

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



EXTRACTION DE L'EAU LIBRE D'UNE MATRICE ET MESURES DE L'ACTIVITÉ TRITIUM

**Pierre Le Goff^{1, 2}, Jean-Marie Duda¹,
Philippe Guétat³, Michel Fromm²**



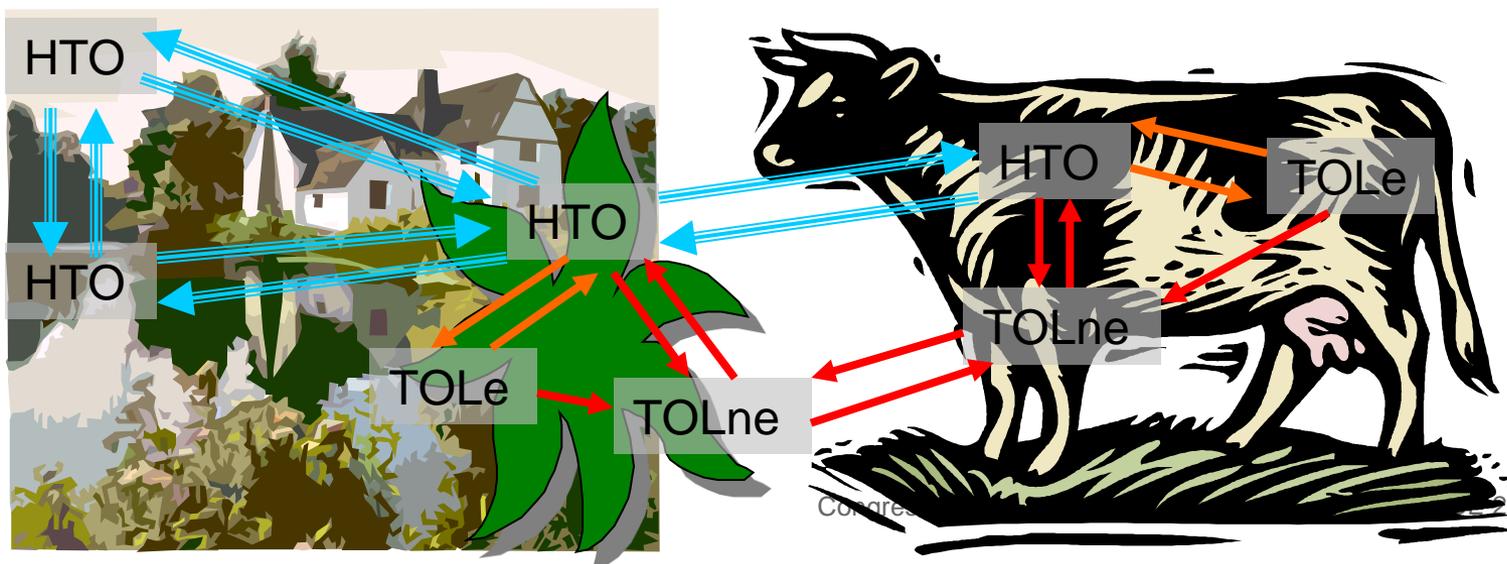
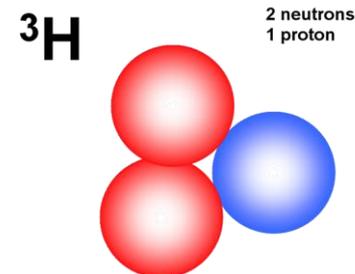
1 : CEAVA/SPR/LMSE – Valduc 21120 IS-SUR-TILLE |
2 : UMR CNRS 6249 Chrono-Environnement/ LCPR-AC |
3 : CEA/HC |

