

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



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

**Pierre Le Goff<sup>1, 2</sup>, Jean-Marie Duda<sup>1</sup>,  
Philippe Guétat<sup>3</sup>, Michel Fromm<sup>2</sup>**



1 : CEAVA/SPR/LMSE – Valduc 21120 IS-SUR-TILLE |

2 : UMR CNRS 6249 Chrono-Environnement/ LCPR-AC |

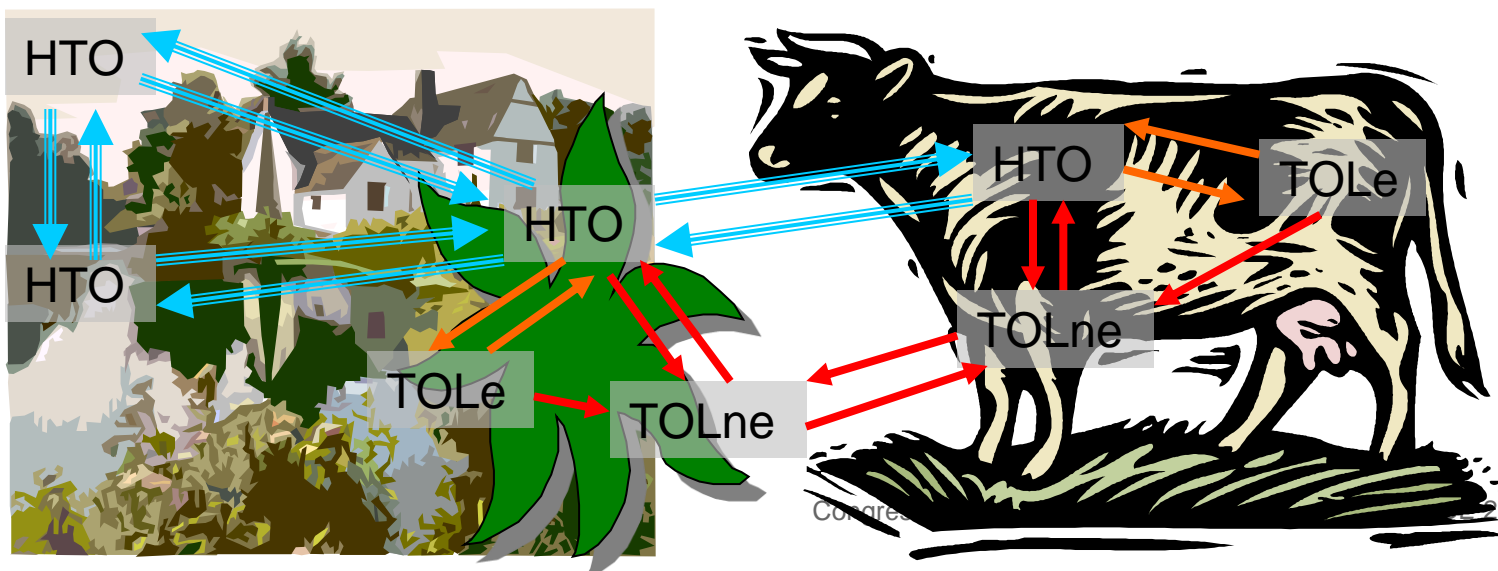
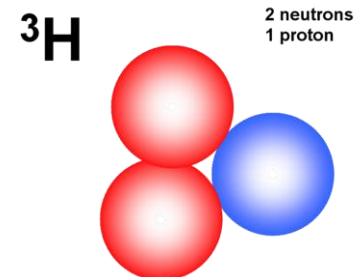
3 : CEA/HC |

[www.cea.fr](http://www.cea.fr)



