

---

---

**Qualité de l'eau — Strontium 90 et  
strontium 89 — Méthodes d'essai par  
comptage des scintillations en milieu  
liquide ou par comptage proportionnel**

*Water quality — Strontium 90 and strontium 89 — Test methods using  
liquid scintillation counting or proportional counting*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 13160:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb032d1c-ca52-47f3-b71d-bfd45391d03/iso-13160-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb032d1c-ca52-47f3-b71d-  
bfd45391d03/iso-13160-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb032d1c-ca52-47f3-b71d-bfd45391d03/iso-13160-2012)



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 13160:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb032d1c-ca52-47f3-b71d-bf1d45391d03/iso-13160-2012>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2012

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Symboles, définitions et unités</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	2
4.1 <b>Généralités</b> .....	2
4.2 <b>Séparation chimique</b> .....	3
4.3 <b>Détection</b> .....	3
5 <b>Réactifs chimiques et appareillage</b> .....	3
6 <b>Mode opératoire</b> .....	3
6.1 <b>Préparation de la prise d'essai</b> .....	3
6.2 <b>Séparation chimique</b> .....	4
6.3 <b>Préparation de la source pour essai</b> .....	5
6.4 <b>Mesurage</b> .....	6
7 <b>Expression des résultats</b> .....	8
7.1 <b>Détermination de <math>^{90}\text{Sr}</math> en équilibre avec <math>^{90}\text{Y}</math></b> .....	8
7.2 <b>Détermination de <math>^{90}\text{Sr}</math> par croissance de <math>^{90}\text{Y}</math></b> .....	9
7.3 <b>Détermination de <math>^{90}\text{Sr}</math> en présence de <math>^{89}\text{Sr}</math> lorsque le <math>^{90}\text{Sr}</math> et le <math>^{90}\text{Y}</math> sont en équilibre</b> .....	11
7.4 <b>Limites de l'intervalle de confiance</b> .....	14
8 <b>Contrôle de la qualité</b> .....	14
9 <b>Rapport d'essai</b> .....	14
<b>Annexe A (informative) Détermination de <math>^{89}\text{Sr}</math> et <math>^{90}\text{Sr}</math> par précipitation et comptage proportionnel</b> .....	16
<b>Annexe B (informative) Détermination de <math>^{89}\text{Sr}</math> et <math>^{90}\text{Sr}</math> par précipitation et comptage des scintillations en milieu liquide</b> .....	20
<b>Annexe C (informative) Détermination de <math>^{90}\text{Sr}</math> à partir de son produit de filiation <math>^{90}\text{Y}</math> en équilibre, par extraction organique et comptage des scintillations en milieu liquide</b> .....	24
<b>Annexe D (informative) Détermination de <math>^{90}\text{Sr}</math> après séparation par échange d'ions, par comptage proportionnel</b> .....	27
<b>Annexe E (informative) Détermination de <math>^{90}\text{Sr}</math> après séparation sur une résine spécifique de type «éther couronne» et comptage des scintillations en milieu liquide</b> .....	30
<b>Annexe F (informative) Détermination de <math>^{90}\text{Sr}</math> à partir de son produit de filiation <math>^{90}\text{Y}</math> en équilibre, par extraction organique et comptage proportionnel</b> .....	32
<b>Annexe G (informative) Facteur de correction relatif au contrôle de la pureté en utilisant le comptage proportionnel</b> .....	36
<b>Bibliographie</b> .....	39

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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.

L'ISO 13160 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 3, *Méthodes radiologiques*.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13160:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb032d1c-ca52-47f3-b71d-bf1d45391d03/iso-13160-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb032d1c-ca52-47f3-b71d-bf1d45391d03/iso-13160-2012>

# Qualité de l'eau — Strontium 90 et strontium 89 — Méthodes d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide ou par comptage proportionnel

**AVERTISSEMENT** — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale 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 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 essentiel que les essais réalisés conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les méthodes d'essai et leurs principes associés de mesurage de l'activité du strontium  $^{90}\text{Sr}$  en équilibre avec  $^{90}\text{Y}$ , et du strontium  $^{89}\text{Sr}$ , qui sont des radionucléides émetteurs bêta purs, dans des échantillons d'eau. Différentes méthodes de séparation chimique sont présentées afin de produire des sources de strontium et d'yttrium dont les activités sont déterminées au moyen d'un compteur proportionnel (CP) ou d'un compteur à scintillations en milieu liquide (CSL). Le choix de la méthode d'essai dépend de l'origine de la contamination, des caractéristiques de l'eau à analyser, de l'exactitude requise des résultats d'essai et des ressources dont disposent les laboratoires.