www.cea.fr



Le tritium dans le vivant - formes et transferts

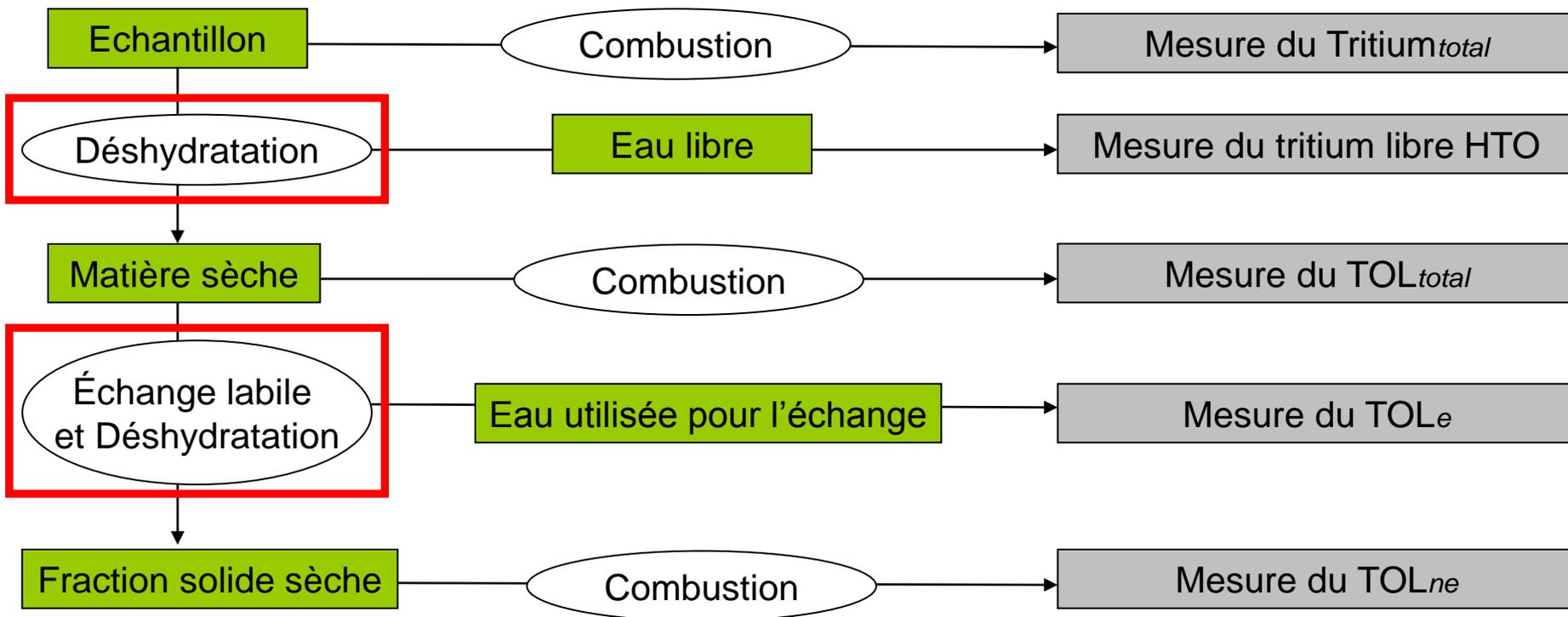
- Tritium est l'isotope radioactif de l'hydrogène
- On distingue 3 formes de tritium dans le vivant :
- Eau libre en équilibre isotopique avec l'eau que l'organisme absorbe
- TOLe en équilibre isotopique avec les autres H labiles de son voisinage immédiat
- TOLne est produit par le métabolisme ou ingéré



Mesure du tritium dans des matrices biologiques

Les trois formes du tritium dans le vivant sont liées aux préparations des échantillons pour l'analyse.

- Il est nécessaire de séparer les différentes formes pour les mesurer.