# Le tritium dans le vivant - formes et transferts

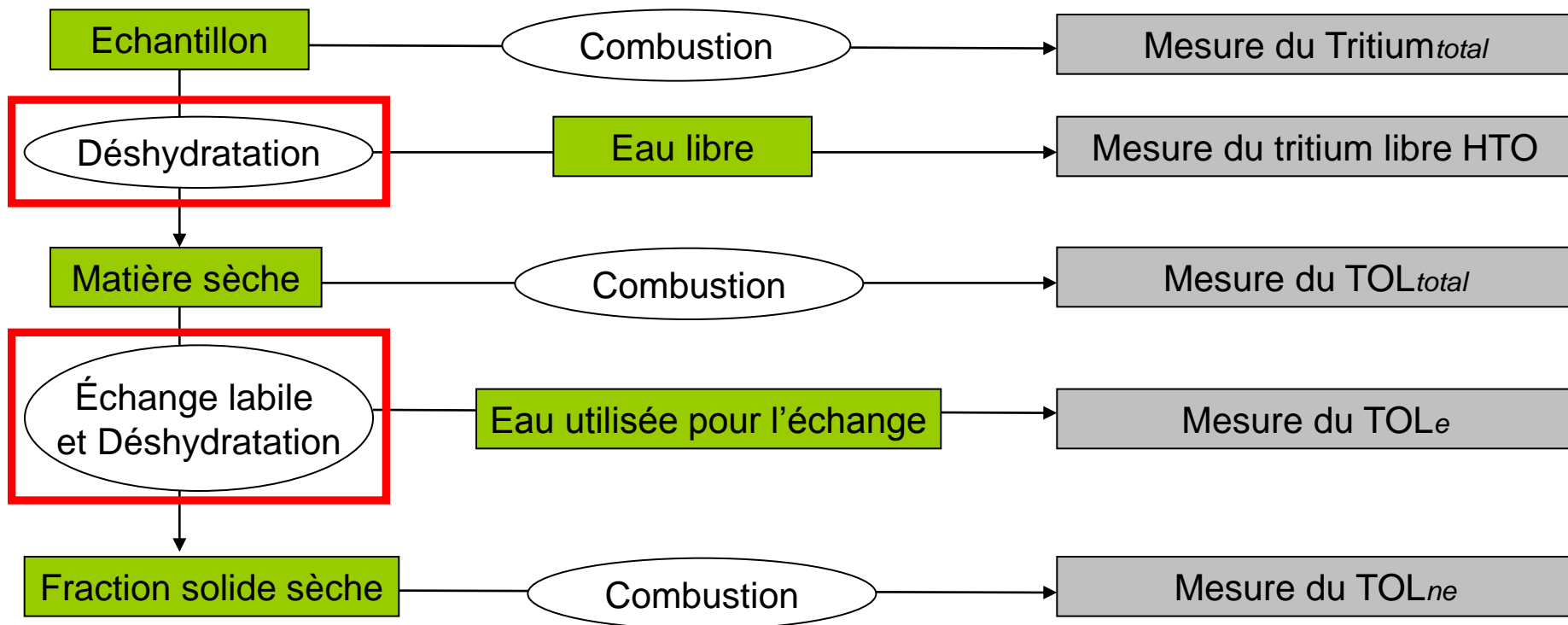
- Tritium est l'isotope radioactif de l'hydrogène
- On distingue 3 formes de tritium dans le vivant :
- Eau libre en équilibre isotopique avec l'eau que l'organisme absorbe
- TOLe en équilibre isotopique avec les autres H labiles de son voisinage immédiat
- TOLne est produit par le métabolisme ou ingéré



