

Séparation des Actinides et du Strontium dans des échantillons d'eau de mer > 1L PAGE 1

Nouveautés & Littérature PAGE 2

Agenda PAGE 4

En Bref: Réunion Utilisateurs à Bath PAGE 4



● Chers Utilisateurs

Nous vous souhaitons une bonne rentrée! Nous espérons vous rencontrer aux différentes conférences auxquelles nous participons à partir de septembre: Réunion Utilisateurs Triskem à Bath (GB), ERA12 à Bath (GB), ISTR 2014 in La Baule (FR), Réunion Utilisateurs Triskem à Moscou (RU)...

Ce numéro de la Triskem Infos est consacré aux méthodes rapides, et notamment aux méthodes permettant la détermination des actinides et du radio-strontium dans les échantillons d'eaux de mer de plus de 1L

Michaela Langer
TRISKEM CEO

● Séparation des Actinides et du radio-Strontium dans des échantillons d'eau de mer > 1L

Les seuils de détection en surveillance environnementale sont en général très stricts. L'accident de Fukushima a aussi pointé la nécessité pour les laboratoires de pouvoir fournir des résultats dans un temps très court. Dans le cas de situations accidentelles, cela est facilement atteint car les niveaux d'alarme et/ou d'action sont plutôt importants (prise d'essai restreintes et temps de comptage courts). L'ajustement de ces procédures « d'urgence » est nécessaire pour leur transposition à des analyses environnementales de routine de façon à répondre aux limites de détection demandées. Cela sous-tend de travailler avec des prises d'essais plus importantes pour limiter le temps de comptage et de fait le temps global de l'analyse.

Ce numéro de la Triskem Infos présente des exemples de ces méthodes, plus particulièrement la détermination des actinides et du radio-strontium dans l'eau de mer. Un travail important a récemment été réalisé sur le prétraitement de l'échantillon réduisant drastiquement la quantité d'interférences chargées en amont de la séparation elle-même et par conséquent diminuant le temps de manipulation. Le prétraitement concerne des prises d'essai allant jusqu'à 80L pour un temps de manipulation de 4 à 8h et un rendement chimique global de l'ordre de 85 à 95% (du prétraitement de la prise d'essai à la préparation de la source) [1].

La figure 1 présente les étapes de séparation des actinides Pu/Np et Am/Cm pour des prises d'essai d'eau de mer de 80L. Une première co-précipitation avec $\text{Fe}(\text{OH})_3/\text{Ti}^{3+}$ en contrôlant le pH permet de concentrer les actinides tout en limitant la quantité de Ca co-précipitée. La 2^{ème} co-précipitation avec LaF_3 permet d'éliminer le fer et le titane. Pu et Np sont alors séparés sur la Résine TEVA et Am/Cm sur la Résine DGA,N suivant les étapes de la figure 2.

Si Th ou Po sont présents, ils seront fixés sur la Résine TEVA en milieu HNO_3 3M. Th est facilement élué avec HCl 9M. Son élimination peut être améliorée en augmentant le volume de rinçage. Po^{4+} est très fortement fixé sur la Résine TEVA en milieu HCl entre 0,1M et 10M. Po n'interfère pas la mesure de Pu par ICP-MS, et il ne co-précipitera pas lors de la micro-précipitation au CeF_3 . Toutefois, lors des préparations de sources par électrodéposition, Po peut générer une interférence spectrale. Dans ce cas, une étape supplémentaire est nécessaire pour éliminer Po comme une évaporation à sec à forte température en milieu HCl. U est fixé sur la Résine DGA,N et peut être co-élué avec Ca et La avec HNO_3 0.05M. Si des traces de Po^{+4} passaient sur la Résine DGA,N, elles seraient éliminées lors de ce rinçage.

Le rendement chimique global pour des prises d'essai de 16-80L est supérieur à 85%: le rendement chimique pour ^{242}Pu est 86.4% +/- 3.9%, et pour ^{243}Am 94.0% +/- 3.4%.

La limite de détection obtenue en 16h de comptage (efficacité de détection en alpha ~ 25%) pour 40L d'échantillon et un rendement chimique de 90% est de 13 $\mu\text{Bq/L}$. La LD obtenue pour 7 jours de comptage (efficacité de détection en alpha ~ 25%) pour 80L d'échantillon et un rendement chimique de 90% est de 1 $\mu\text{Bq/L}$. Les isotopes du Pu peuvent aussi être déterminés par ICP-MS, après des étapes de séparation poussées pour assurer sa décontamination de ^{238}U [2].