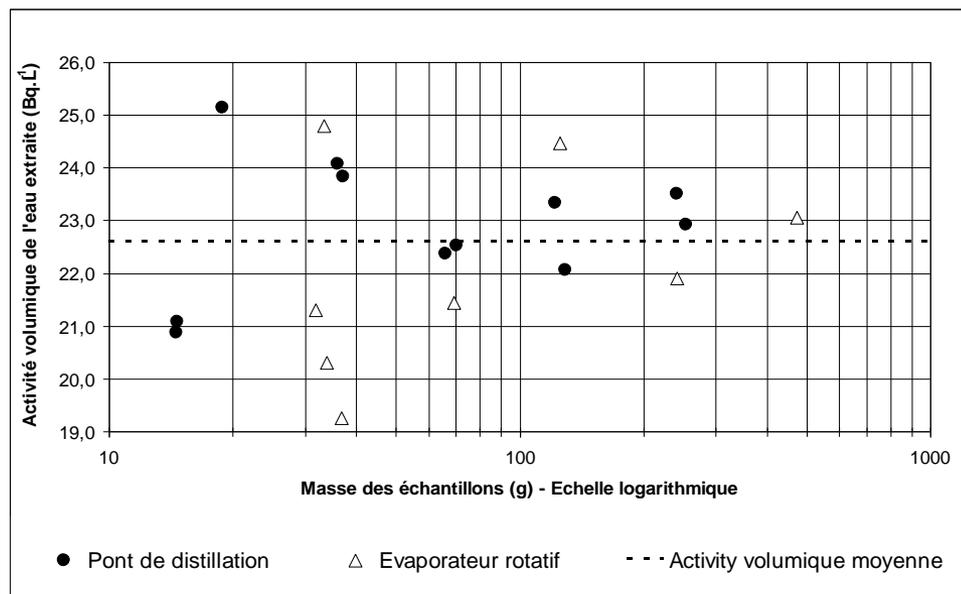


- Les extractions d'eau peuvent biaiser les mesures (vol. et activité).
- La méthode conventionnelle d'échange labile induit d'autres sources de biais.

Mesure du tritium – L'exemple du lait

Biais lié à l'extraction d'eau

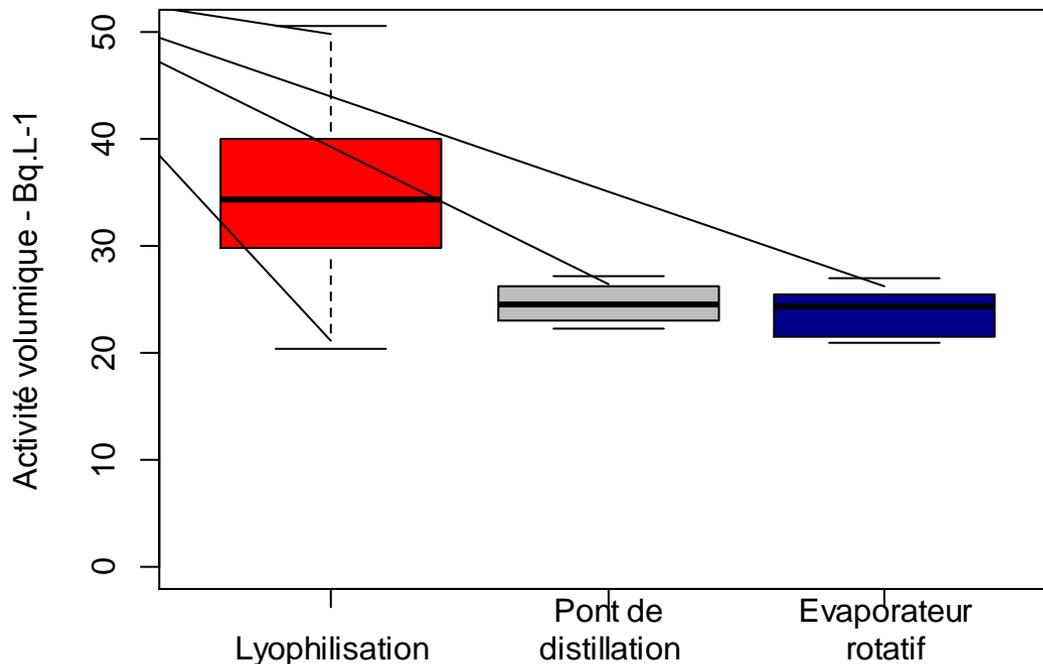
- Des différences significatives dans la mesure de l'eau extraite d'un même lait ont été observées
 - Cela impacte la mesure de l'HTO et du TOL !
- Plusieurs hypothèses sur l'origine de ces différences :
 - Volume traité ?



Pas de modification de la moyenne mais une augmentation de la dispersion avec la diminution de la masse de l'échantillon

Biais lié à l'extraction d'eau

- Mise en évidence de différences significatives dans la mesure de l'HTO extrait du lait
 - Cela influence la mesure de l'HTO et du TOL !
- Hypothèses sur l'origine de ces différences :
 - Technique de déshydratation ?



