

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
13160

ISO/TC 147/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2021-03-12

Vote clos le:
2021-05-07

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
(standards.itech.ai)

[ISO/FDIS 13160](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/1dc275ac-df7f-4542-91dd-5662bb937bdb/iso-fdis-13160)

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/1dc275ac-df7f-4542-91dd-5662bb937bdb/iso-fdis-13160>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/FDIS 13160:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 13160

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc275ac-df7f-4542-91dd-5662bb937bdb/iso-fdis-13160>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	3
4.1 Généralités.....	3
4.2 Séparation chimique.....	3
4.3 Détection.....	3
5 Réactifs chimiques et appareillage	4
6 Mode opératoire	4
6.1 Préparation de l'échantillon pour essai.....	4
6.2 Séparation chimique.....	4
6.2.1 Généralités.....	4
6.2.2 Techniques de précipitation.....	5
6.2.3 Technique d'extraction liquide-liquide.....	6
6.2.4 Technique par chromatographie.....	6
6.3 Préparation de la source pour essai.....	6
6.3.1 Préparation de la source pour le compteur à scintillations en milieu liquide.....	6
6.3.2 Préparation de la source pour le compteur proportionnel.....	7
6.4 Mesurage.....	7
6.4.1 Généralités.....	7
6.4.2 Compteur à scintillations en milieu liquide.....	7
6.4.3 Compteur proportionnel.....	8
6.4.4 Calcul du rendement.....	8
6.4.5 Détermination du rendement chimique.....	8
7 Expression des résultats	9
7.1 Détermination du ^{90}Sr en équilibre avec ^{90}Y	9
7.1.1 Calcul de l'activité volumique.....	9
7.1.2 Incertitude-type.....	9
7.1.3 Seuil de décision.....	10
7.1.4 Limite de détection.....	10
7.2 Détermination du ^{90}Sr à partir du ^{90}Y séparé.....	10
7.2.1 Calcul de l'activité volumique.....	10
7.2.2 Incertitude-type.....	11
7.2.3 Seuil de décision.....	12
7.2.4 Limite de détection.....	12
7.3 Détermination de ^{90}Sr et ^{89}Sr avec $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ en équilibre.....	12
7.3.1 Calcul de l'activité volumique.....	12
7.3.2 Incertitude-type.....	13
7.3.3 Seuil de décision.....	14
7.3.4 Limite de détection.....	15
8 Limites de l'intervalle élargi	15
8.1 Limites de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique.....	15
8.2 Limites de l'intervalle élargi le plus court.....	16
9 Contrôle qualité	16
10 Rapport d'essai	16
Annexe A (informative) Détermination des ^{89}Sr et ^{90}Sr par précipitation et comptage proportionnel	18

Annexe B (informative) Détermination de ^{89}Sr et ^{90}Sr par précipitation et comptage des scintillations en milieu liquide	22
Annexe C (informative) Détermination du ^{90}Sr à partir de son produit de filiation ^{90}Y en équilibre, par extraction organique et comptage des scintillations en milieu liquide	26
Annexe D (informative) Détermination de ^{90}Sr après séparation par échange d'ions, par comptage proportionnel	29
Annexe E (informative) Détermination de ^{90}Sr après séparation sur une résine spécifique de type «éther couronne» et comptage des scintillations en milieu liquide	32
Annexe F (informative) Détermination du ^{90}Sr à partir de son produit de filiation ^{90}Y en équilibre, par extraction organique et comptage proportionnel	34
Annexe G (informative) Facteur de correction relatif au contrôle de la pureté du ^{90}Sr par comptage proportionnel	38
Bibliographie	41

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 13160](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc275ac-df7f-4542-91dd-5662bb937bdb/iso-fdis-13160)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc275ac-df7f-4542-91dd-5662bb937bdb/iso-fdis-13160>

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 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'air*, sous-comité SC 3, *Mesurages de la radioactivité*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13160:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- la méthode normalisée de calcul de l'incertitude, du seuil de décision et de la limite de détection a été mise à jour conformément à l'ISO 11929-1:2019.

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 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 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 transuraniens (américium, plutonium, neptunium, 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 ou lors d'accidents nucléaires, tels que ceux de Tchernobyl et de Fukushima.