Ces méthodes servent au contrôle de l'eau suite à des rejets liquides ou gazeux, qu'ils soient passés ou présents, accidentels ou de routine. Ces méthodes couvrent également le contrôle de la contamination due aux retombées mondiales.

Dans le cas de retombées récentes se produisant immédiatement après un accident nucléaire, la contribution du  $^{89}\text{Sr}$  au total de l'activité du strontium n'est pas négligeable. La présente Norme internationale fournit les méthodes d'essai permettant de déterminer l'activité volumique du  $^{90}\text{Sr}$  en présence de  $^{89}\text{Sr}$ .

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour 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 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 80000-10, *Grandeurs et unités — Partie 10: Physique atomique et nucléaire*

## 3 Symboles, définitions et unités

Pour les besoins du présent document, les définitions, symboles et termes abrégés définis dans l'ISO 11929 et l'ISO 80000-10, ainsi que les suivants s'appliquent.

$A_i$	activité de la source d'étalonnage du radionucléide $i$ , à la date de l'étalonnage	Bq
$c_{A,i}$	activité volumique du radionucléide $i$	Bq l <sup>-1</sup>
$c_{A,i}^*$	seuil de décision du radionucléide $i$	Bq l <sup>-1</sup>

$c_{A,i}^{\#}$	limite de détection du radionucléide $i$	Bq l <sup>-1</sup>
$c_{A,i}^{\leftarrow}, c_{A,i}^{\rightarrow}$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle de confiance du radionucléide $i$	Bq l <sup>-1</sup>
$R_{C,i}$	rendement chimique de l'extraction du radionucléide $i$	1
$r_0$	taux de comptage du bruit de fond	s <sup>-1</sup>
$r_{0j}$	taux de comptage du bruit de fond, pour la mesure $j$	s <sup>-1</sup>
$r_g$	taux de comptage brut	s <sup>-1</sup>
$r_{gj}$	taux de comptage brut, pour la mesure $j$	s <sup>-1</sup>
$r_j$	taux de comptage net, pour la mesure $j$	s <sup>-1</sup>
$r_s$	taux de comptage de la source d'étalonnage	s <sup>-1</sup>
$t$	temps écoulé entre la séparation de <sup>90</sup> Sr/ <sup>90</sup> Y ( $t = 0$ ) et le comptage	s
$t_0$	durée de comptage du bruit de fond	s
$t_d, t_f$	temps, respectivement de début et de fin du mesurage, avec $t = 0$ comme référence	s
$t_g$	durée de comptage de la prise d'essai	s
$t_j$	heure du début de la mesure $j$ , avec $t = 0$ comme référence	s
$t_s$	durée de comptage de la source d'étalonnage	s
$U$	incertitude élargie, calculée par $U = k u(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$	Bq l <sup>-1</sup>
$u(c_A)$	incertitude-type associée au résultat de mesure	Bq l <sup>-1</sup>
$V$	volume de la prise d'essai	l
$\varepsilon_i$	rendement de comptage pour le radionucléide $i$	1
$\lambda_i$	constante de décroissance du radionucléide $i$	1

## 4 Principe

### 4.1 Généralités

<sup>90</sup>Sr, <sup>90</sup>Y et <sup>89</sup>Sr sont des radionucléides émetteurs bêta purs. Leurs énergies d'émission bêta et leurs périodes sont indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Périodes, énergies maximales et énergies moyennes de <sup>90</sup>Sr, <sup>90</sup>Y et <sup>89</sup>Sr

Paramètre	<sup>90</sup> Sr	<sup>90</sup> Y	<sup>89</sup> Sr
Énergie maximale	546,0 keV	2 283,9 keV	1 491,0 keV
Énergie moyenne	196,4 keV	935,3 keV	586,3 keV
Période	28,79 ans	2,67 jours	50,5 jours

Le <sup>90</sup>Sr peut être mesuré directement ou estimé par la mesure de son produit de filiation, le <sup>90</sup>Y. Toutes les méthodes d'essai sont basées sur une étape de séparation chimique suivie du comptage bêta de l'élément au moyen d'un compteur proportionnel ou d'un compteur à scintillations en milieu liquide. Voir Tableau 2.

