

# Physique et chimie nucléaire

## Mesure de contamination en $^{90}\text{Sr}$ du lait après un accident nucléaire

Rogliardo Quentin - 19 avril 2024



## Sommaire

1. Contexte et objectifs
2. État de l'art
3. Matériels et méthodes
4. Expériences et résultats
5. Conclusion et perspectives



## Contexte

- **Accident nucléaire :**
  - Centrale nucléaire
  - Utilisation armes nucléaires
  - Gestion des déchets
  - Rejets d'isotopes radioactifs dans l'environnement
- **Dangers :**
  - Retrouver des traces de  $^{90}\text{Sr}$  dans le lait
  - Consommation importante chez les enfants
  - Biocompatibilité du strontium : similaire au calcium
  - Chaîne de désintégration  $\beta^-$  énergétiques



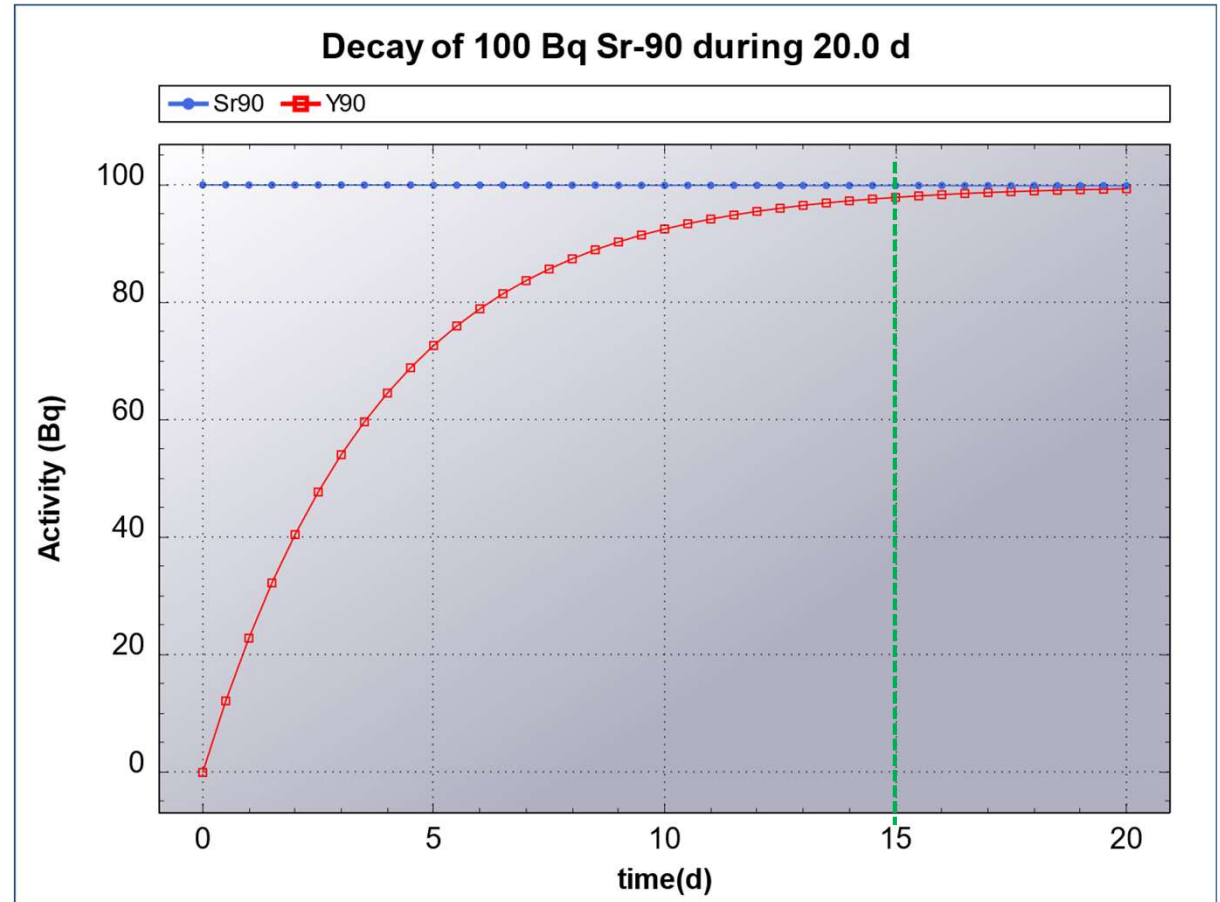
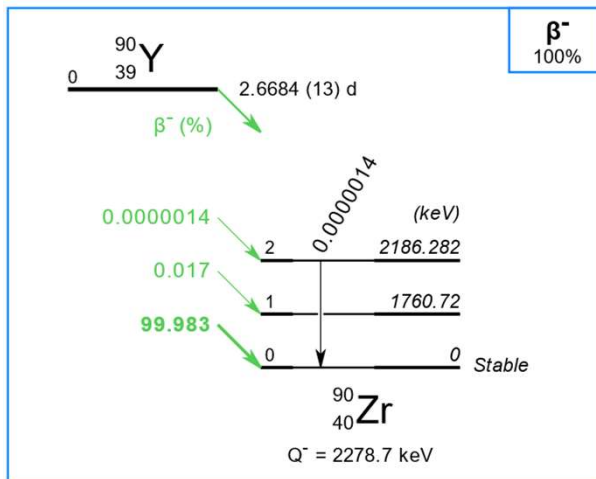
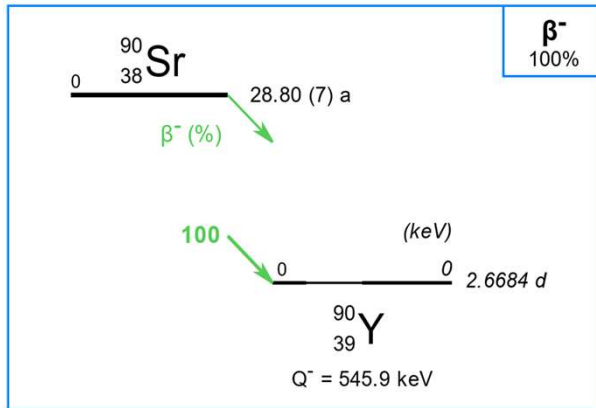
## But principal