(NEXT) PAGE 2

TRISKEM INFOS

Directrice de Publication : Michaela Langer • Rédaction : Aude Bombard
Conception graphique : Essentiel – Rennes • ISSN 2114-0340



Nouveautés

• Nouvelles lignes de produits:

Nous sommes heureux de vous proposer 2 nouvelles gammes de produits venant compléter notre offre d'accessoires de chromatographie. Nous pouvons maintenant vous fournir de la **verrerie de laboratoire classique** (bêchers, tubes à centrifuger, ...) ainsi que des **solutions étalons** mono- et multi-élémentaires pour vos essais par **ICP-MS**.

Pour plus d'information, n'hésitez pas à contacter notre service commercial à contact@triskem.fr

• Nouvelles procédures en ligne:

Les protocoles étape par étape pour la séparation **Pu / Np** et **Sr-90** dans l'eau de mer sont maintenant disponibles sur demande.

Littérature

Vous trouverez ci-dessous des publications récentes qui peuvent vous intéresser:

- Narek Gharibyan du groupe de Ralf Sudowes à UNLV, a étudié l'extraction de Am et Cm dans divers solutions acides sur plusieurs résines d'extraction (<http://dx.doi.org/10.1080/07366299.2014.884888>).
- Jake Surman du groupe de Jackie Pates à l'Université de Lancaster a travaillé sur la caractérisation d'une nouvelle résine TK100 bientôt au catalogue (<http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2014.06.041>).
- Emmanuelle Nottoli a effectué son doctorat au CEA. Une partie de son travail concernait l'utilisation de la Résine CL dans un procédé pour déterminer I-129 par AMS dans des résines usées (<http://dx.doi.org/10.1016/j.apradiso.014.01.010>).

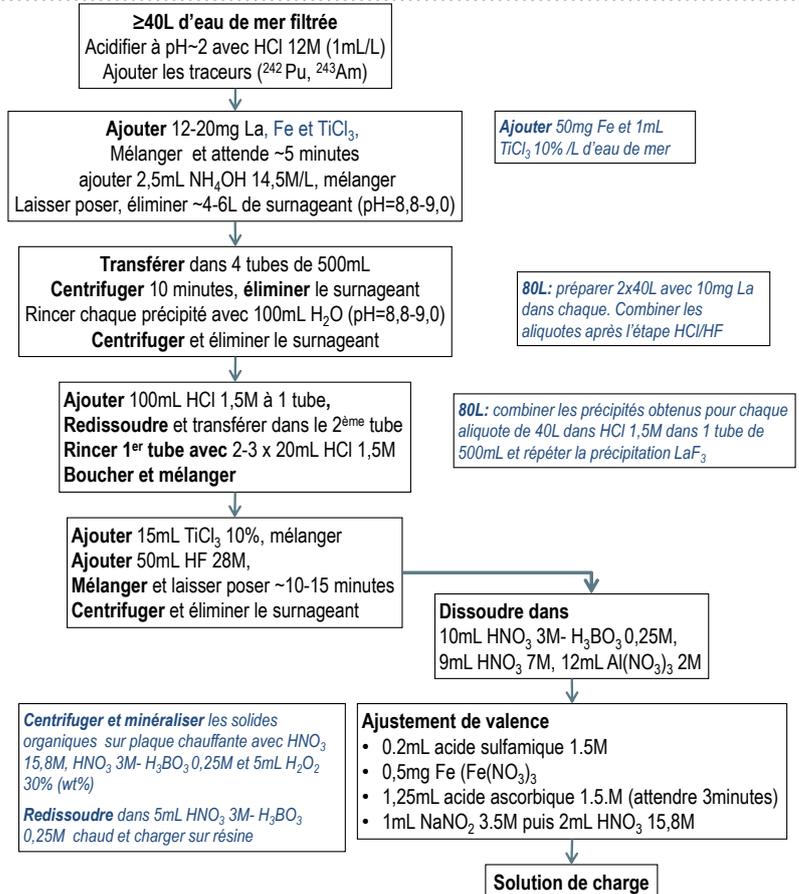
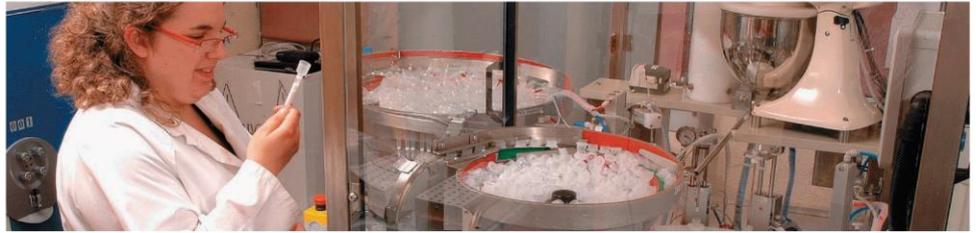


Figure 1: Schéma de préconcentration des actinides dans une prise d'essai d'eau de mer de 80L [1].