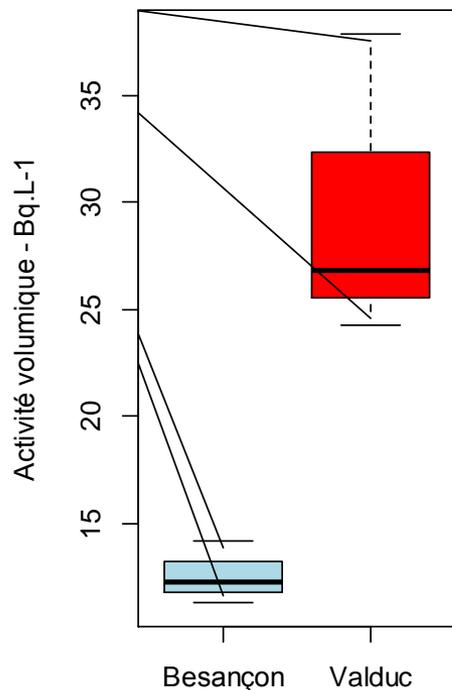
Conclusions de Tests de Wilcoxon :

- Différence significative entre distillation et lyophilisation (p-value << 0,05)
- Pas de différence significative entre distillation et rotavapor (p-value = 0,4637)

Mesure du tritium – L'exemple du lait

Biais lié à l'extraction d'eau

- Mise en évidence de différences significatives dans la mesure de l'HTO extrait du lait
 - Cela influence la mesure de l'HTO et du TOL !
- Hypothèses sur l'origine de ces différences :
 - Technique de déshydratation ?



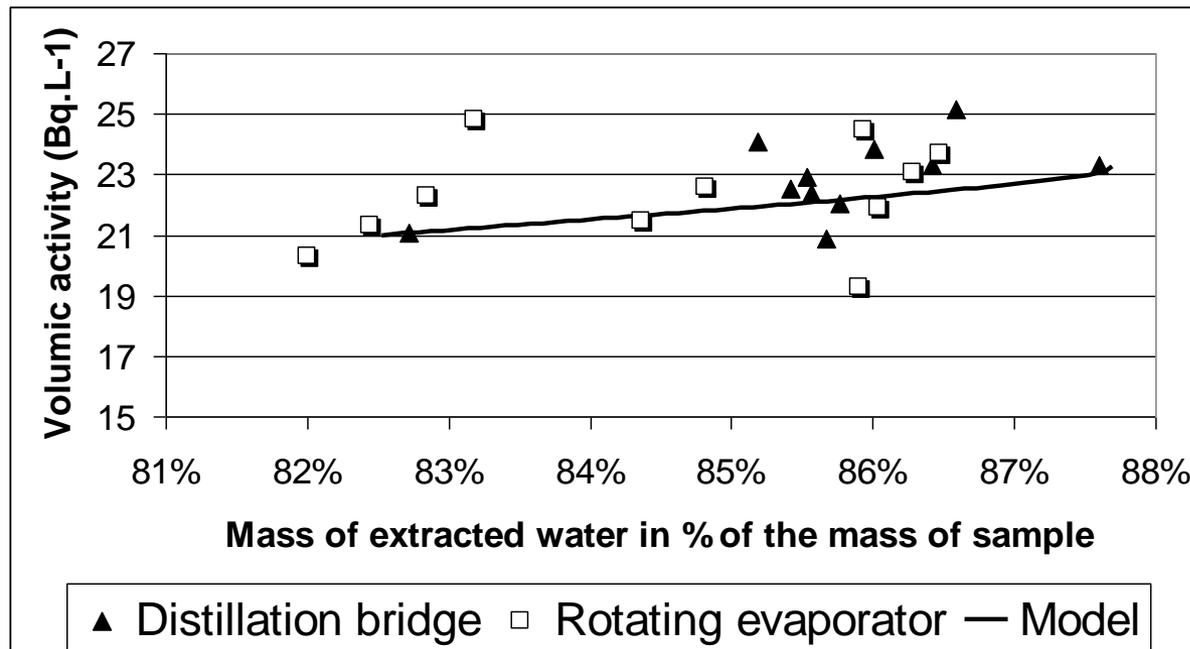
Surestimation de l'activité due à l'ambiance

- 3 possibilités de marquage de l'eau extraite par lyophilisation
 - Avant la lyophilisation par condensation de l'eau atmosphérique sur échantillon congelé ?
 - Pendant la lyophilisation : fuite du système avant le piège froid ?
 - Après la lyophilisation : condensation d'eau atmosphérique sur la glace condensée dans le piège froid ?
- Pas d'effet sur l'OBT mesuré sur Matière sèche

