

Thierry Buchillier, Claude Bailat IRA

Sybille Estier, OFSP

# Intercomparaison tritium dans l'eau 2016 - 2017 RESULTATS

# Introduction

- Intercomparaison URA / IRA  
mesure du tritium dans l'eau
- Scintillation liquide
- Décembre 2016 - février 2017
- 10 laboratoires

Laboratoires		
Labor Spiez	hepia Genève	EAWAG
KL Basel	CERN HSE	KKL
suva	OFSP / URA	PSI
IRA		

# Mesure du tritium par LSC

- Méthode
  - Distillation pour éliminer les autres radionucléides et les agents de quench
  - Mélange au scintillateur liquide (par ex. 10 ml eau + 10 ml scintillateur)
  - Comptage avec compteur à scintillation liquide



# Mesure du tritium par LSC

- Concentration du tritium :

$$C = \frac{R_{\text{échant}} - R_{\text{BLANC}}}{\varepsilon \cdot V} + C_{\text{BLANC}}$$

- R = taux de comptage
- $\varepsilon$  = efficacité de détection
- V = volume
- $C_{\text{BLANC}}$  = concentration du blanc

# Mesure du tritium par MS

- EAWAG : spectrométrie de masse
  - Prélèvement dans récipients spéciaux en Cu
  - Extraction des gaz nobles dissous
  - Croissance  $^3\text{H} \rightarrow ^3\text{He}$  (quelques mois !)
  - Mesure de  $^3\text{He}$  par spectrométrie de masse

# Objectifs

- Bas niveau d'activité (quelques Bq/l)
- Test de la mesure du tritium
  - échantillons d'eau tritiée HTO
    - Mesure (directe)
- Test de l'analyse complète
  - échantillon réel de l'environnement (+HTO)
    - Préparation
    - Mesure

# Objectifs

- Utilisation d'un *blanc correct* (sans tritium!)
- Evaluation de l'*incertitude* du résultat
- Evaluation de la *limite de détection*

# Echantillons

- No 1 : **HTO**, quelques Bq/l
- No 2 : **HTO**, 10-50 Bq/l
- No 3 : **eau de l'environnement**, 10-50 Bq/l
  
- Niveau de l'environnement normal
  - Eau de surface : environ 1 Bq/l

# Origine des échantillons

- Echantillons No 1 et 2
  - Solde de l'intercomparaison IARMA 2015
  - Eau très profonde + HTO certifié (NIST)
  - Repris tels quels pour cette intercomparaison
  - Pas nécessaire de distiller

# Origine des échantillons

- Echantillon No 3
  - Eau d'arrosage qui a circulé dans une carotte de sol étudié à l'IRA
  - Filtrée à 60  $\mu\text{m}$  Micropore
  - 10 à 15 ppm de matière organique dissoute



# Valeurs de référence

- Activité de référence

Echant. no	Concentration (Bq/litre)	Incertitude (%)	Référence
1	6.76	3.8	IARMA 2015
2	16.6	6.6	IARMA 2015
3	29.3	7.6	IRA - METAS