Réaliser un protocole permettant de déterminer l'activité du  $^{90}\text{Sr}$  dans un échantillon de lait contaminé

## Objectifs spécifiques de ce travail

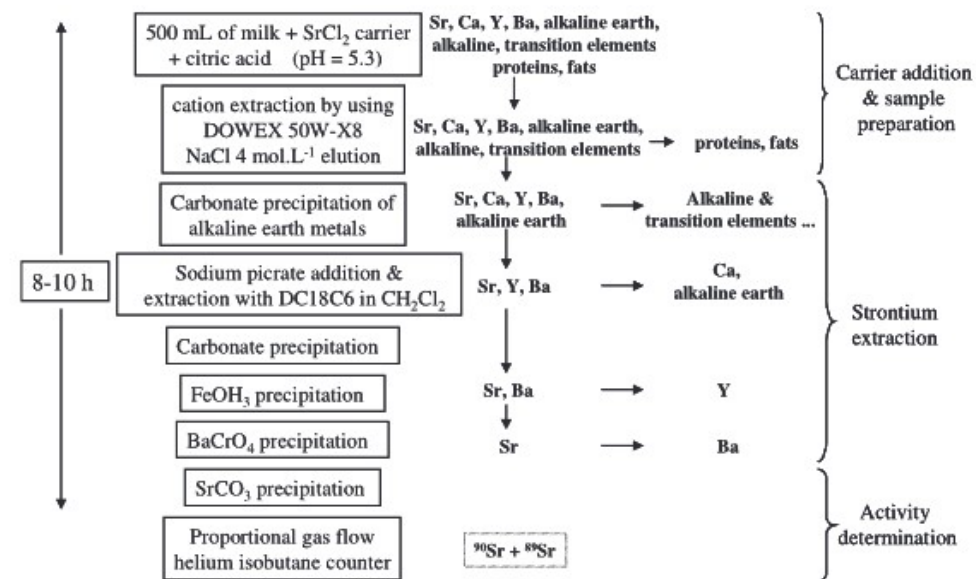
1. État de l'art des techniques existantes
2. Sélection de différents types de protocole
3. Expérimentation et analyses

# État de l'art – Le <sup>90</sup>Sr



## État de l'art – Méthodes existantes

1. Déminéralisation « manuelle » longue et complexe (HNO<sub>3</sub> fumant, papier filtre...)
2. Résine échangeuse d'ions DOWEX 50W : séparation graisses et protéines
3. Résine chromatographie Sr : isolation du strontium des radioisotopes interférents
4. Centrifugation avec des nouveaux réactifs chimiques



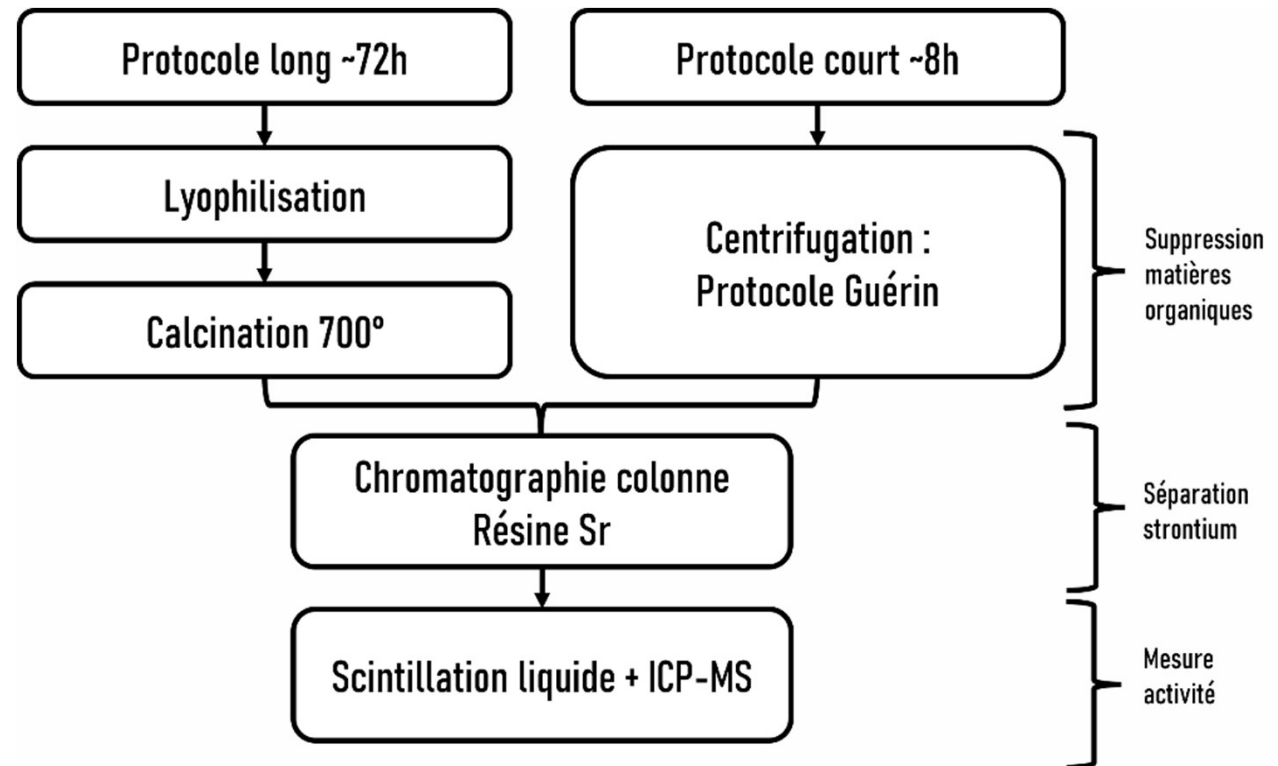
Rapid determination of radiostrontium 90 and 89 in milk<sup>1</sup>

[1] Vaney B., Friedli C., Geering J.J., Lerch P, Rapid trace determination of radiostrontium in milk and drinking water, J. Radioanal. Nucl. Chem. 134 (1989) 87–95.