L'activité volumique des radionucléides dans les masses d'eau peut varier en fonction des caractéristiques géologiques et des conditions climatiques locales et peut être renforcée localement et temporairement 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 donc contenir des radionucléides à des activités volumiques 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 à ce 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 réglementations 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 des mesurages 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 sont de $100 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour l'activité volumique du ^{89}Sr et $10 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ pour l'activité volumique du ^{90}Sr [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 indicatives du Codex de l'OMS [5] indiquent que l'activité volumique ne pourrait pas être supérieure à $1\,000 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ pour le ^{89}Sr ou $100 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ pour ^{90}Sr pour

les aliments destinés aux nourrissons et $1\ 000\ \text{Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ pour ^{89}Sr ou $100\ \text{Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ pour ^{90}Sr pour les aliments non destinés aux nourrissons.

NOTE 2 Les limites indicatives du Codex (LI) 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 à ce 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^{[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'exploitant 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^{[8],[9],[10]}).

Le présent document a été élaboré pour répondre au besoin des laboratoires d'essai réalisant ces mesurages, parfois requis par les autorités nationales, car les laboratoires peuvent être soumis à une exigence d'obtenir une accréditation spécifique pour la réalisation de mesures de radionucléides dans des échantillons d'eau potable.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 13160

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc275ac-df7f-4542-91dd-5662bb937bdb/iso-fdis-13160>

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 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.

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les conditions de la détermination de l'activité volumique du ^{90}Sr et du ^{89}Sr d'échantillons d'eau environnementale par comptage des scintillations en milieu liquide (CSL).

La méthode est applicable aux échantillons pour essai d'eau potable, d'eau de pluie, d'eau de surface et d'eau souterraine, d'eau de mer, ainsi que d'eau de refroidissement, d'eau industrielle, d'eaux usées domestiques et industrielles après échantillonnage, manipulation de l'échantillon et préparation de l'échantillon pour essai appropriés. La filtration de l'échantillon pour essai et une séparation chimique sont requises pour séparer et purifier le strontium d'une prise d'essai de l'échantillon.

La limite de détection dépend du volume de l'échantillon, de l'instrument utilisé, de la durée de comptage de l'échantillon, du taux de comptage du bruit de fond, du rendement de détection et du rendement chimique. La méthode décrite dans le présent document, avec les compteurs CSL actuellement disponibles, a une limite de détection d'approximativement 10 mBq l^{-1} et 2 mBq l^{-1} pour ^{89}Sr et ^{90}Sr , respectivement, ces valeurs étant inférieures aux critères de sécurité de l'OMS pour la consommation d'eau potable (100 Bq l^{-1} pour ^{89}Sr et 10 Bq l^{-1} pour ^{90}Sr)^[3]. Ces valeurs peuvent être obtenues avec une durée de comptage de 1 000 min pour un volume d'échantillon de 2 l.

Les méthodes décrites dans le présent document sont applicables en situation d'urgence. Dans le cas de retombées récentes se produisant après un accident nucléaire, la contribution du ^{89}Sr à la quantité totale de strontium radioactif n'est pas négligeable. Le présent document fournit les méthodes d'essai permettant de déterminer l'activité volumique du ^{90}Sr en présence de ^{89}Sr .

L'analyse du ^{90}Sr et du ^{89}Sr adsorbés sur les particules en suspension n'est pas couverte par la présente méthode.

Il incombe à l'utilisateur de s'assurer que la méthode d'essai choisie pour les 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/IEC 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO 11929-1, *Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle élargi) pour mesurages de rayonnements ionisants — Principes fondamentaux et applications — Partie 1: Applications élémentaires*

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

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

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11929-1 et l'ISO 80000-10 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>.

Symbole	Définition	Unité
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 ⁻¹
$c_{A,i}^*$	seuil de décision du radionucléide i	Bq l ⁻¹
$c_{A,i}^\#$	limite de détection du radionucléide i	Bq l ⁻¹
$c_{A,i}^<, c_{A,i}^>$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi probabilistiquement symétrique du radionucléide i	Bq l ⁻¹
$c_{A,i}^{<}, c_{A,i}^{>}$	limites inférieure et supérieure de l'intervalle élargi le plus court du radionucléide i	Bq l ⁻¹
k_p	quantile de la loi normale centrée réduite de la probabilité p (par exemple, $p = 1-\alpha, 1-\beta$ ou $1-\gamma/2$)	
$R_{c,i}$	rendement chimique de l'extraction du radionucléide i	1
r_0	taux de comptage du bruit de fond	s ⁻¹
r_{0j}	taux de comptage du bruit de fond pour le mesurage j	s ⁻¹
r_g	taux de comptage brut	s ⁻¹
r_{gj}	taux de comptage brut pour le mesurage j	s ⁻¹
r_j	taux de comptage net pour le mesurage j	s ⁻¹
r_s	taux de comptage de la source d'étalonnage	s ⁻¹
t	temps écoulé entre la séparation du ⁹⁰ Sr/ ⁹⁰ Y ($t = 0$) et le point de mi-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 l'échantillon	s
t_j	heure du début du mesurage j , avec $t = 0$ comme référence	s
t_s	durée de comptage de la source d'étalonnage	s
U	incertitude élargie, calculée par $U = ku(c_A)$ avec $k = 1, 2, \dots$	Bq l ⁻¹
$u(c_A)$	incertitude-type associée au résultat du mesurage	Bq l ⁻¹
V	volume de l'échantillon pour essai	l
α, β	probabilité respectivement d'une décision de faux positif et d'une décision de faux négatif	
ε_i	rendement de comptage pour le radionucléide i	1
λ_i	constante de désintégration du radionucléide i	1