# 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.

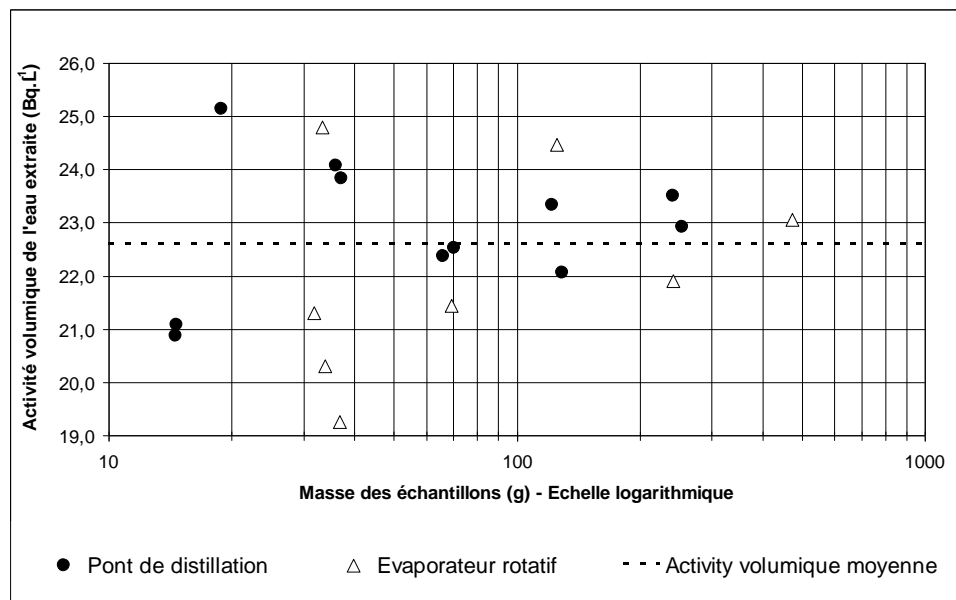


- Les extractions d'eau peuvent biaiser les mesures (vol. et activité).
- La méthode conventionnelle d'échange labile induit d'autres sources de biais.

# Mesure du tritium – L'exemple du lait

## Biais lié à l'extraction d'eau

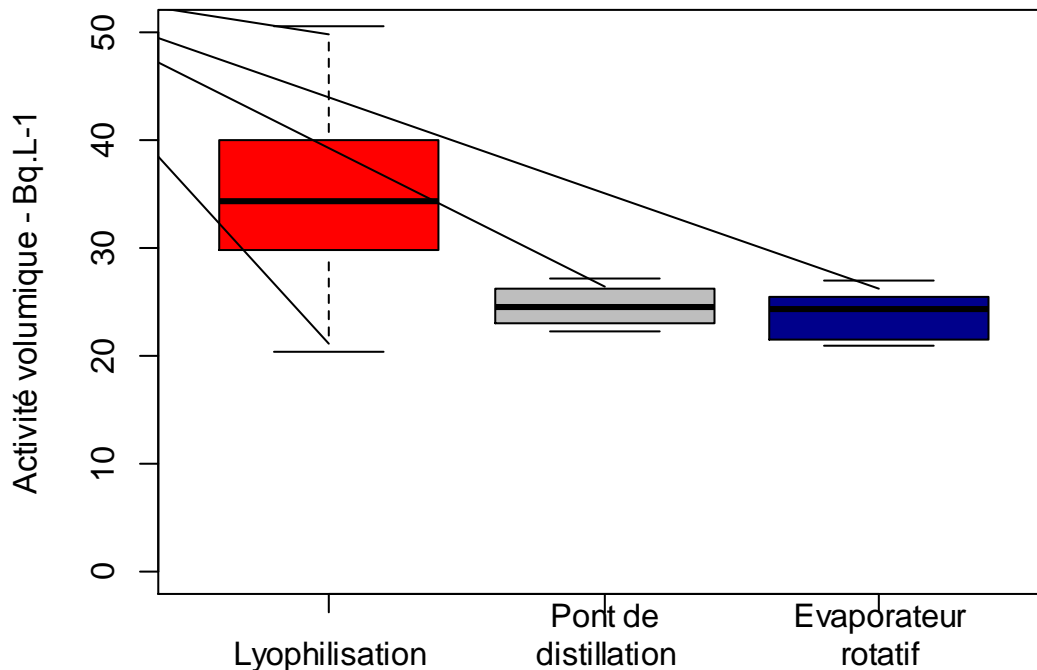
- Des différences significatives dans la mesure de l'eau extraite d'un même lait ont été observées
  - Cela impacte la mesure de l'HTO et du TOL !
- Plusieurs hypothèses sur l'origine de ces différences :
  - Volume traité ?



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 ?



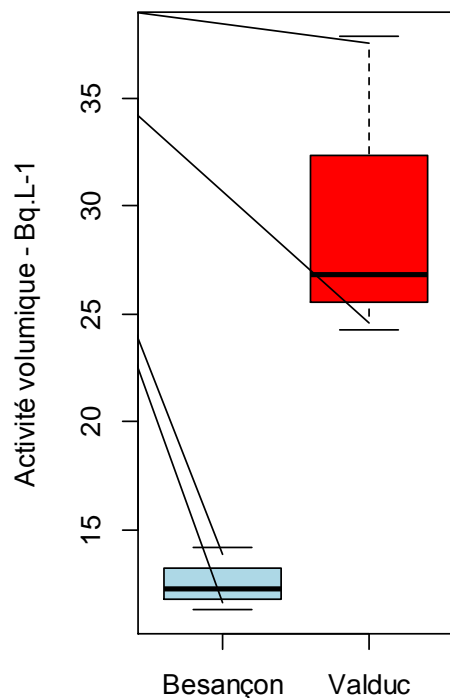
### Conclusions de Tests de Wilcoxon :

- 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 ?