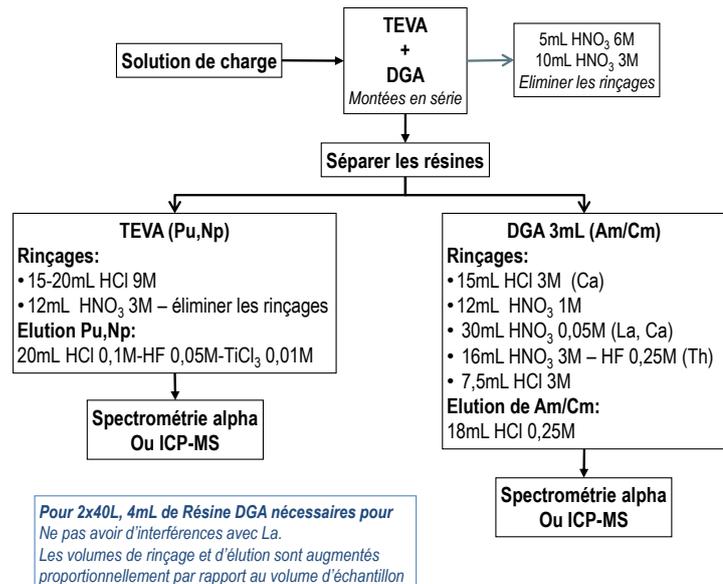


Figure 2: Schéma de séparation des actinides dans une prise d'essai d'eau de mer de 80L [1].

*Pour la détermination de Pu par ICP-MS, une purification supplémentaire de la fraction Pu est nécessaire pour réduire les traces de U. En utilisant la procédure UTEVA/DGA, la décontamination de U peut atteindre 10^6 à 10^7 , et 10^5 à 10^6 en utilisant seulement DGA.



Deux nouvelles méthodes rapides pour le dosage du radio-strontium dans l'eau de mer ont été développées au Laboratoire National Savannah River (SRNL).

Une de ces méthodes permet la détermination de ^{89}Sr et ^{90}Sr dans 2L d'échantillon. Les étapes de cette procédure sont montrées en Figure 3. Deux fractions purifiées sont obtenues : une fraction Sr (via la Résine SR) et une fraction Y (via la Résine DGA,N). ^{90}Sr peut donc être dosé de deux façons : mesure en scintillation liquide de la fraction Sr, ou mesure de ^{90}Y dans la fraction Y soit par comptage Cerenkov soit par scintillation liquide. Cette approche permet de mesurer ^{89}Sr et ^{90}Sr indépendamment, ce qui peut être intéressant dans le cas de ratios d'activité importants. ^{89}Sr est déterminé par comptage Cerenkov de la fraction Sr et ^{90}Sr est mesuré via ^{90}Y dans la fraction Y comme indiqué précédemment.

Les résultats obtenus en ^{90}Sr pour 1 à 10L d'échantillon d'eau de mer via ^{90}Sr et ^{90}Y avec les 2 méthodes sont détaillés sur le tableau 1. Les rendements chimiques ont été déterminés par ICP-MS pour les entraîneurs stables de Sr et Y.