## 4.2 Séparation chimique

Le strontium est extrait de l'eau par précipitation, par chromatographie ionique ou par séparation chromatographique spécifique au moyen d'une résine de type éther couronne. L'yttrium peut être isolé par précipitation ou par extraction liquide-liquide.

Il convient que l'étape de séparation maximise l'extraction de l'élément pur. La méthode choisie doit être sélective avec un rendement chimique élevé. Lorsque des radio-isotopes de thorium, de plomb ou de bismuth sont présents à des niveaux d'activité élevés, ils peuvent interférer avec l'émission de  $^{90}\text{Sr}$  ou  $^{90}\text{Y}$  ou  $^{89}\text{Sr}$  au cours de l'étape de détection. D'autres constituants de la matrice, tels que les métaux alcalino-terreux et plus particulièrement le calcium pour le strontium, ou les éléments transuraniens et les lanthanides pour l'yttrium, réduisent le rendement chimique de l'extraction.

Le rendement de la séparation radiochimique est calculé en utilisant un élément entraîneur tel que les éléments strontium ou yttrium stables, ou un élément traceur radioactif tel que le  $^{85}\text{Sr}$ . Des techniques telles que la spectrométrie d'absorption atomique (AAS), la spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES) ou la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) utilisées pour mesurer l'élément entraîneur, et la spectrométrie gamma utilisée pour mesurer le  $^{85}\text{Sr}$ , sont recommandées. Des méthodes gravimétriques permettent également de mesurer l'élément entraîneur, mais la présence d'éléments inactifs, essentiellement des éléments alcalino-terreux, dans les solutions de lixiviation peut conduire à une surestimation des rendements de séparation radiochimique, notamment pour le mesurage de strontium.

Lorsque du strontium stable est ajouté comme élément entraîneur, la concentration initiale de strontium dans la prise d'essai doit être connue pour éviter toute surestimation du rendement de la séparation chimique.

## 4.3 Détection

iTeh STANDARD PREVIEW

L'utilisation d'un compteur à scintillations en milieu liquide, qui permet de visualiser des spectres et de détecter toute interférence des radionucléides non désirés, est préférable à celle d'un compteur proportionnel, qui ne fait pas la différence entre les émissions de différents émetteurs bêta. En cas d'utilisation d'un compteur proportionnel, il est recommandé de vérifier la pureté du précipité en suivant l'évolution sur une période appropriée de l'activité de  $^{90}\text{Y}$  ou de  $^{89}\text{Sr}$ , même si cette méthode est pénalisante du point de vue du temps.

Six méthodes d'essai sont présentées dans les Annexes A, B, C, D, E et F.

## 5 Réactifs chimiques et appareillage

Les réactifs chimiques et l'appareillage nécessaires pour chaque méthode d'essai du strontium sont spécifiés dans les Annexes A, B, C, D, E et F.

Lors des analyses, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de laboratoire telle que l'eau déminéralisée ou distillée ou de l'eau de pureté équivalente comme spécifié dans l'ISO 3696<sup>[1]</sup>.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Préparation de la prise d'essai

Le strontium est déterminé à partir de l'échantillon d'eau pour essai.

Si une filtration est requise, ajouter l'élément traceur ou l'élément entraîneur après cette étape du mode opératoire et laisser s'écouler un temps suffisant pour atteindre un équilibre chimique avant de passer à l'étape de préparation de l'échantillon d'eau pour essai.

Si du strontium stable est ajouté comme élément entraîneur, la concentration initiale doit être déterminée dans la prise d'essai au cours de cette étape du mode opératoire avant d'ajouter l'élément entraîneur.

## 6.2 Séparation chimique

### 6.2.1 Généralités

Certaines analyses de routine du <sup>89</sup>Sr et du <sup>90</sup>Sr nécessitent la séparation et la purification du strontium par précipitation, extraction liquide-liquide ou par des techniques chromatographiques (échange d'ions ou extraction par chromatographie). Les Annexes A, B, C, D, E et F décrivent une méthode d'essai pour chacune de ces techniques.