## Matériels et méthodes – Types de protocole

- 2 différents protocoles :
  - 1 protocole long  $\approx 72$  h
  - 1 protocoles court  $\approx 8$  h
- Méthodes de séparation des matières organique différentes
- Méthodes de séparation du strontium et de mesure d'activité similaires



## Matériels et méthodes – Protocole long : Lyophilisation

- 2 étapes clés :
  - Précongélation de l'échantillon
  - Séchage primaire
- Matériels
  - Pompe à vide
  - Support à 3 niveaux + cristallisoirs
  - Cloche en verre
  - Condenseur





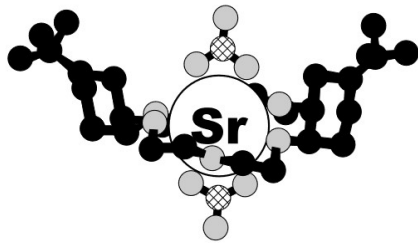
## Matériels et méthodes – Protocole long : Calcination

- **Problèmes liés à la calcination du lait liquide :**
  - Formation de mousse et d'éclaboussures pendant l'évaporation
  - Présence de flammes et de fumées noires
  - Cendres collées aux parois du récipient
  - Pertes importantes lors du transfert
  - Odeur désagréable lors des premières heures
- La calcination du lait en poudre évite tous les problèmes liés à la radioprotection



## Matériels et méthodes – Chromatographie

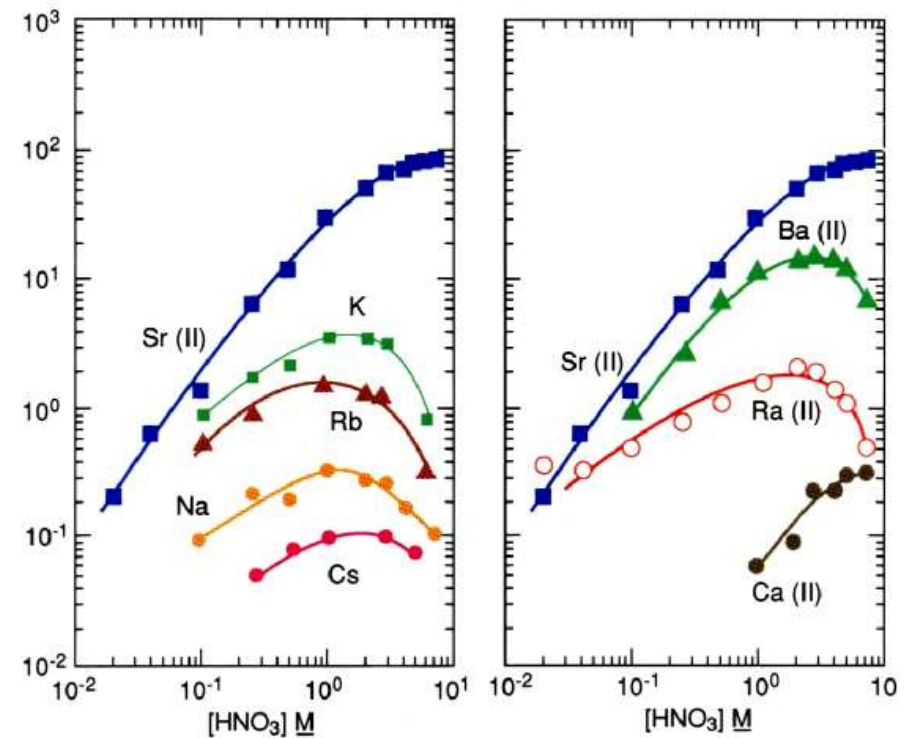
- Résine Sr :
  - Complexe éther couronne
  - Capture l'ion  $\text{Sr}^{2+}$



- Facteur de rétention  $k'$  :
  - Capacité de l'élément à rester dans la résine
  - Influence de la concentration en  $\text{HNO}_3$

→ Isolation du Sr des autres éléments

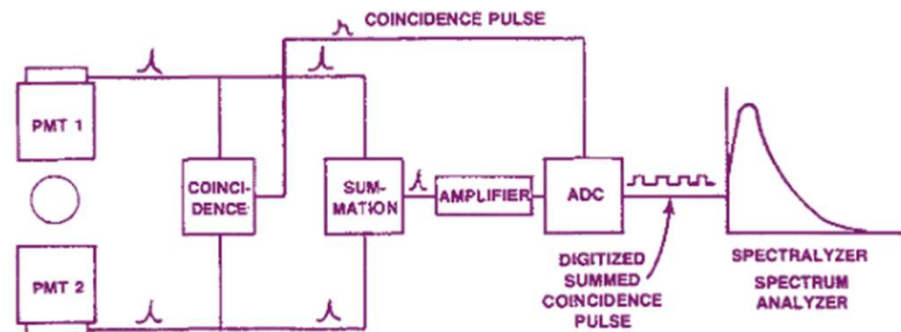
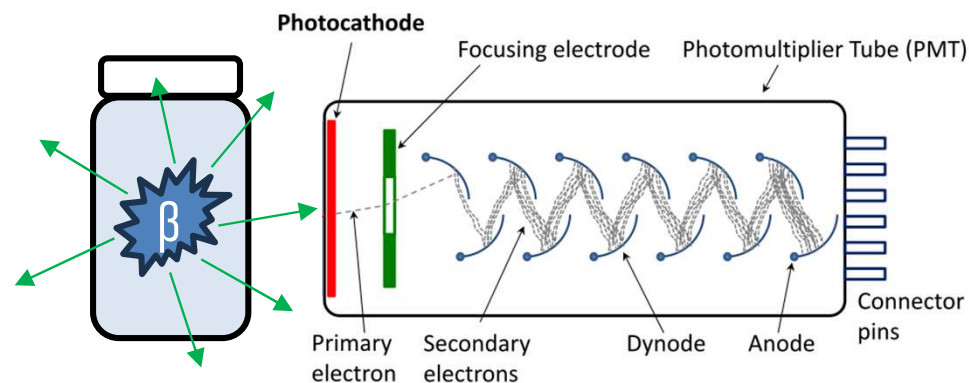
Acid dependency of  $k'$  for various ions at 23-25°C.  
Sr Resin