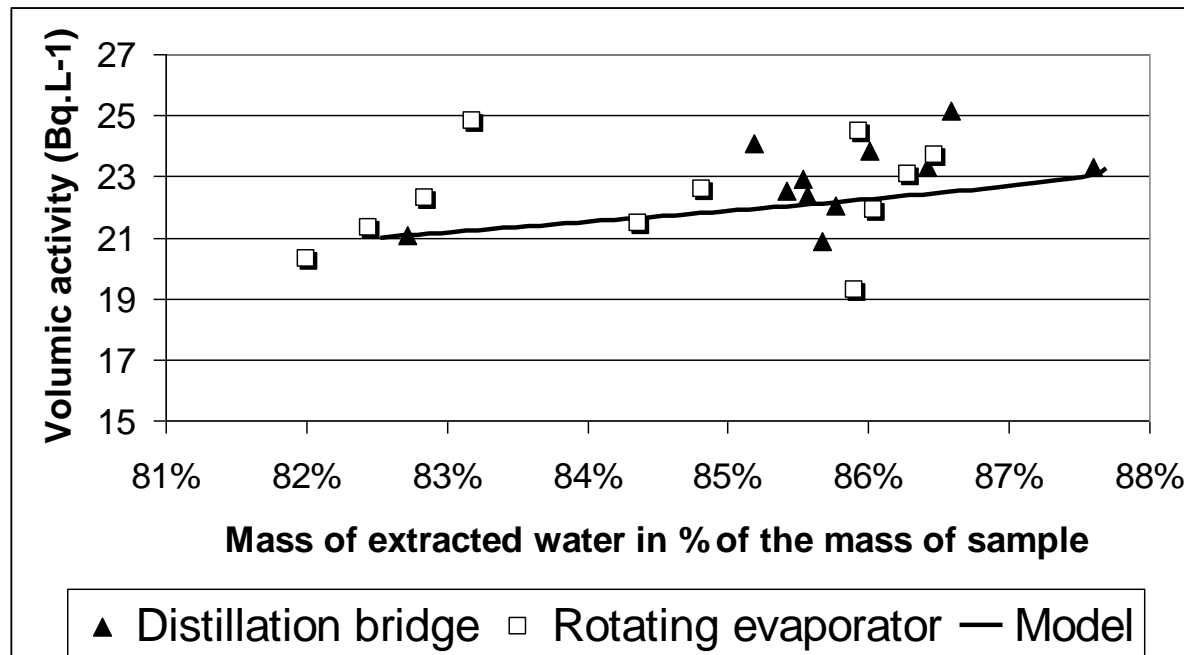
## Surestimation de l'activité due à l'ambiance