**Tableau 2 — Procédures de détermination du strontium selon son origine**

Origine		Contamination ancienne				Contamination récente	
Radionucléide		<sup>90</sup> Sr+ <sup>90</sup> Y				<sup>90</sup> Sr+ <sup>90</sup> Y <sup>89</sup> Sr	
Séparation	Élément	Sr		Y <sup>a</sup>		Sr	
	Méthode	Chromatographie <sup>b</sup>	Précipitation	Extraction	Précipitation	Chromatographie <sup>b</sup>	Précipitation
	Produit	<sup>90</sup> Sr		<sup>90</sup> Y		<sup>90</sup> Sr+ <sup>89</sup> Sr	
	Élément entraîneur ou traceur <sup>c</sup>	<sup>85</sup> Sr ou Sr stable		Y stable		<sup>85</sup> Sr ou Sr stable	
Mesurage(s)	Équilibre <sup>90</sup> Sr + <sup>90</sup> Y 20 jours	oui (recommandé) Non		Non		Oui	Non
	Nombre	Un		Un		Deux ou plus	
	Émissions	<sup>90</sup> Sr <sup>90</sup> Y		<sup>90</sup> Y		<sup>90</sup> Sr <sup>90</sup> Y <sup>89</sup> Sr	
	Appareillage	PC ou LSC (total)		PC ou LSC (total ou Cherenkov)		PC ou LSC (total)	
	Sources d'étalonnage	<sup>90</sup> Sr+ <sup>90</sup> Y	<sup>90</sup> Sr <sup>90</sup> Y	<sup>90</sup> Y		<sup>90</sup> Sr+ <sup>90</sup> Y <sup>89</sup> Sr	<sup>90</sup> Sr <sup>90</sup> Y <sup>89</sup> Sr

a La séparation de l'yttrium est effectuée après équilibre <sup>90</sup>Sr+<sup>90</sup>Y dans la prise d'essai.  
 b Chromatographie en phase liquide ou chromatographie spécifique avec la résine de type éther couronne.  
 c Les mesurages de l'élément entraîneur ou de l'élément traceur peuvent être effectués par spectrométrie gamma pour le <sup>85</sup>Sr (traceur), par gravimétrie, spectrométrie d'absorption atomique (AAS), spectrométrie avec plasma à couplage inductif (ICP) ou spectrométrie de masse (MS) pour le strontium et l'yttrium (traceur et/ou entraîneur).

### 6.2.2 Techniques de précipitation

La technique de précipitation permet de séparer tous les éléments minéraux, y compris le strontium, dans les échantillons d'eau dont les teneurs en sels minéraux sont élevées. Cette technique est très efficace mais n'est pas sélective pour le strontium. L'utilisation de grandes quantités d'acide nitrique et la nécessité d'attendre que l'yttrium parvienne à l'équilibre limitent l'emploi de cette technique.

L'ajout d'acide nitrique entraîne un précipité de strontium avec les autres éléments interférents. Des cycles successifs de dissolution-précipitation concentrent le strontium dans le précipité tandis que l'yttrium et les autres éléments demeurent dans la fraction de liquide surnageant. Les modes opératoires les plus courants produisent un précipité de SrCO<sub>3</sub>.

Dans le cas de la méthode d'essai basée sur l'équilibre du <sup>90</sup>Sr et du <sup>90</sup>Y, soit la contribution totale de l'yttrium et du strontium est mesurée directement dans le précipité soit l'activité de l'yttrium est mesurée après une dernière séparation du strontium. Dans ce dernier cas, le rendement chimique est évalué par l'ajout à la source d'un élément entraîneur d'yttrium, avant d'effectuer la séparation de l'yttrium. Le produit final obtenu est un précipité d'yttrium, qui se présente habituellement sous la forme d'un oxalate.

En l'absence de  $^{89}\text{Sr}$ , la mesure du  $^{90}\text{Sr}$  s'effectue par comptage de l'émission bêta de  $^{90}\text{Y}$  ou de  $^{90}\text{Y}$  et  $^{90}\text{Sr}$  à l'équilibre.

Lorsque le  $^{89}\text{Sr}$  présent dans l'échantillon d'eau pour essai ne peut être négligé, la méthode qui consiste à mesurer directement le strontium à deux instants différents doit être retenue.

Deux méthodes de précipitation sont décrites: l'Annexe A utilise le comptage proportionnel pour  $^{89}\text{Sr}$  et  $^{90}\text{Sr}$ ; l'Annexe B utilise le comptage des scintillations en milieu liquide pour  $^{89}\text{Sr}$  et  $^{90}\text{Sr}$ .