## Matériels et méthodes – Spectrométrie par scintillation liquide

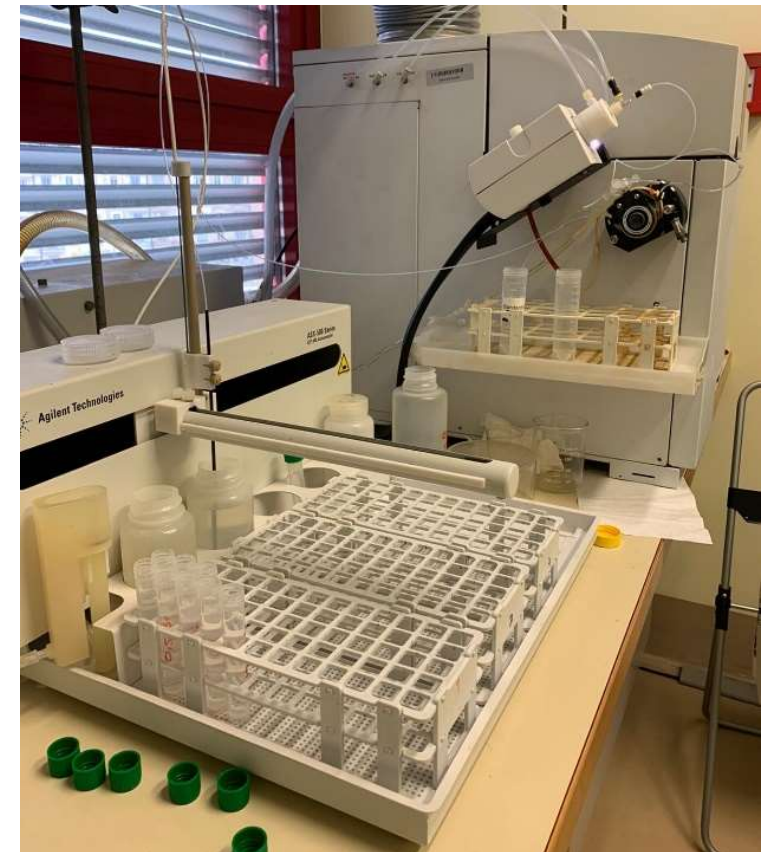
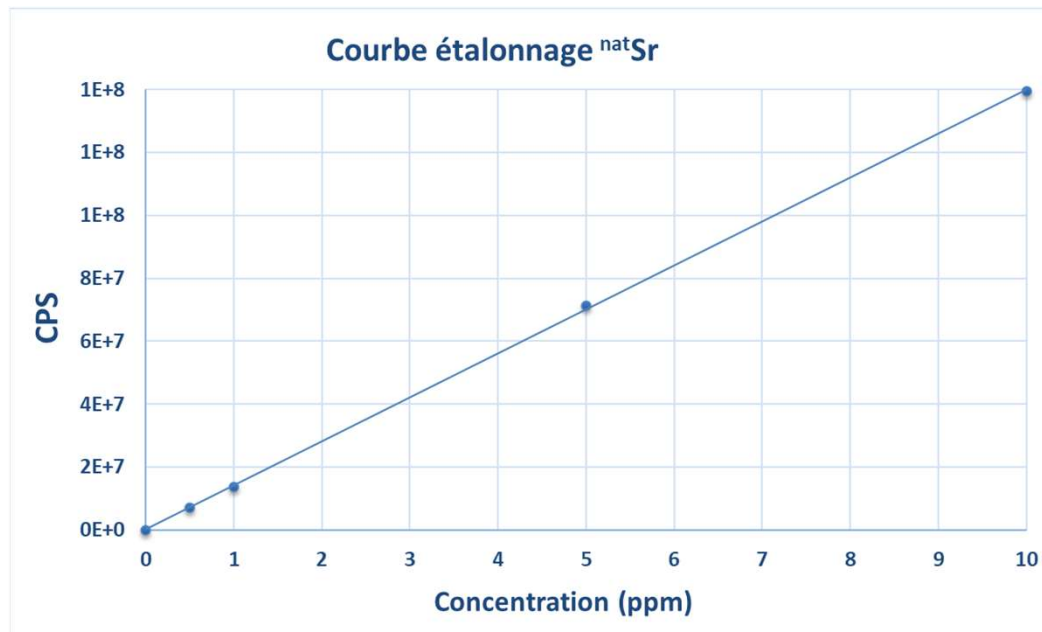
- Principe physique :
  1. Mélange échantillon / liquide scintillant
  2. Émission de photons lumineux
  3. Photomultiplicateur
  4. Électronique de comptage