Mesure du tritium – L'exemple du lait

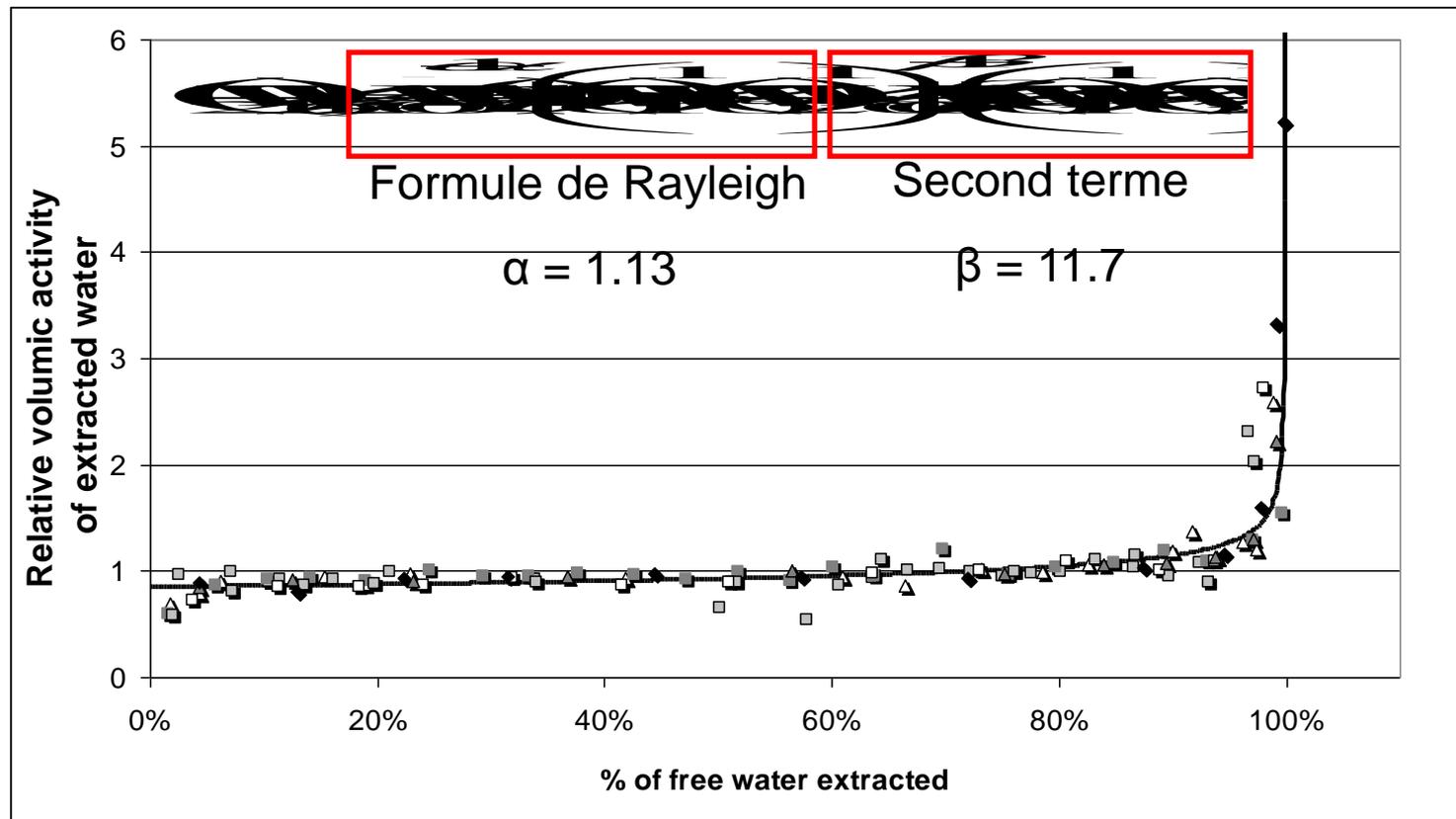
Biais lié à l'extraction d'eau

- Mise en évidence de différences significatives dans la mesure de l'HTO extrait du lait
 - Cela influence la mesure de l'HTO et du TOL !
- Hypothèses sur l'origine de ces différences :
 - Niveau de déshydratation ?



