

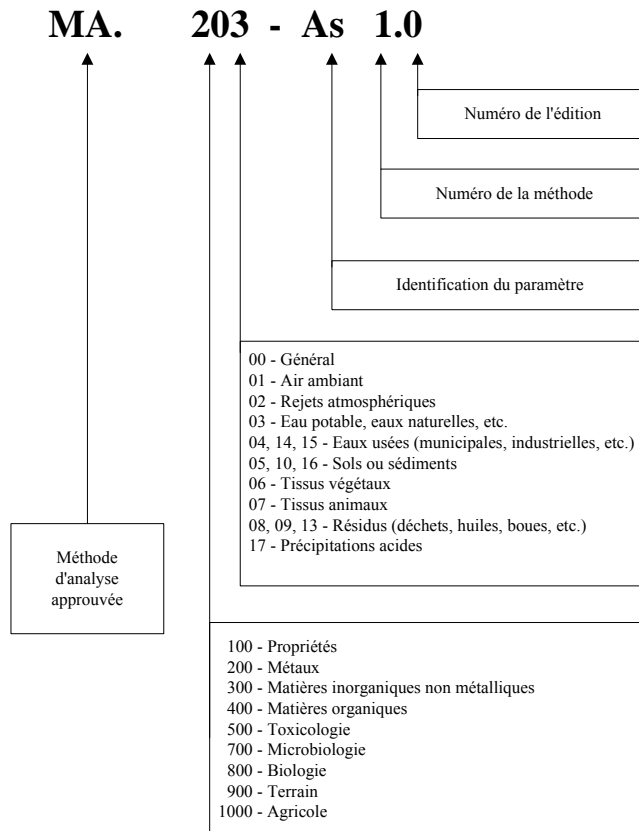
# Méthode d'analyse



## MA. 303 – Tritium 1.0

Détermination du tritium dans l'eau potable, l'eau de surface et les eaux souterraines : méthode par scintillation liquide

## Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

**CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.**  
*Détermination du tritium dans l'eau potable, l'eau de surface et les eaux souterraines : méthode par scintillation liquide, MA. 303 – Tritium 1.0, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2012, 8 p.*

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec  
2700, rue Einstein, bureau E.2.220  
Québec (Québec) G1P 3W8  
Téléphone : 418 643-1301  
Télécopieur : 418 528-1091  
Courriel : ceaeq@mddep.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2012

## TABLE DES MATIÈRES

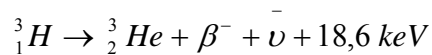
INTRODUCTION	4
1. DOMAINE D'APPLICATION	4
2. PRINCIPE ET THÉORIE	4
3. INTERFÉRENCE	5
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	5
5. APPAREILLAGE	5
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	5
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	6
7.1. Préparation spéciale de la verrerie	7
7.2. Préparation de l'échantillon	7
7.3. Dosage	7
8. CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	7
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	7
10. BIBLIOGRAPHIE	8

## INTRODUCTION

Le tritium est l'isotope radioactif de l'hydrogène avec une masse de 3; il est identifié par «  $^3\text{H}$  » ou « T ». Malgré le fait qu'il soit radioactif, le tritium possède les mêmes propriétés chimiques que l'hydrogène. On le trouve donc dans l'environnement principalement sous la forme d'eau tritiée (HTO).

Le tritium dans l'environnement provient de trois sources : la production naturelle dans la haute atmosphère; les résidus dans l'atmosphère produits par les essais nucléaires; les centrales nucléaires et les centres de retraitement du combustible. La production annuelle d'origine naturelle est estimée à 7,16 Bq. La concentration naturelle dans les eaux de surface est estimée à entre 0,1 et 0,9 Bq/l. Au Québec, le tritium fait partie des éléments radioactifs assujettis au Règlement sur la qualité de l'eau potable, et sa limite est de 7 000 Bq/l.

Le tritium a une demi-vie de 12,35 ans et se désintègre en hélium stable par l'émission d'une particule  $\beta^-$  et d'un antineutrino ( $\bar{\nu}$ ) avec une énergie maximale de 18,6 keV et une énergie moyenne de 5,9 keV.



## 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination du tritium dans l'eau potable et les eaux naturelles.

Le domaine d'application de cette méthode est de 6 Bq/l à 10 000 Bq/l. Ce domaine peut être étendu en effectuant les dilutions appropriées.

## 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Une particule  $\beta^-$  est un électron émis lors de la désintégration du noyau d'un radionucléide. Cette désintégration est causée par un excès de neutrons dans le noyau. La particule  $\beta^-$  est produite par la transformation d'un neutron en proton. Dans le cas du tritium, l'électron émis a une énergie maximale de 18,6 keV et une énergie moyenne de 5,9 keV. Ce type de désintégration est mesuré par comptage à scintillation liquide.

Le scintillateur liquide utilisé pour l'analyse est un mélange d'un solvant composé de molécules aromatiques et de molécules scintillantes. L'énergie de la particule radioactive est en premier lieu absorbée par les molécules du solvant qui deviendront excitées. Lors de leur relaxation, l'énergie sera transmise à des molécules scintillantes qui perdront rapidement l'énergie absorbée par un mécanisme de fluorescence. L'énergie sera ainsi libérée sous la forme d'un flash lumineux, dont les longueurs d'onde varieront entre 375 et 430 nm.