→ Génération d'un spectre du nombre de coups en fonction de l'énergie

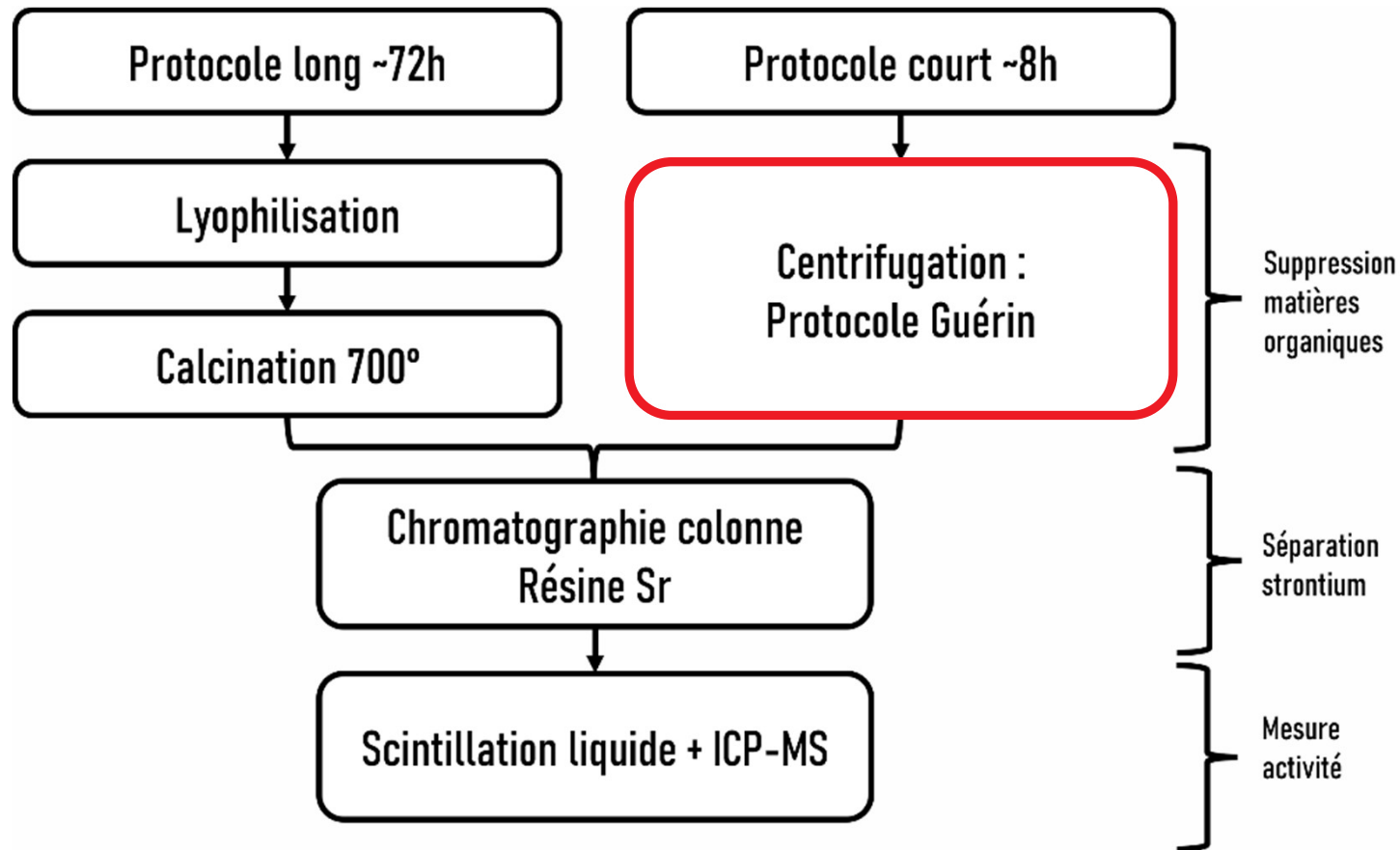


## Matériels et méthodes – Spectrométrie de masse par plasma à couplage inductif

- Solutions étalons en Sr stable pour mesure ICP-MS :
  - 0 , 0.5 , 1 , 5 , 10 ppm (mg/L)
  - Calculer la concentration pour un nombre de coups mesuré



## Expériences et résultats – Protocole Court





## Expériences et résultats – Protocole court : Guérin 2017<sup>3</sup>

1. Mélanger lait et Sr stable
2. Ajouter 12M HCl + 50% m/v TCA
3. Centrifuger 10 min à 4000 rpm
4. Centrifuger 5 min à 4000 rpm
5. Ajouter 40% m/v NaOH +15% m/v Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> : pH = 12
6. Centrifuger 5 min à 4000 rpm

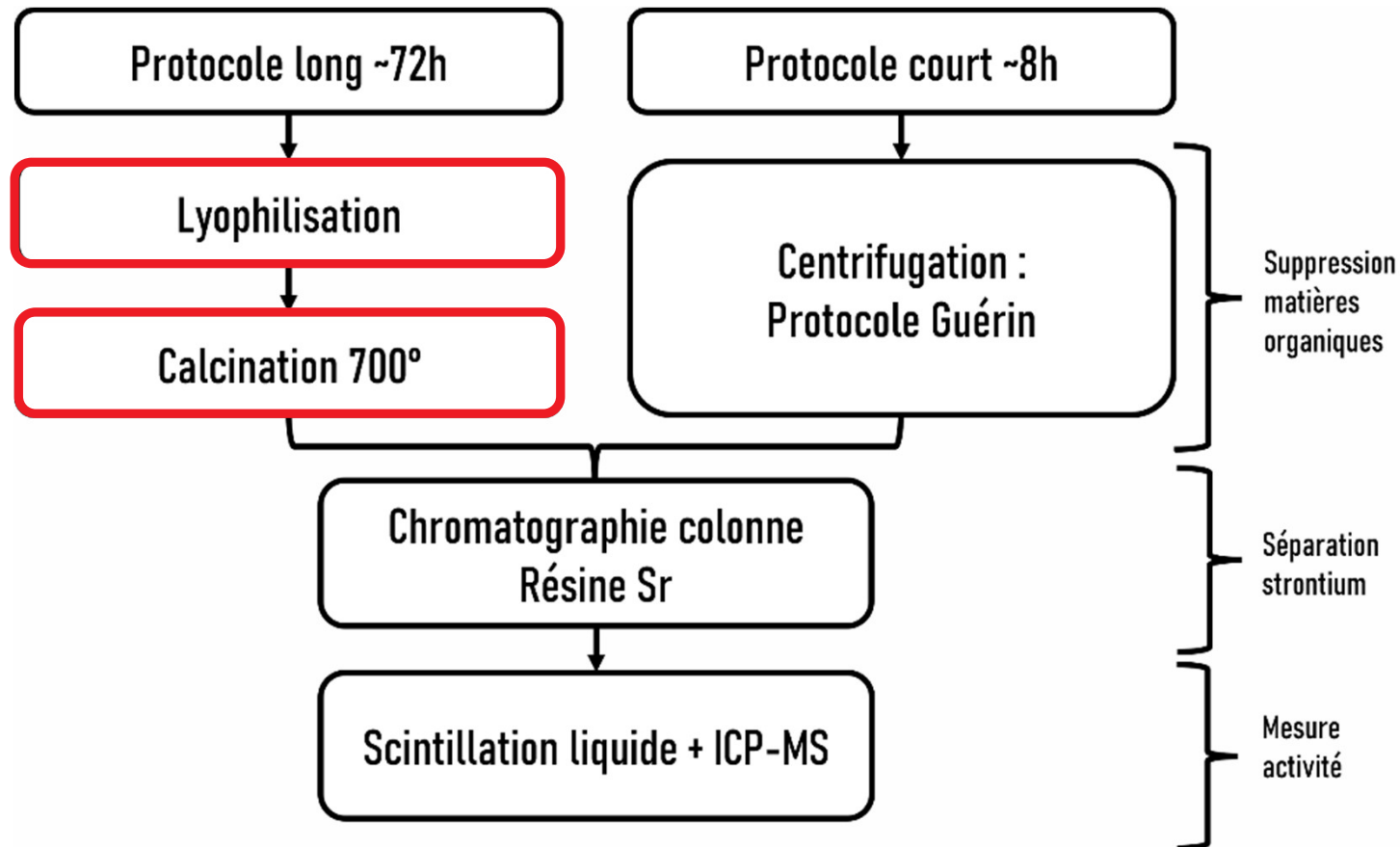
→ Dissolution du précipité dans 8M HNO<sub>3</sub>



[3] Nicolas Guerin\*, Remi Riopel, Ray Rao, Sheila Kramer-Tremblay, Xiongxin Dai . An improved method for the rapid determination of 90 Sr in cow's milk, Journal of environmental radioactivity, 175, 115-119.



