:2019(F)

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 22125-2:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57bf91dd-4e18-4723-9fe0-085472ae467f/iso-22125-2-2019>

Qualité de l'eau — Technétium-99 —

Partie 2:

Méthode d'essai par spectrométrie de masse couplée à un plasma induit (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 et de déterminer l'applicabilité des autres restrictions.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits selon la présente méthode d'essai soient exécutés par du personnel titulaire d'une qualification appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de mesure de ^{99}Tc dans tous les types d'eau par spectrométrie de masse couplée à un plasma induit (ICP-MS).

Cette 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 spectromètres ICP-MS actuellement disponibles, a une limite de détection d'environ $0,2 \text{ ng}\cdot\text{kg}^{-1}$ à $0,5 \text{ ng}\cdot\text{kg}^{-1}$ ($0,1 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ à $0,3 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$), ce qui est nettement inférieur aux critères de potabilité de l'eau de l'OMS ($100 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$).^[3] 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 de concentration en masse indiquées dans le présent document sont exprimées en unité de masse d'échantillon, et non en unité de volume d'échantillon comme c'est habituellement le cas dans les normes similaires. Cela tient au fait 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 de concentration en masse 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 la concentration en masse.

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.

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

ISO 22125-2:2019(F)

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 (toutes les parties), *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 17294-2, *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 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	Symbole d'unité	Définition
α	Biais de mesure	—	Constante permettant de corriger le biais d'intensité du signal entre le traceur ou l'étalon interne et l'analyte
C	Activité volumique	Bq·kg ⁻¹	Activité volumique ρ mesurée pour un radionucléide donné

Symbole	Terme	Symbole d'unité	Définition
C_s	Activité spécifique	$Bq \cdot g^{-1}$	Activité correspondant à un gramme du radionucléide
DL	Limite de détection en concentration en masse	$g \cdot kg^{-1}$	Concentration en masse minimale qui peut être considérée statistiquement différente d'un échantillon témoin
DL_C	Limite de détection de l'activité volumique	$Bq \cdot kg^{-1}$	Activité volumique minimale qui peut être considérée statistiquement différente d'un échantillon témoin
LOQ	Limite de quantification en concentration en masse	$g \cdot kg^{-1}$	Concentration en masse minimale qui peut être quantifiée avec une certitude statistique
LOQ_C	Limite de quantification de l'activité volumique	$Bq \cdot kg^{-1}$	Activité volumique minimale qui peut être quantifiée avec une certitude statistique
m	Masse de l'échantillon	kg	Masse de l'échantillon d'eau
m/z	Rapport masse sur charge	—	Rapport masse sur charge mesuré par ICP-MS
m_A	Masse de l'analyte	g	Masse de l'analyte ajouté à une solution dopée
m_{As}	Masse de la solution d'analyte	g	Masse de la solution d'analyte ajoutée à un témoin ou pour le calcul de la mesure
m_{IS}	Masse de l'étalon interne	g	Masse de l'étalon interne ajouté au témoin et à l'échantillon
m_{ISS}	Masse de la solution d'étalon interne	g	Masse de la solution d'étalon interne ajoutée à un témoin ou un échantillon
m_T	Masse du traceur	g	Masse du traceur ajouté au témoin et à l'échantillon
m_{TB}	Masse du traceur du blanc de réactif	g	Masse du traceur ajouté au blanc de réactif pour le calcul de N_{net}
m_{TS}	Masse de la solution de traçage	g	Masse de la solution de traçage ajoutée à un témoin ou un échantillon
N	Impulsions	impulsions	Nombre d'impulsions directement obtenues lors du mesurage par ICP-MS pour un échantillon à un rapport masse sur charge donné
N_0	Impulsions du témoin	impulsions	Nombre d'impulsions directement obtenues lors du mesurage par ICP-MS pour un témoin à un rapport masse sur charge donné
\bar{N}_0	Impulsions moyennes des échantillons témoins	impulsions	Nombre moyen d'impulsions directement obtenues lors du mesurage par ICP-MS pour plusieurs témoins à un rapport masse sur charge donné
N_{net}	Impulsions nettes	impulsions	$N - N_0$
N_{netIS}	Impulsions nettes de l'étalon interne	impulsions	Au niveau de la masse d'étalon interne
N_{netT}	Impulsions nettes du traceur	impulsions	Au niveau de la masse de traceur
N_{sp}	Impulsions du blanc de réactif dopé	impulsions	Nombre d'impulsions du blanc de réactif dopé pour le calcul de N_{net}
N_T	Impulsions de ^{99}Tc issu du traceur	impulsions	^{99}Tc présent dans le traceur sous forme d'impuretés
N_{us}	Impulsions du blanc de réactif non dopé	impulsions	Nombre d'impulsions du blanc de réactif non dopé pour le calcul de N_{net}
R_c	Rendement chimique	—	Rendement de l'étape de purification obtenu par mesurage gamma
S	Écart-type	impulsions	
s_{N0}	Écart-type	impulsions	Écart-type associé à la mesure obtenue pour 10 prises d'essai d'un témoin
U	Incertitude élargie	—	Produit de l'incertitude-type et du facteur d'élargissement k , avec $k = 1, 2, \dots$, $U = k \cdot u$