Le compteur à scintillation liquide mesure le nombre et l'énergie de ces flashes lumineux durant un temps prédéterminé. Plus le temps de comptage sera long, plus la probabilité de détecter des

désintégrations sera élevée et plus la mesure sera précise. On peut donc adapter le temps de comptage à la limite de détection désirée.

### **3. INTERFÉRENCE**

En scintillation liquide, les différents composés présents dans la matrice de l'échantillon peuvent absorber l'énergie de la désintégration et ainsi empêcher sa détection par l'instrument. Ce phénomène se nomme extinction (*quenching*).

Pour le tritium, la présence de carbone-14 peut aussi interférer.

### **4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif d'eau dans un contenant de plastique ou de verre. Aucun conservatif n'est requis. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

### **5. APPAREILLAGE**

Les marques de commerce apparaissant ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1. Compteur à scintillation liquide, modèle Tri-Carb 3180 TR/SL, Perkin Elmer
- 5.2. Flacon à scintillation de 20 ml
- 5.3. Seringues jetables Luer-Lock
- 5.4. Filtres à seringues jetables de porosité 0,45 µm
- 5.5. Balance

### **6. RÉACTIFS ET ÉTALONS**

L'eau utilisée pour la préparation des solutions étalons est de l'eau déminéralisée ultrapure.

- 6.1. Scintillateur liquide
- 6.2. Solution certifiée de tritium

La concentration de la solution certifiée doit être corrigée en fonction de sa demi-vie à chaque utilisation selon l'équation suivante :

$$A = A_0 e^{-\lambda t}$$

où :

- A : activité;
- $A_0$  : activité initiale;
- $\lambda$  : constante de décroissance ( $^3\text{H}$  : 0,0563 ans);
- t : temps de décroissance.

### 6.3. Solution intermédiaire de 100 000 Bq/l

La préparation suivante est à titre indicative et doit être ajustée en fonction de la décroissance de la solution certifiée.

Peser une fiole jaugée vide de 500 ml. Ajouter 13,106 ml de la solution certifiée de  $3,826 \times 10^6$  Bq/l et noter la masse. Compléter à 500 ml et noter la masse.

La concentration est calculée à partir de l'équation suivante :

$$C = \frac{I x (F_I - F_0)}{(F_f - F_0)}$$

où :

- C : concentration (Bq/l);
- I : concentration de la solution intermédiaire (Bq/l);
- $F_0$  : masse de la fiole vide (g);
- $F_I$  : masse de la fiole avec une solution intermédiaire (g);
- $F_f$  : masse de la fiole jaugée (g).

Cette solution peut être conservée 1 an.

### 6.4. Solutions étalons de 0, 100, 1 000 et 10 000 Bq/l

Dans des fioles jaugées de 250 ml, peser respectivement 0, 0,25, 2,5 et 25 ml de la solution intermédiaire et compléter à 250 ml. Noter les masses pesées et calculer les concentrations tel que décrit au point 6.3.

Les solutions étalons peuvent être conservées 6 mois.

## 7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

### 7.1. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucune préparation particulière n'est requise.

### 7.2. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

- Filtrer l'échantillon avec une seringue et un filtre à seringue de 0,45 µm.

### 7.3. DOSAGE

Procéder ainsi pour tous les étalons, les échantillons et les échantillons de contrôle prévus dans la séquence d'analyse.

- Transférer 10 ml de l'échantillon dans un flacon à scintillation de 20 ml.
- Ajouter 10 ml de liquide scintillateur.
- Fermer le flacon à scintillation et agiter.
- Placer le flacon dans le support à échantillon en s'assurant que l'identificateur de la méthode choisie est en place et qu'il est fonctionnel.
- Choisir la méthode de comptage en fonction de la limite de détection désirée.
- Démarrer la méthode de comptage.

## 8. CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont calculés à partir d'une courbe d'étalonnage et les résultats sont exprimés en Bq/l.

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les critères d'acceptabilité sont appliqués comme suit :

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de la moyenne $\pm 2$ écarts types. Une vérification du processus est amorcée lorsque le résultat est compris entre $\pm 2$ et $\pm 3$ écarts types.
Duplicatas et répliqués	Le pourcentage de la différence entre le résultat parent et le duplicata (ou répliqué) divisé par le résultat moyen doit être inférieur à 10 %.
Blanc	La valeur du blanc ne doit pas dépasser la limite de détection.
Ajouts dosés	Le pourcentage de récupération doit être entre 80 % et 120 %.

Courbe d'étalonnage	La courbe d'étalonnage est considérée comme étant linéaire et est acceptée si son coefficient de corrélation (r) est supérieur à 0,995.
---------------------	---

Les chimistes peuvent valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

## 10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01\\_lignes\\_dir\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf)]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC\\_protocole\\_val\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf)]

L'ANNUNZIATA, MICHAEL F. *Handbook of radioactivity analysis*, Academic Press, second edition, 2003.

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS DU QUÉBEC. *Règlement sur la qualité de l'eau potable, dans le site* [http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=/Q\\_2/Q2R40.htm](http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=/Q_2/Q2R40.htm).