## Expériences et résultats – Protocole Long

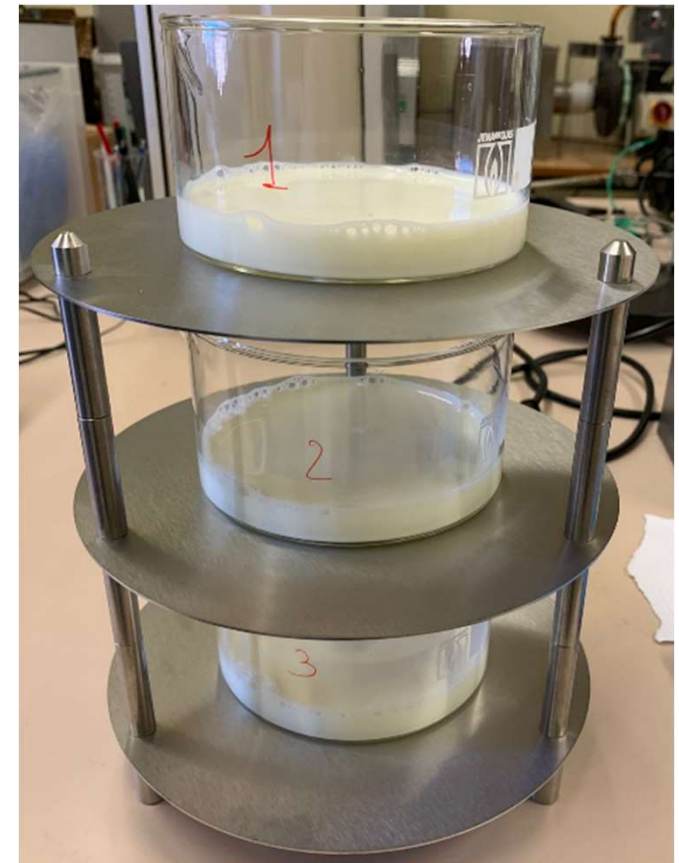
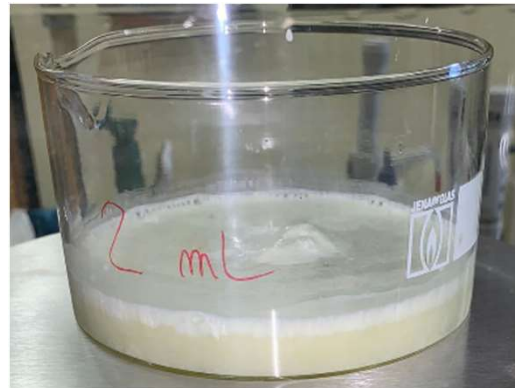
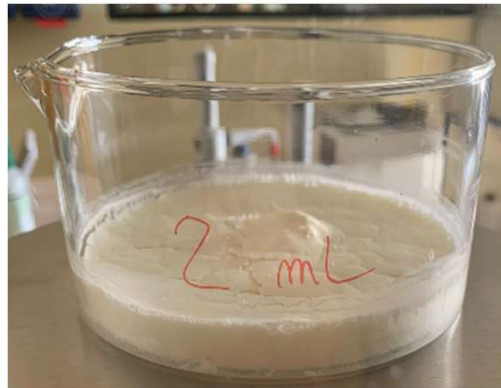


## Expériences et résultats – Protocole Long

T=24h	Matière évaporée (%)				
	-40°C/-40°C	-40°C/-50°C	-40°C/-30°C	-20°C/-40°C	-20°C/-30°C
Échantillon 1	87.29%	86.85%	87.06%	87.33%	87.27%
Échantillon 2	86.58%	84.76%	86.53%	87.10%	87.17%
Échantillon 3	83.98%	81.63%	81.82%	86.29%	83.64%

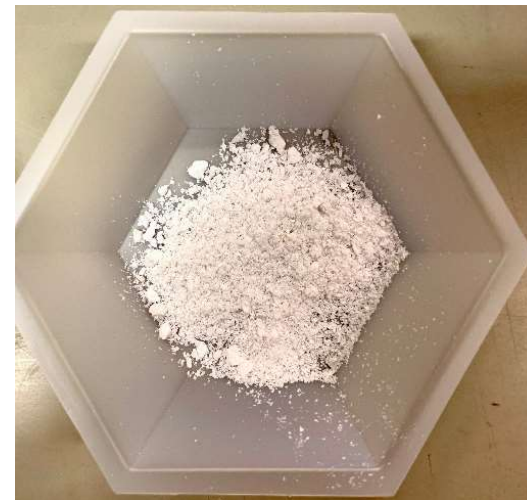
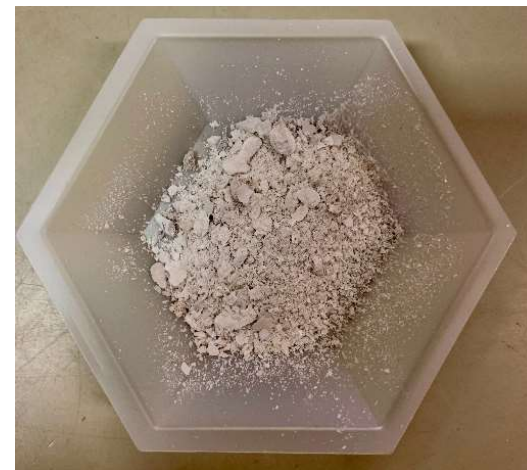
- Environ 12g de poudre pour 100 mL de lait