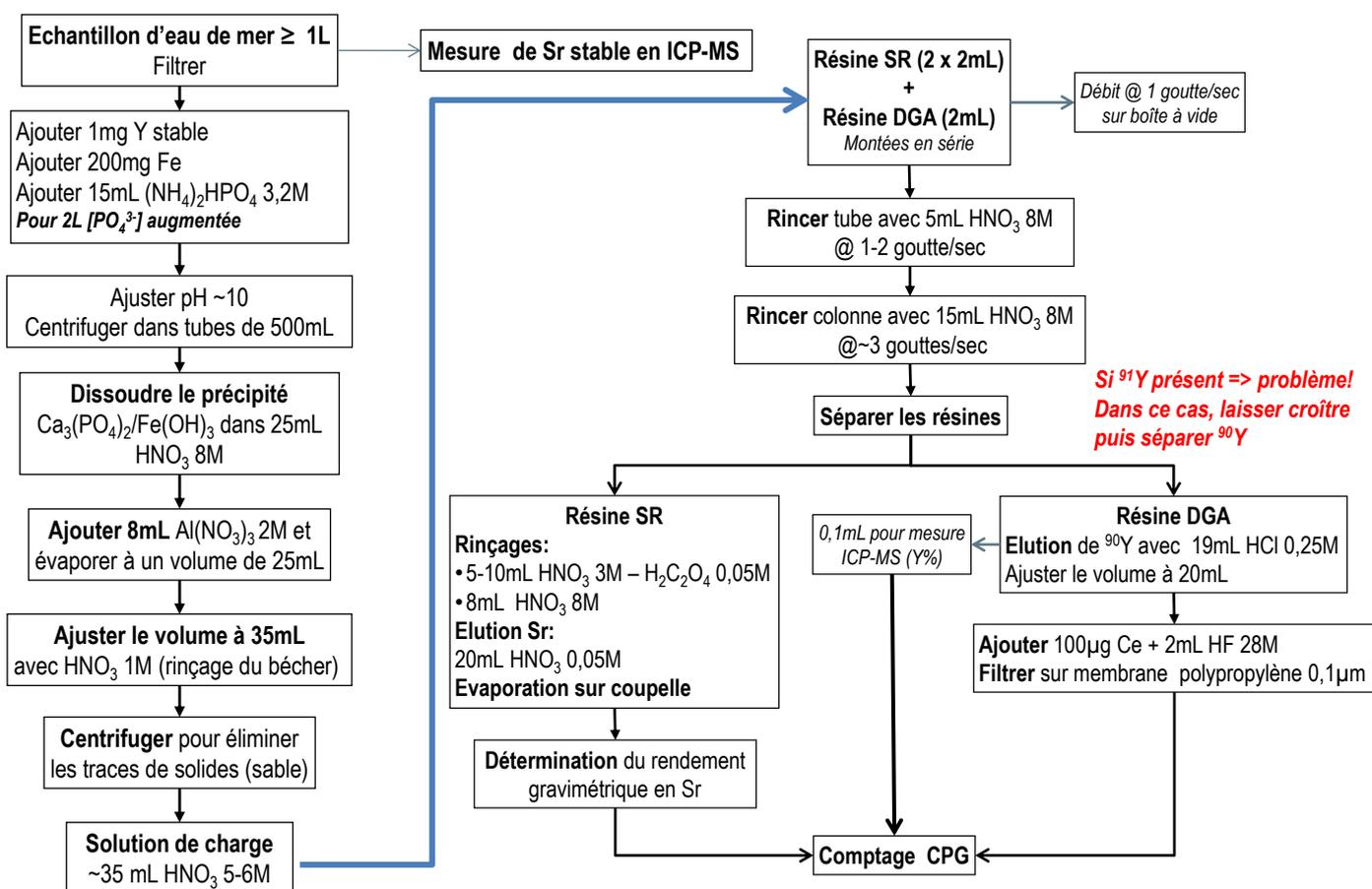


Figure 3: Schéma de séparation du strontium dans les échantillons d'eau de mer [3].

La 2^{ème} méthode est une méthode rapide pour la mesure bas niveau de ^{90}Sr dans des échantillons d'eau de mer > 2 L. Cette nouvelle méthode utilise des étapes de préconcentration pour collecter rapidement ^{90}Y dans jusqu'à 10 L d'eau de mer avec une limite de détection (LD) basse [3]. Une LD de $0,61\text{mBq } ^{90}\text{Sr}\cdot\text{L}^{-1}$ peut être obtenue en utilisant cette méthode pour 10 L de prise d'essai et un comptage de 1000 minutes sur un compteur proportionnel à gaz. Les étapes de préconcentration sont suivies d'une séparation/purification de ^{90}Y sur Résine DGA,N qui permet de séparer rapidement ^{90}Y des éléments matriciels et d'autres émetteurs bêta. Le compteur proportionnel à gaz, le comptage Cerenkov ou le comptage en scintillation liquide peuvent être utilisés pour mesurer la fraction purifiée de ^{90}Y et déterminer ^{90}Sr présent dans l'échantillon. Cette préparation d'échantillon prend moins de 8 heures.