### 6.2.3 Technique d'extraction liquide-liquide

Cette technique est basée sur l'extraction par solvant organique de  $^{90}\text{Y}$  à l'équilibre avec son parent radioactif, à savoir le  $^{90}\text{Sr}$ . La séparation chimique est rapide et ne nécessite que peu de ressources techniques. Un résultat provisoire peut être obtenu après trois jours (correspondant approximativement à une période de décroissance de l'yttrium). Toutefois, une sélectivité totale de l'extraction n'est pas toujours possible. En présence de niveaux élevés de radioactivité naturelle, des interférences peuvent se produire, rendant ainsi difficile la détermination du strontium à des niveaux d'activité très faibles.

Cette méthode d'essai convient pour tous les échantillons avec des radionucléides émetteurs bêta ayant des faibles niveaux d'activité.

Le  $^{90}\text{Y}$  est extrait de l'échantillon d'eau pour essai par un solvant organique puis, après nouvelle extraction, récupéré sous la forme d'un précipité d'yttrium. Deux méthodes d'essai sont présentées dans les Annexes C et F.

Une fois la source préparée, le  $^{90}\text{Y}$  est mesuré par comptage proportionnel (Annexe F) ou par mesure des rayonnements Cherenkov émis par le  $^{90}\text{Y}$  par comptage des scintillations en milieu liquide (Annexe C).

L'absence d'autres émetteurs bêta interférents est vérifiée au cours de la décroissance du  $^{90}\text{Y}$  en mesurant la diminution du taux de comptage du  $^{90}\text{Y}$  et, une fois la décroissance achevée, en le comparant avec le niveau d'activité du bruit de fond.

ISO 13160:2012

### 6.2.4 Technique par chromatographie

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb032d1c-ca52-47f3-b71d-bfd45391d03/iso-13160-2012>

#### 6.2.4.1 Résine échangeuse d'ions

Cette technique est basée sur l'échange de  $\text{Sr(II)}$  sur une résine cationique et est utilisée pour la séparation et la purification du strontium dans des échantillons de grand volume. L'Annexe D présente une méthode d'essai dans laquelle le mesurage est effectué au moyen d'un compteur proportionnel.

#### 6.2.4.2 Résine éther couronne

Cette technique est basée sur la séparation chromatographique sélective du strontium au moyen d'une résine spécifique à «éther couronne». La séparation chimique est rapide et adaptée à l'inspection et au contrôle de l'environnement. L'Annexe E présente une méthode d'essai dans laquelle le mesurage est effectué par comptage des scintillations en milieu liquide.

## 6.3 Préparation de la source pour essai

### 6.3.1 Préparation de la source pour le compteur à scintillations en milieu liquide

Le compteur à scintillations en milieu liquide mesure directement les photons produits par les scintillations se produisant dans le liquide, suite à l'excitation due aux émissions bêta de la source.

Un précipité de strontium ou d'yttrium est dissous et mélangé au liquide scintillant. Lorsque le strontium ou l'yttrium est en solution, il est mélangé directement au liquide scintillant. Le volume dépend du matériel (taille du flacon) et du scintillateur spécifique utilisés.

La source d'étalonnage doit être préparée à partir d'une activité connue d'élément traceur ( $^{90}\text{Sr}$ ,  $^{89}\text{Sr}$ ,  $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$  ou  $^{90}\text{Y}$ ) avec la même géométrie et la même composition chimique que la source à mesurer.

Il convient de préparer la source de blanc suivant la méthode choisie en commençant par un échantillon pour essai propre (ou de l'eau).

### 6.3.2 Préparation de la source pour le compteur proportionnel

Le compteur proportionnel mesure directement l'émission bêta de la source préparée à partir d'une couche mince déposée, de manière à réduire au minimum les effets d'auto-absorption.

Le précipité de strontium ou d'yttrium est déposé sur un filtre par filtration ou sur une coupelle en acier inoxydable par évaporation directe.

Il convient que le diamètre du filtre ou de la coupelle et la dimension du détecteur soient similaires. (Voir l'Annexe A ou D.)

La source d'étalonnage doit être préparée à partir d'une quantité connue d'élément traceur ( $^{90}\text{Sr}$ ,  $^{89}\text{Sr}$ ,  $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$  ou  $^{90}\text{Y}$ ) avec la même géométrie et la même composition chimique que la source à mesurer.

## 6.4 Mesurage

### 6.4.1 Généralités

Les mêmes conditions en termes d'équipement doivent être retenues pour les mesurages de l'échantillon, du bruit de fond et de la source d'étalonnage.