Date de reference : 31.01.2017



Référence: IARMA ETRIT-PT-2015

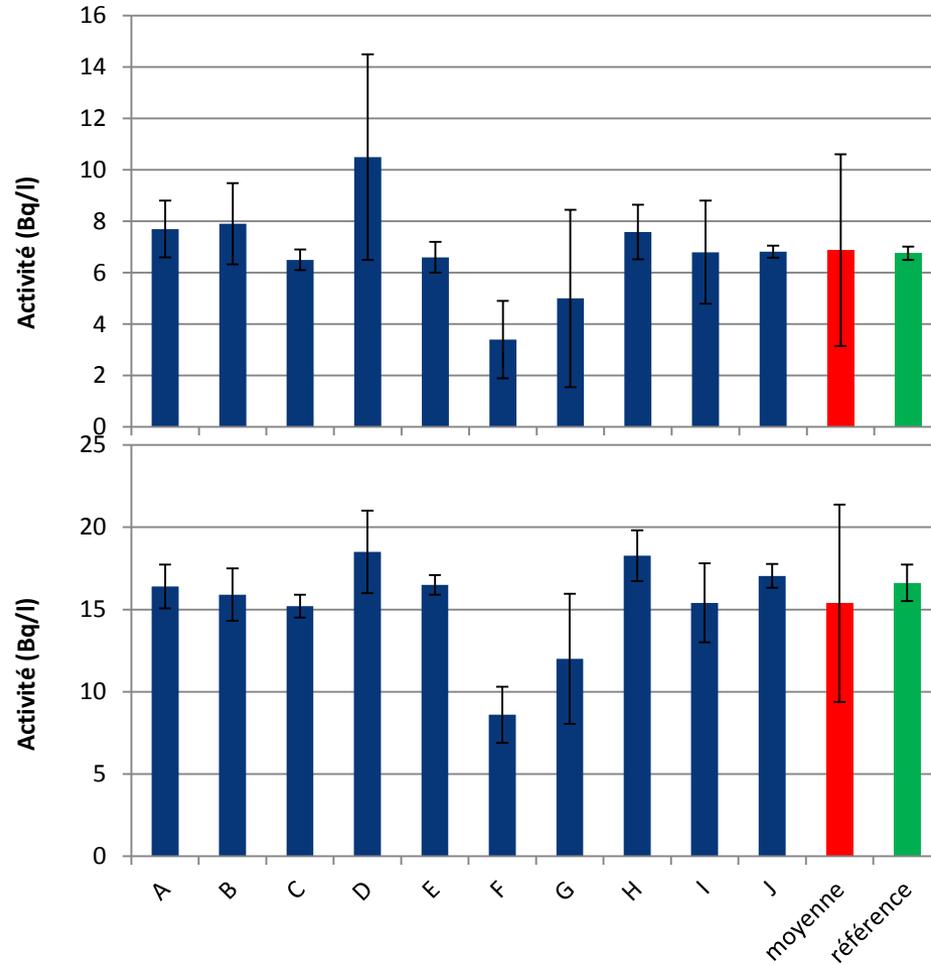
# Résultats

**No 1**

6.8 Bq/l

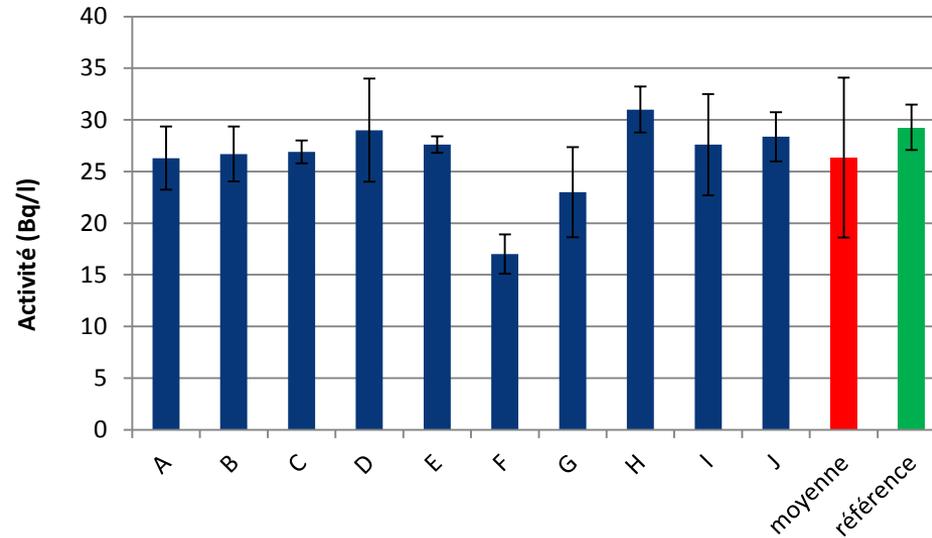
**No 2**

15 Bq/l



# Résultats

**No 3**  
26 Bq/l



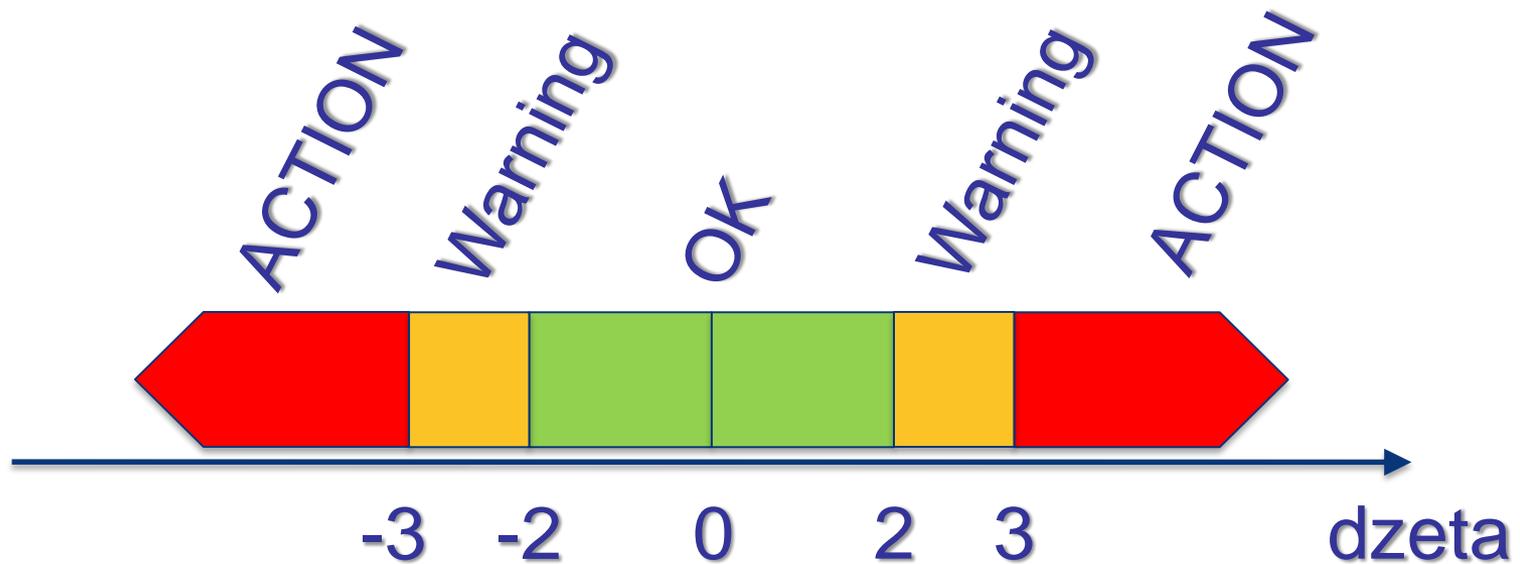
# Résultats

- Critères d'analyse des résultats
  - Rapport :  $R = \text{mesuré}/\text{référence}$

- Valeur dzeta : 
$$\zeta = \frac{A_{mes} - A_{ref}}{\sqrt{u_{mes}^2 + u_{ref}^2}}$$

# Résultats

- Interprétation de la valeur dzeta



# Résultats

- Rapports et valeurs dzeta

	Echantillon no 1		Echantillon no 2		Echantillon no 3	
Labo	R	dzeta	R	dzeta	R	dzeta
A	1.14	1.7	0.99	-0.3	0.90	-1.56
B	1.17	1.4	0.96	-0.7	0.91	-1.5
C	0.96	-1.2	0.92	-2.2	0.92	-1.9
D	1.55	1.9	1.11	1.4	0.99	-0.1
E	0.98	-0.5	0.99	-0.2	0.94	-1.4
F	0.50	-4.4	0.52	-7.9	0.58	-8.4
F corrigé	1.35	1.4	1.14	1.2	0.99	-0.1
G	0.74	-1.0	0.72	-2.3	0.79	-2.6
H	1.12	1.5	1.10	1.7	1.06	1.1
I	1.01	0.04	0.93	-0.9	0.94	-0.62
J	1.01	0.3	1.03	0.7	0.97	-0.56
Moyenne*	1.10		0.99		0.94	
Référence	1.00		1.00		1.00	

\* Moyenne avec F corrigé

# Conclusions

- Commentaires
  - La plupart des mesures sont **bonnes**
  - Certains participants ne font pas les bas niveaux
  - 3 résultats avec **avertissement**
    - sous-estimation des incertitudes, blanc inadéquat
  - 3 résultats avec **action corrective** (même labo)
    - erreur découverte : correction de décroissance non-documentée dans le compteur

# Conclusions

- La **spectrométrie de masse** confirme bien les mesures par **scintillation liquide**