→ Configuration optimale : précongélation à -20°C et séchage à -40°C

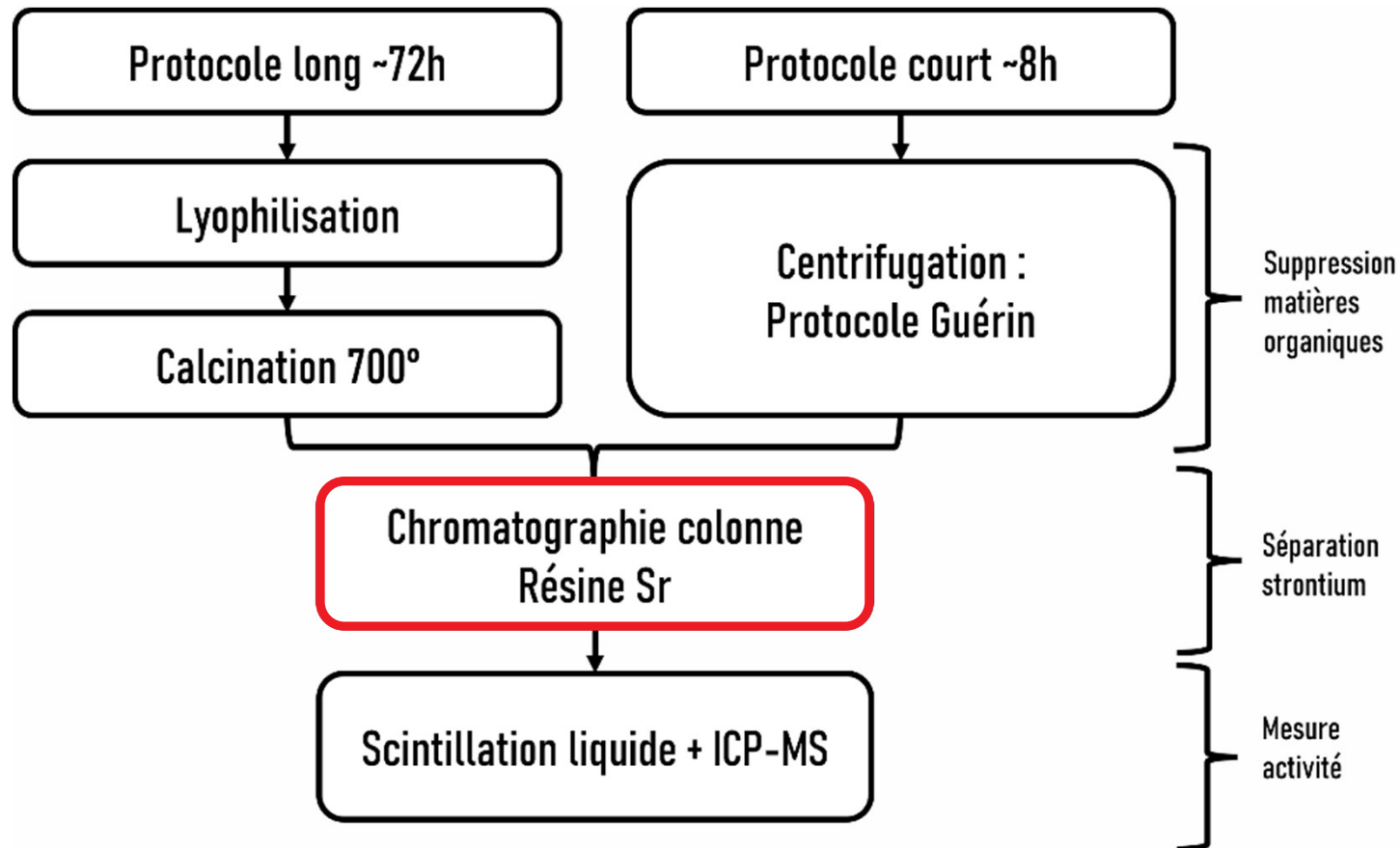


## Expériences et résultats – Protocole Long

- Calcination à 550°C : cendres grisâtres
    - Bouche partiellement ou complètement la colonne
  - Calcination à 700°C : cendres blanches
    - Débit de la colonne inchangée
  - Calcination pendant la nuit :  $\approx 16$  h
  - Environ 0,6 g de cendres pour 12 g de poudre
- Dissolution des cendres dans 8M  $\text{HNO}_3$



## Expériences et résultats – Protocoles Long et Court



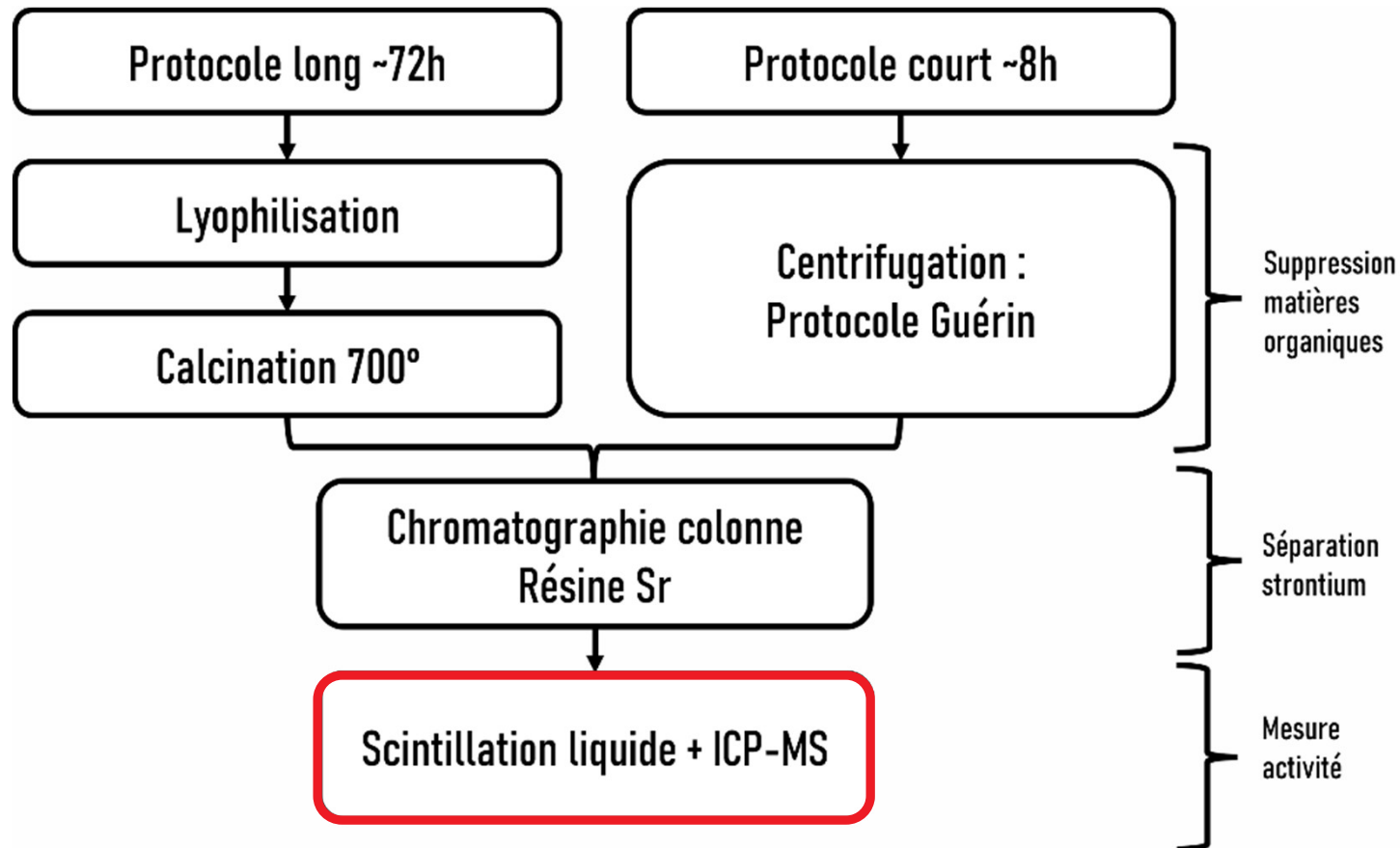
## Expériences et résultats – Protocoles Long et Court