Symbole	Terme	Symbole d'unité	Définition
μ	Incertitude-type	—	Incertitude d'un terme tel que masse, impulsions, etc.
$\mu[C]$	Incertitude-type de l'activité volumique	$Bq \cdot kg^{-1}$	Incertitude-type associée au résultat de l'activité volumique
$\mu[\rho]$	Incertitude-type de la concentration en masse	$g \cdot kg^{-1}$	Incertitude-type associée au résultat de la concentration en masse
ρ	Concentration en masse	$g \cdot kg^{-1}$	Masse d'analyte pour un radionucléide donné par unité de masse d'échantillon
ρ_A	Concentration en masse de la solution étalon d'analyte (^{99}Tc)	$g \cdot g^{-1}$	Masse d'analyte pour un radionucléide donné par unité de volume d'échantillon de la solution étalon
ρ_T	Concentration en masse de la solution de traçage	$g \cdot g^{-1}$	Masse de traceur pour un radionucléide donné par unité de volume d'échantillon de la solution de traçage

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 relatif à l'échantillonnage et au stockage).

Un traceur est ajouté avant la séparation chimique pour tenir compte des pertes survenues pendant l'étape de purification. Le traceur est ajouté en quantité suffisante pour obtenir une bonne fidélité statistique et pour pouvoir être facilement différencié d'un échantillon témoin. Les traceurs utilisables sont Re stable, ^{95m}Tc , ^{99m}Tc , ^{97}Tc , ^{98}Tc et ^{99m}Tc .

^{95m}Tc et ^{99m}Tc sont les isotopes Tc les plus faciles à se procurer. ^{97}Tc et ^{98}Tc ne sont actuellement pas disponibles dans le commerce. Les isotopes ^{95m}Tc , ^{97m}Tc et ^{99m}Tc ont une demi-vie radiologique courte et ne peuvent pas être utilisés comme étalon interne (IS) (ils ne sont pas mesurés par ICP-MS) pour corriger la variation du signal par l'instrument ICP-MS; ainsi, un étalon interne tel que le ^{115}In est ajouté avant le mesurage. Lors de l'utilisation de ^{99m}Tc , il convient que l'étalon soit le plus possible exempt de ^{99}Mo .^[10] L'activité de ^{95m}Tc et de ^{99m}Tc est mesurée par spectrométrie gamma conformément à l'ISO 10703 et l'ISO 20042.

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, et peut être mesuré par ICP-MS. Tc et Re n'ont pas le même comportement lorsqu'ils sont chauffés dans une solution acide: Tc est plus volatil^{[11][12]}; ainsi Re ne peut pas être utilisé comme traceur de rendement lorsque la méthode comprend une étape d'évaporation.

Les interférents potentiels relatifs au mesurage de ^{99}Tc par ICP-MS sont éliminés par une méthode chimique. Les deux principaux interférents sont $^{98}MoH^+$ et $^{99}Ru^+$. Les méthodes de purification de ^{99}Tc sont présentées en détail aux Annexes A à C.

Enfin, ^{99}Tc est mesuré par ICP-MS et la concentration en masse ou l'activité volumique de ^{99}Tc est calculée et notée (voir 6.2 pour plus de détails).

5 Échantillonnage, manipulation 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^[13] à^[20] 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 (TcO₂) par la matière organique présente dans l'échantillon. Après filtration, l'échantillon est acidifié avec de l'acide nitrique (HNO₃) à 0,01 mol·l⁻¹ de HNO₃, puis du peroxyde d'hydrogène (H₂O₂) est ajouté pour maintenir Tc sous forme de TcO₄⁻ et réduire son adsorption par le récipient. Il est recommandé d'ajouter du H₂O₂ pour porter la concentration de l'échantillon à 0,02 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 1 échantillon témoin, qui contient le traceur, 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 (pour le programme d'assurance qualité et de contrôle qualité, voir l'Article 7).