4 Principe

4.1 Généralités

Les radionucléides ^{90}Sr , ^{90}Y et ^{89}Sr sont tous des 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 ^{90}Sr , ^{90}Y et ^{89}Sr [11]

Paramètre	^{90}Sr	^{90}Y	^{89}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	28,80 (7) a	2,6684 (13) d	50,57 (3) d

Le strontium 90 peut soit être mesuré directement, soit être estimé par le mesurage de son produit de filiation, le ^{90}Y . Toutes les méthodes d'essai sont fondées sur une étape de séparation chimique suivie du comptage bêta par comptage proportionnel ou comptage des scintillations en milieu liquide (CSL). Voir [Tableau 2](#) qui contient des recommandations concernant le choix de la méthode.

4.2 Séparation chimique

Le strontium est extrait de l'eau par précipitation, par échange d'ions ou par séparation chromatographique spécifique au moyen d'une résine de type éther couronne^[12]. L'yttrium peut ensuite être isolé par précipitation ou par extraction liquide-liquide.

La méthode choisie doit être sélective avec un rendement chimique élevé. Lorsque certains radionucléides tels que 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}Sr , ^{90}Y ou ^{89}Sr au cours de l'étape de détection. D'autres constituants de la matrice, tels que les autres métaux alcalino-terreux et plus particulièrement le calcium qui interfère avec la séparation du strontium, ou les éléments transuraniens et les lanthanides qui interfèrent avec la séparation de l'yttrium, réduisent le rendement chimique des différentes étapes d'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}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}Sr , sont recommandées. Des méthodes gravimétriques permettent également de mesurer l'élément entraîneur, mais la présence d'éléments inactifs, notamment des éléments alcalino-terreux, dans les solutions de lessivage 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 l'échantillon pour essai doit être connue pour éviter toute surestimation du rendement de la séparation chimique.

4.3 Détection

L'utilisation d'un compteur à scintillations en milieu liquide, qui permet de visualiser des spectres et peut 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 du ^{90}Y ou du ^{89}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 de mesure 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.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

L'activité volumique du strontium 89/90 est déterminée à partir de l'échantillon d'eau pour essai après l'application de modes opératoires d'échantillonnage adaptés^{[13][14]}.

Il convient de réaliser une filtration avant l'ajout du traceur ou de l'entraîneur et d'attendre suffisamment longtemps pour atteindre l'équilibre chimique avant de commencer la préparation de l'échantillon pour essai.

Lorsque du strontium stable est ajouté comme élément entraîneur, la concentration initiale de strontium dans l'échantillon pour essai doit être connue pour éviter toute surestimation du rendement de la séparation chimique. En cas de séparation reposant sur une extraction par chromatographie, la teneur totale en strontium doit être inférieure à la capacité de sorption de la résine pour éviter toute saturation de celle-ci.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.2 Séparation chimique

6.2.1 Généralités

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc275ac-df7f-4542-91dd-5662bb937bdh/iso-fdis-13160>

Il existe plusieurs approches pour l'analyse de routine du ⁸⁹Sr et du ⁹⁰Sr impliquant la séparation et la purification du strontium ou de l'yttrium: précipitation, extraction liquide-liquide ou 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 — Modes opératoires de détermination du strontium selon son origine