Biais lié à l'extraction d'eau

- Mise en évidence de différences significatives dans la mesure de l'HTO extrait du lait
 - Cela influence la mesure de l'HTO et du TOL !
- Hypothèses sur l'origine de ces différences :



Mesure du tritium – L'exemple du lait

Biais lié à l'extraction d'eau

- Mise en évidence de différences significatives dans la mesure de l'HTO extrait du lait
 - Cela influence la mesure de l'HTO et du TOL !

- Hypothèses sur l'origine de ces influences :
 - ✓ Volume traité
 - ✓ Technique
 - ✓ Niveau de déshydratation

HTO dans des matrices complexes

Le comportement de l'eau tritiée est-il homogène dans des solutions, émulsions ou suspensions ?

■ Expériences :

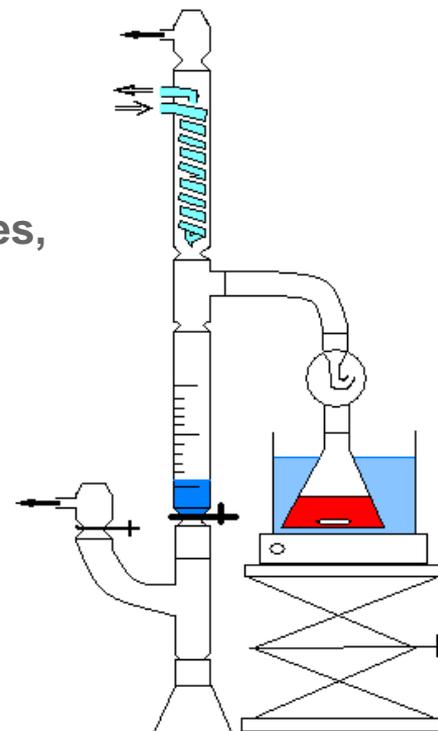
- Distillation fractionnée de lait, de crème, de sérum ainsi que de matrices modèles : solutions salées ou sucrées, suspensions d'amidon et de protéines

■ Résultats :

- Une discrimination isotopique systématique
- Une influence nette du soluté sur ce phénomène sans influence sensible de la concentration
- Aucune matrice modèle ne présente un comportement comparable au lait

■ Interprétations :

- Plusieurs compartiments d'eau coexistent dans une matrice :
 - L'eau libre, ayant un comportement identique dans toute matrice
 - L'eau liée, soit dans couches d'hydratation de molécules soit dans autres compartiments plus intimes (cas de certaines macromolécules, notamment les protéines, la cellulose et l'ADN)
- Ces compartiments ont des constantes de fractionnement isotopique différents, en fonction de leur hygroscopicité



Pour la métrologie du tritium environnemental :

■ Lyophilisation :

Des risques de marquage (+/-) de l'échantillon par l'eau atmosphérique

- Entre stockage et mise en place de l'échantillon dans l'appareil
- Lors de la lyophilisation (en cas de fuite)
- Après la lyophilisation, par condensation sur la glace condensée

Meilleure solution : réaliser ces étapes en ambiance sèche

Autre solution : augmenter la masse d'échantillon traité

■ Distillation :

Elle est moins sensible aux conditions environnementales...

... mais plus sensible aux phénomènes de discrimination isotopiques :

- En fonction des conditions expérimentales (pression et température)
- En fonction de la matrice
- En fonction de l'équipement utilisé (volume mort du réfrigérant)

Solution : Elle doit donc être conduite à 100 %

■ Impact sur les résultats : Biais induit peut atteindre 15 % !

(ordre de grandeur de l'incertitude de mesure par scintillation liquide pour faibles activités)

Merci de votre attention

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
Centre de Valduc | 21120 Is-sur-Tille
T. +33 (0)3 80 23 41 01 | F. +33 (0)3 80 23 52 09

Direction des applications militaires
Département de support technique et administratif
Service de protection contre les rayonnements

Etablissement public à caractère industriel et commercial | RCS Paris B 775 685 019

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



EXTRACTION DE L'EAU LIBRE D'UNE MATRICE ET MESURES DE L'ACTIVITÉ TRITIUM

**Pierre Le Goff^{1, 2}, Jean-Marie Duda¹,
Philippe Guétat³, Michel Fromm²**



1 : CEAVA/SPR/LMSE – Valduc 21120 IS-SUR-TILLE |
2 : UMR CNRS 6249 Chrono-Environnement/ LCPR-AC |
3 : CEA/HC |

www.cea.fr