Ajouter le traceur conformément aux spécifications de l'une des méthodes de purification décrites aux Annexes A à C. Une méthode équivalente peut être utilisée, à condition qu'elle satisfasse à tous les critères énoncés dans le présent document.

Purifier les échantillons des interférents potentiels en utilisant l'une des méthodes présentées aux Annexes A, B ou C.

Pour les traceurs ^{95m}Tc, ^{97m}Tc et ^{99m}Tc, uniquement, déterminer le rendement par spectrométrie gamma et ajouter l'étalon interne à l'échantillon.

Mesurer l'intensité du signal du ⁹⁹Tc et du traceur ou de l'étalon interne par ICP-MS.

6.2 Mesurage de l'échantillon

L'intensité du signal de ⁹⁹Tc et du traceur ou de l'étalon interne est mesurée à l'aide de l'instrument ICP-MS. Les concentrations en masse de ⁹⁹Tc et du traceur ou de l'étalon interne utilisés sont mesurées. Il convient de suivre les instructions fournies par le fabricant de l'instrument ICP-MS et les étapes décrites dans l'ISO 17294-2.

Il convient d'établir la sensibilité de détection, la limite de détection instrumentale et la fidélité de mesure pour chaque analyse effectuée sur l'instrument. Il convient de noter les interférences relatives aux masses d'intérêt dans un tableau séparé. Il convient de déterminer le biais de mesure pour chaque mesurage.

Une séquence de rinçage, qui permet à l'intensité du signal de l'analyte et du traceur ou de l'étalon interne de retrouver son niveau de référence, doit être effectuée après chaque mesurage d'échantillon. Des effets de mémoire se produisent lors du mesurage de Tc et de Re par ICP-MS. Le système d'introduction d'échantillon peut être rincé avec une solution de HNO₃ (par exemple 2 %), puis avec de l'eau. L'acide et l'eau utilisés sont au minimum de qualité ICP-MS. Ensuite il convient d'utiliser une solution témoin pour vérifier que tous les résidus de Tc et de Re ont été éliminés du système.

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.

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

7.3 Vérification de l'instrument

Les principaux paramètres de l'instrument (rendement de détection, signal 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.

Les principaux interférents pour le mesurage de ^{99}Tc par ICP-MS sont $^{98}\text{MoH}^+$ et $^{99}\text{Ru}^+$. Il est courant de contrôler ces interférents pendant l'étape de mesurage afin d'évaluer leur impact sur le m/z 99. Mo et Ru peuvent être mesurés sans interférences à m/z 95 et 101, respectivement. Si Mo et/ou Ru ont une influence sur le m/z 99, il convient de considérer le résultat comme étant non valide, sauf s'il est corrigé. Étant donné que Mo et Ru ont plusieurs isotopes naturels, il est possible d'utiliser le rapport d'abondance naturelle pour corriger leur influence sur le m/z 99. Ce type de correction affecte la fidélité de mesure et la limite de détection de la méthode. Il convient de l'utiliser uniquement en cas de besoin.

7.6 Vérification de la méthode

Il convient de mesurer une solution témoin à intervalles réguliers dans une séquence d'échantillons. La valeur obtenue doit être soustraite des valeurs d'échantillon mesurées. Si la valeur témoin dépasse la valeur de référence prévue (dans les limites de mesure), suivre les recommandations du fabricant d'instrument et améliorer la séquence de rinçage. De plus, tous les résultats de mesure obtenus avant le témoin non conforme et le dernier témoin valide sont considérés comme étant non valides; ainsi, il convient idéalement de mesurer une solution témoin après chaque mesurage d'échantillon.

Il convient de mesurer une solution de contrôle qualité à intervalles réguliers dans une séquence d'échantillons. Vérifier que la valeur de la concentration ne s'écarte pas de la valeur prévue (dans les limites de mesure). Si la différence dépasse les limites de mesure établies (sensibilité optimale, stabilité optimale), suivre les recommandations du fabricant de l'instrument et optimiser à nouveau les paramètres. De plus, tous les résultats de mesure obtenus avant le témoin non conforme et le dernier