- Préconditionner la colonne avec 5 mL 8M HNO<sub>3</sub>
  - Ajouter l'échantillon de Sr dissous
  - Rincer successivement avec :
    1. 15 mL 8M HNO<sub>3</sub>
    2. 5 mL 3M HNO<sub>3</sub> - 0.05M acide oxalique
    3. 7 mL 8M HNO<sub>3</sub>
  - Éluer le Sr avec 10 mL 0.05M HNO<sub>3</sub>
- Noter l'heure exacte d'élution pour la croissance de l'<sup>90</sup>Y





## Expériences et résultats – Protocoles Long et Court





## Expériences et résultats – Scintillation liquide et ICP-MS

### Mesures d'activités par LSC :

- Créations d'échantillons références avec une activité de 0,9 Bq/ml
- Activité doublée après 20 j : croissance de l'<sup>90</sup>Y
- Activité similaire après 30 j : pas d'interférents

### Mesures des rendements par ICP-MS :

- Protocole court (Guérin 2017) : 68 ± 2%
- Protocole long : 100 ± 2%

Échantillons	Activité totale moyenne (Bq/ml)		
	t=0	t=20j	t=30j
Références	0.44 ± 0.02	0.89 ± 0.03	0.88 ± 0.02

TABLE – Résultats obtenus en appliquant le protocole long

➔ Protocole long validé avec <sup>90</sup>Sr / Protocole court validé avec du Sr stable

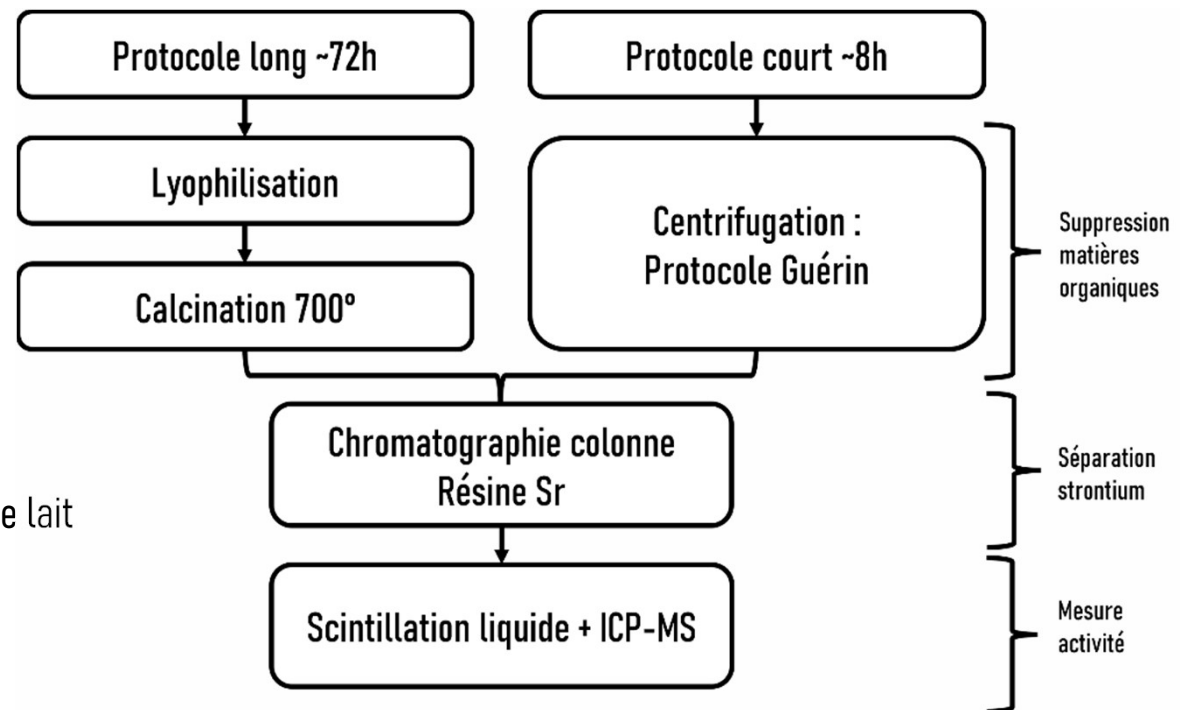
## Conclusion et perspectives

- Expérimentation de 2 protocoles :

- Méthode Guérin 2017 ✓
- Protocole long ✓

- Améliorations possibles :

- Réduire la durée des protocoles
- Diminuer la limite de détection dans le lait



**Merci pour votre attention !**