Pour plus d'information contactez-nous ou visitez notre site
<http://www.triskem-international.com/>



AGENDA

Nous participons aux conférences suivantes et nous serons très heureux d'échanger avec vous à ces occasions!

° Réunion Utilisateurs

TrisKem, 16/09/2014, Bath (GB)

<http://www.triskem-international.com/pageLibre0001440d.asp>

° ERA12 - Nuclear & Environmental Radiochemical

Analysis, 17-19/09/2014, Bath (GB)

<http://www.rsc.org/Membership/Networking/InterestGroups/Radiochemistry/ERA12/?CFID=636621&CFTOKEN=66f83f173b853bb4-BD0FEFBC-063C-0FE8-99DFE8BF86289728>

° ISTR 2014 - The 8th International Symposium on Technetium and Rhenium: Science and Utilization

, 29/09-

03/10/2014, Pornichet La Baule

(FRANCE)

<http://istr2014.sciencesconf.org/>

° Réunion Utilisateurs

TrisKem, 6-7/10/2014, Moscou

(RUSSIA) – pour plus d'information, merci de contacter Tatiana Sémenova à tsemenova@triskem.fr.

Visitez notre site web pour la mise à jour des conférences auxquelles nous participons www.triskem-international.com



Volume de prise d'essai (L)	Activité ajoutée ⁹⁰ Sr (mBq.L ⁻¹)	Rendement chimique Sr (%) <i>Utilisation Résine SR</i>	Rendement chimique Y (%) <i>Utilisation Résine DGA,N</i>	Nbre de répliques	Biais (%)
1	148	88.8 +/- 5.3 (1SD)	na	11	1.2
		na	95.0 +/- 1.6 (1SD)		3.1
2	148	81.9 +/- 4.1 (1 SD)	na	4	4.2
		na	89.1 +/- 2.8 (1SD)		6.6
4*	740	na	91.6 +/- 2.6	1	-2.0
4*	74	na	88.7 +/- 2.5	1	0.0
10*	74	na	93.0 +/- 2.4 (1SD)	3	-2.7

Tableau 1: Résultats obtenus pour 2 heures de comptage ; * valeurs obtenues avec la résine DGA,N uniquement.

Les résultats indiquent que ⁹⁰Sr peut être déterminé avec précision et pour des rendements chimiques supérieurs à 80% pour les 2 fractions.

Des prises d'essais de 4 à 10L, et plus récemment jusqu'à 40L, ont été testées avec cette procédure. Le rendement chimique déterminé via Y stable est de 91.9% +/- 2.5%. le biais moyen est de -2.0%.

Bibliographie

- [1] Maxwell, S.L., et al., Rapid determination of actinides in seawater samples. J Radioanal Nucl Chem (2014), doi: 10.1007/s10967-014-3079-0
- [2] Maxwell, S.L., et al., Rapid Determination of ²³⁷Np and Plutonium Isotopes in Urine By Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry and Alpha Spectrometry. Health Physics (2011) - Vol 101 - Issue 2 - pp 180-186
- [3] Maxwell, S.L., et al., Rapid determination of radiostromium in seawater samples. J Radioanal Nucl Chem (2013), doi: 10.1007/s10967-013-2430-1

EnBref: Réunion Utilisateurs TrisKem, Bath

Nous sommes heureux de vous inviter à notre Réunion Utilisateurs à Bath (UK) le **16 Septembre**.

Lors de cette réunion, les sujets suivants seront abordés :

- **Méthodes rapides pour la détermination des actinides et de Sr**
- **Détermination des radionucléides dans les grands échantillons de l'environnement**
- **Détermination des radionucléides à vie longue dans les déchets et les échantillons issus du démantèlement**
- **Nouveaux développements**

Vous êtes invités à présenter vos travaux !

Si vous souhaitez participer, merci de compléter la fiche d'inscription disponible à http://www.triskem-international.com/fr/iso_album/registration_form_ugm_bath.pdf et de l'envoyer par e-mail à tsemenova@triskem.fr, ou par fax +33(2) 99 05 07 27 jusqu'au 1^{er} Septembre 2014.

Si vous souhaitez faire une présentation, merci d'envoyer la fiche d'inscription par e-mail à abombard@triskem.fr

A bientôt !

<http://www.triskem-international.com/fr/news00013fdb.asp>

N'HESITEZ PAS A NOUS CONTACTER POUR PLUS D'INFORMATION