Il convient de préparer la source de blanc suivant la méthode choisie en commençant par de l'eau de laboratoire. Mesurer le bruit de fond au moyen d'une source de blanc préparée pour la méthode d'essai choisie.

La durée de comptage utilisée dépend des taux de comptage de l'échantillon et du bruit de fond, ainsi que de la limite de détection et du seuil de décision requis.

### 6.4.2 Compteur à scintillations en milieu liquide

Le phénomène de scintillation est le résultat des interactions de rayonnements ionisants avec des solvants et des composés dotés de propriétés de fluorescence (scintillateurs). Le cocktail scintillant est formé à la fois de solvants et de scintillateurs. Le mélange scintillant est obtenu en ajoutant le cocktail scintillant à la prise d'essai de manière à obtenir un mélange homogène.

Le cocktail scintillant est choisi en fonction des caractéristiques de l'échantillon à analyser et des propriétés de l'équipement de détection (voir l'ISO 18589-5<sup>[6]</sup>). Il est conseillé d'utiliser un cocktail de scintillation hydrophile, en particulier pour le mesurage de l'eau naturelle.

Les caractéristiques du cocktail de scintillation doivent permettre au mélange d'être stable et homogène.

Il est recommandé de stocker le cocktail de scintillation à l'abri de la lumière et d'éviter l'exposition directe au soleil ou à la lumière fluorescente, et ce plus particulièrement avant usage, afin d'éviter toute luminescence interférente et pour se conformer aux conditions de stockage indiquées par le fournisseur du cocktail scintillant.

Il convient de traiter les mélanges (cocktail scintillant et échantillon pour essai) comme des déchets chimiques et, selon le degré de radioactivité, comme des déchets radioactifs.

Le mesurage peut être affecté par les phénomènes de chimiluminescence ou d'affaiblissement lumineux dus à des entités chimiques et à la présence de radionucléides autres que l'yttrium. Il est donc nécessaire de tenir compte des caractéristiques de l'échantillon d'eau.

Lors de l'évaluation de l'activité du  $^{90}\text{Sr}$  par sa mesure avec le  $^{90}\text{Y}$  en équilibre, deux cas se présentent:

- la présence du  $^{89}\text{Sr}$  peut être négligée, la contribution correspondante du  $^{90}\text{Y}$  en équilibre avec le  $^{90}\text{Sr}$  peut être évaluée avec le compteur à scintillations en milieu liquide;
- la présence du  $^{89}\text{Sr}$  ne peut pas être négligée, il est nécessaire de mesurer le strontium à deux moments différents pour estimer l'activité du  $^{89}\text{Sr}$  par sa décroissance.

Lors de l'évaluation de l'activité du  $^{90}\text{Sr}$  par le mesurage du  $^{90}\text{Y}$ , si la présence de faibles quantités de  $^{90}\text{Sr}$  ne peut pas être exclue, il est alors préférable de mesurer le rayonnement Cherenkov émis par le  $^{90}\text{Y}$ , dans la mesure où il est négligeable pour le  $^{90}\text{Sr}$ .

### 6.4.3 Compteur proportionnel

Un compteur proportionnel mesure directement, sans différenciation de l'énergie, le rayonnement bêta émis par la source habituellement préparée sous forme d'un dépôt en couche mince.

L'utilisation d'une double fenêtre (alpha et bêta) dans ce type de compteur permet de vérifier la présence de contaminants émetteurs alpha dans la source à contrôler. Si d'autres émetteurs bêta de courte période radioactive sont présents, ils peuvent être détectés en effectuant des mesurages successifs de la source à des moments donnés.

### 6.4.4 Calcul du rendement

Le mode opératoire d'étalonnage des compteurs est le suivant:

- choisir  $t_s$  pour recueillir au moins  $10^4$  coups;
- déterminer le taux de comptage bêta de la source d'étalonnage ( $^{90}\text{Sr}$  en équilibre avec  $^{90}\text{Y}$ );
- calculer le rendement de comptage du compteur en divisant le taux de comptage mesuré par l'activité de la source d'étalonnage:

$$\varepsilon_i = \frac{r_s - r_0}{A_i}$$

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 6.4.5 Détermination du rendement chimique

Le rendement chimique du strontium,  $R_{c,Sr}$ , est calculé à partir de l'élément entraîneur ou traceur de strontium par l'un des modes opératoires suivants:

- a) rendement chimique calculé comme le rapport de la masse du strontium recueilli sur la masse du strontium ajouté comme élément entraîneur au début du mode opératoire:

$$R_{c,Sr} = \frac{m_{c,p}}{m_{c,Sr}} \quad (1)$$

où

$m_{c,p}$  est la masse du strontium recueilli; déterminé par une méthode d'essai appropriée (AA, ICP-AES ou ICP-MS);

$m_{c,Sr}$  est la masse d'élément entraîneur de strontium ajouté;

- b) rendement chimique calculé comme le rapport de l'activité du  $^{85}\text{Sr}$  recueilli, mesuré par spectrométrie gamma, sur l'activité théorique du  $^{85}\text{Sr}$  équivalent ajouté comme élément traceur au début du mode opératoire.

$$R_{c,Sr} = \frac{A_{85,Sr,M}}{A_{85,Sr,T}} \quad (2)$$

où

$A_{85,Sr,M}$  est l'activité du  $^{85}\text{Sr}$  mesurée par spectrométrie gamma; en prenant en compte la décroissance du  $^{85}\text{Sr}$  depuis le début du mode opératoire;

$A_{85,Sr,T}$  est l'activité théorique du  $^{85}\text{Sr}$  ajouté au début du mode opératoire.

Le rendement chimique de l'yttrium,  $R_{c,Y}$ , est calculé à partir de l'élément entraîneur d'yttrium par un mode opératoire similaire à celui décrit pour la détermination du rendement chimique du strontium.

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Détermination de $^{90}\text{Sr}$ en équilibre avec $^{90}\text{Y}$

#### 7.1.1 Calcul de l'activité volumique

L'activité par unité de masse des échantillons sources, pour lesquels le  $^{90}\text{Y}$  a été complètement séparé du radionucléide parent,  $^{90}\text{Sr}$ , ne peut pas être réévaluée tant que le nucléide de filiation  $^{90}\text{Y}$  n'a pas commencé à croître dans l'échantillon et n'a pas atteint l'équilibre avec le nucléide parent  $^{90}\text{Sr}$ . Cela se produit 20 jours après  $t = 0$ ; où  $t = 0$  est le moment où la totalité du  $^{90}\text{Y}$  a été retiré de l'échantillon.

Le résultat du mesurage fournit le nombre brut de coups émis par le  $^{90}\text{Sr}$  plus le  $^{90}\text{Y}$ . La division des coups bruts par la durée de comptage donne le taux de comptage brut,  $r_g$ .

L'application de cette méthode impose de ne pas tenir compte du  $^{89}\text{Sr}$  contenu dans la prise d'essai.

Il convient de corriger le taux de comptage brut par le taux de comptage du bruit de fond,  $r_0$ , qui est obtenu par le mesurage d'une source de blanc.

L'activité volumique de  $^{90}\text{Sr}$  plus  $^{90}\text{Y}$ ,  $c_{A,Sr+Y}$ , est calculée à l'aide de la Formule (3):

$$c_{A,Sr+Y} = \frac{r_g - r_0}{V R_{c,Sr} \epsilon_{Sr+Y}} \tag{3}$$

et l'activité volumique du  $^{90}\text{Sr}$  est:

$$c_{A,^{90}\text{Sr}} = \frac{c_{A,Sr+Y}}{2} = \frac{r_g - r_0}{2 \times V R_{c,Sr} \epsilon_{Sr+Y}} = (r_g - r_0) w_{^{90}\text{Sr}} \tag{4}$$

avec

$$w_{^{90}\text{Sr}} = \frac{1}{2 \times V R_{c,Sr} \epsilon_{Sr+Y}}$$

#### 7.1.2 Incertitude-type

Selon le Guide ISO/CEI 98-3<sup>[7]</sup>, l'incertitude-type de  $c_{A,^{90}\text{Sr}}$  est calculée par:

$$u(c_{A,^{90}\text{Sr}}) = \sqrt{w_{^{90}\text{Sr}}^2 [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + c_{A,^{90}\text{Sr}}^2 u_{\text{rel}}^2(w_{^{90}\text{Sr}})} = \sqrt{w_{^{90}\text{Sr}}^2 \left( \frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + c_{A,^{90}\text{Sr}}^2 u_{\text{rel}}^2(w_{^{90}\text{Sr}})} \tag{5}$$

où les incertitudes des durées de comptage de l'échantillon et du bruit de fond sont négligées et l'incertitude-type relative de  $w$  est calculée à l'aide de la Formule (6):