Origine		Contamination ancienne				Contamination récente	
Radionucléide		$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$				$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ ^{89}Sr	
Séparation	Élément	Sr		Y ^a		Sr	
	Méthode	Chromatographie ^b	Précipitation	Extraction	Précipitation	Chromatographie ^b	Précipitation
	Produit	^{90}Sr		^{90}Y		$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	
	Entraîneur ou traceur ^c	^{85}Sr ou Sr stable		Y stable		^{85}Sr ou Sr stable	
Mesurage(s)	Équilibre $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ 20 d	Oui (recommandé)	Non	Non		Oui	Non
	Nombre	Un		Un		Deux ou plus	
	Émissions	^{90}Sr ^{90}Y		^{90}Y		^{90}Sr ^{90}Y ^{89}Sr	
	Appareillage	CP ou CSL (total)		CP ou CSL (total ou Cerenkov)		CP ou CSL (total)	
	Sources d'étalonnage	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	^{90}Sr ^{90}Y	^{90}Y		$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ ^{89}Sr	^{90}Sr ^{90}Y ^{89}Sr
<p>^a La séparation du Y est réalisée une fois l'équilibre $^{90}\text{Sr}-^{90}\text{Y}$ atteint dans l'échantillon pour essai.</p> <p>^b Chromatographie spécifique utilisant de la résine éther couronne.</p> <p>^c Les mesurages de l'entraîneur ou du traceur sont réalisés par spectrométrie gamma pour le ^{85}Sr et par gravimétrie, spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou spectrométrie de masse (MS) pour le Sr et l'Y.</p>							

6.2.2 Techniques de précipitation

Une étape de précipitation permet de séparer la plupart des 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 le ^{90}Y parvienne à l'équilibre limitent l'emploi de cette technique.

L'ajout d'acide nitrique fumant 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. Le mode opératoire le plus courant produit un précipité de SrCO_3 .

Dans le cas de la méthode d'essai basée sur l'équilibre du ^{90}Sr et du ^{90}Y , soit la concentration totale de l'yttrium et du strontium est mesurée directement dans le précipité, soit l'activité de l'yttrium est mesurée après une 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}Sr , la mesure de ^{90}Sr s'effectue par comptage de l'émission bêta de ^{90}Y ou de ^{90}Y et de ^{90}Sr . Dans le dernier cas, le comptage peut se faire lorsque l'échantillon est à l'équilibre ou à tout autre instant si une correction mathématique pour la croissance de ^{90}Y et la désintégration de ^{90}Sr est appliquée. Lorsque le ^{89}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}Sr et ^{90}Sr ; l'[Annexe B](#) utilise le comptage des scintillations en milieu liquide pour ^{89}Sr et ^{90}Sr .

6.2.3 Technique d'extraction liquide-liquide

Cette technique est fondée sur l'extraction par solvant organique du ^{90}Y à l'équilibre avec son parent radioactif, à savoir le ^{90}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.

L'yttrium 90 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 [E](#).

Une fois la source préparée, le ^{90}Y est mesuré par comptage proportionnel ([Annexe E](#)) ou 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}Y en mesurant la diminution du taux de comptage du ^{90}Y et, une fois la décroissance achevée, en le comparant avec le niveau d'activité du bruit de fond.

6.2.4 Technique par chromatographie

6.2.4.1 Résine échangeuse d'ions

Cette technique est basée sur l'échange de 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». Toutefois, pour des échantillons contenant d'importantes quantités de Sr stable et de Ca dépassant la capacité de sorption de la résine, cette méthode peut ne pas être adaptée. 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 précipité de strontium ou d'yttrium est dissous et mélangé à un cocktail de scintillation liquide. Lorsque le strontium ou l'yttrium est déjà en solution, il est mélangé directement au liquide scintillant. Le volume de l'aliquote analysée dépend du matériel (taille du flacon) et du cocktail de scintillation spécifiques utilisés.

La source d'étalonnage doit être préparée à partir d'une activité connue d'élément traceur (^{90}Sr , ^{89}Sr , $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ ou ^{90}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

Un 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 [Annexes A, D et G](#)).

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

Une source de blanc doit être préparée avec la même géométrie et la même composition chimique que la source à mesurer.

6.4 Mesurage

6.4.1 Généralités

Il convient d'utiliser les mêmes conditions d'équipement pour les mesurages de l'échantillon, du bruit de fond et des sources d'étalonnage.

La durée de comptage 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 de scintillation est constitué à la fois de solvants et de scintillateurs. Le mélange de scintillation est obtenu en ajoutant le cocktail de scintillation à l'échantillon pour essai de manière à obtenir un mélange homogène.

Le cocktail de scintillation est choisi en fonction des caractéristiques de l'échantillon à analyser et des propriétés de l'équipement de détection (voir ISO 19361:2017[15]). 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 de scintillation.

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 le ^{90}Y . Il est donc nécessaire de tenir compte des caractéristiques de l'échantillon d'eau.

Lors de l'évaluation de l'activité du ^{90}Sr par son mesurage avec le ^{90}Y en équilibre, deux cas se présentent:

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

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

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