- 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

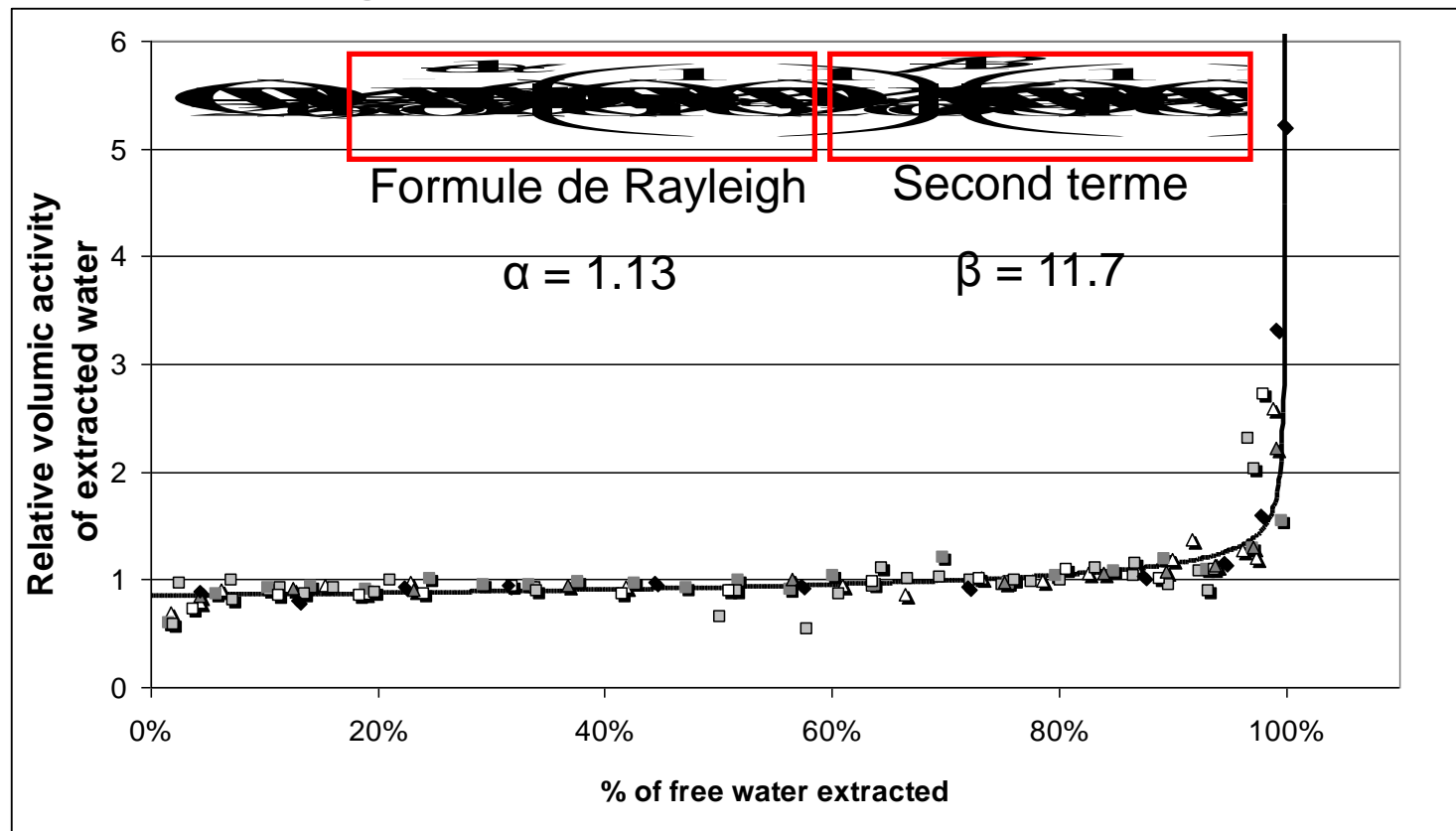
## Biais lié à l'extraction d'eau

- 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 :

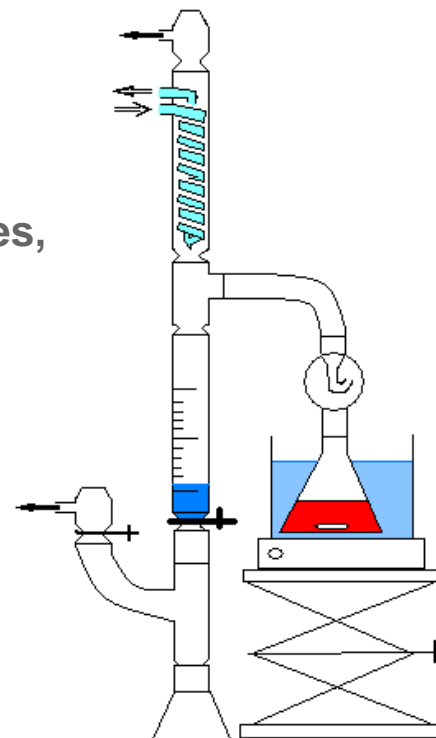
- Distillation fractionnée de lait, de crème, de sérum ainsi que de matrices modèles : solutions salées ou sucrées, suspensions d'amidon et de protéines

## ■ 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

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



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

**Pierre Le Goff<sup>1, 2</sup>, Jean-Marie Duda<sup>1</sup>,  
Philippe Guétat<sup>3</sup>, Michel Fromm<sup>2</sup>**



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

[www.cea.fr](http://www.cea.fr)