$$u_{\text{rel}}^2(w_{^{90}\text{Sr}}) = u_{\text{rel}}^2(R_{c,Sr}) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(\epsilon_{Sr+Y}) \tag{6}$$

où l'incertitude-type relative de  $\epsilon_{Sr+Y}$  est calculée à l'aide de la Formule (7):

$$u_{\text{rel}}^2(\epsilon_{Sr+Y}) = u_{\text{rel}}^2(r_s - r_0) + u_{\text{rel}}^2(A_{Sr+Y}) = \left( \frac{r_s}{t_s} + \frac{r_0}{t_0} \right) / (r_s - r_0)^2 + u_{\text{rel}}^2(A_{Sr+Y}) \tag{7}$$

et où

$u_{rel}(A_{Sr+Y})$  inclut toutes les incertitudes liées à la source d'étalonnage, c'est-à-dire celles de la solution étalon et de la préparation de la source d'étalonnage;

$u_{rel}(R_{c,Sr})$  est l'incertitude liée au rendement chimique et dépend de sa méthode d'évaluation.

Pour calculer les limites caractéristiques selon l'ISO 11929,  $\tilde{u}(\tilde{c}_{A,90Sr})$ , c'est-à-dire l'incertitude-type de  $c_{A,90Sr}$  en fonction de sa valeur vraie, est requise, calculée par la Formule (8):

$$\tilde{u}(\tilde{c}_{A,90Sr}) = \sqrt{w_{90Sr}^2 \left[ \left( \frac{\tilde{c}_{A,90Sr}}{w_{90Sr}} + r_0 \right) / t_g + \frac{r_0}{t_0} \right] + \tilde{c}_{A,90Sr}^2 u_{rel}^2(w_{90Sr})} \quad (8)$$

**7.1.3 Seuil de décision**

Conformément à l'ISO 11929, le seuil de décision,  $c_{A,90Sr}^*$ , est obtenu à partir de la Formule (8) pour  $\tilde{c}_{A,90Sr} = 0$ , ce qui donne:

$$c_{A,90Sr}^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} w_{90Sr} \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}} \quad (9)$$

$\alpha = 0,05$  avec  $k_{1-\alpha} = 1,65$  est souvent choisi par défaut.

**7.1.4 Limite de détection**

Conformément à l'ISO 11929, la limite de détection,  $c_{A,90Sr}^\#$ , est calculée par:

$$c_{A,90Sr}^\# = c_{A,90Sr}^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(c_{A,90Sr}^\#) \quad (10)$$

$$= c_{A,90Sr}^* + k_{1-\beta} \sqrt{w_{90Sr}^2 \left[ \left( \frac{c_{A,90Sr}^\#}{w_{90Sr}} + r_0 \right) / t_g + \frac{r_0}{t_0} \right] + c_{A,90Sr}^{\#2} u_{rel}^2(w_{90Sr})}$$

$\beta = 0,05$  avec  $k_{1-\beta} = 1,65$  est souvent choisi par défaut.

La limite de détection peut être calculée par résolution de la Formule (10) pour  $c_{A,90Sr}^\#$  ou, plus simplement, par itération avec une approximation initiale  $c_{A,90Sr}^\# = 2c_{A,90Sr}^*$

En prenant  $\alpha = \beta$ , alors  $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$  et la solution de la Formule (10) est donnée par la Formule (11):

$$c_{A,90Sr}^\# = \frac{2c_{A,90Sr}^* + (k^2 w_{90Sr}) / t_g}{1 - k^2 u_{rel}^2(w_{90Sr})} \quad (11)$$

**7.2 Détermination de <sup>90</sup>Sr par croissance du <sup>90</sup>Y**

**7.2.1 Calcul de l'activité volumique**

Le <sup>90</sup>Y est mesuré immédiatement après sa séparation dans l'échantillon pour essai, lorsque Sr et Y sont à l'équilibre. Le moment où le <sup>90</sup>Y est séparé du <sup>90</sup>Sr et commence à décroître avec une période de 2,7 jours est pris comme étant  $t = 0$ .

Le résultat du mesurage est le nombre brut de coups émis par le <sup>90</sup>Y qui, divisé par la durée de comptage, donne le taux de comptage brut,  $r_g$ .

Il convient de corriger le taux de comptage brut par le taux de comptage du bruit de fond,  $r_0$ , obtenu par le mesurage d'une source de blanc.