

LISTE DES ABREVEATIONS

AIEA	: Agence Internationale de l'Energie Atomique
BF	: Bruit de fond
CNESTEN	: Centre National de l'Energie, des Sciences et Techniques Nucléaires
COFRAC	: Comité Français d'Accréditation
CPM	: Coup Par Minute
DSNR	: Division de la Sureté Nucléaire et Radioprotection
DW	: Dead Water (eau morte)
INSTN	: Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires
ISO	: International for Standarization Organization
LLD	: Lower Level of Detection (Limite de Détection)
LSC (CSL)	: Liquid Scintillation Counting (Compteur à Scintillation Liquide)
LSRN	: Loi sur la sûreté et la réglementation nucléaires
MAQ	: Manuel Assurance Qualité
MDA	: Minimal Detectable Activity (Activité Minimale Détectable)
OMM	: Organisation Météorologique Mondiale
pH	: Potentiel d'hydrogène
PS	: Procédure Système
PT	: Procédure de Travail
RAQ	: Responsable Assurance Qualité
SPK	: Spike
SQ	: Système Qualité
STD	: Standard (en français : Etalon)
TQC	: Total Quality Control

LISTE DES FIGURES

Figure 1: La roue de DEMING.....	6
Figure 2: Les échelons documentaires du système qualité	7
Figure 3: Le cycle d'accréditation	14
Figure 4: Dessin schématique d'un compteur a scintillation (liquide), partie détection du SSL.	18
Figure 5: Le diagramme de Poisson (cause à effet) montrant les différents paramètres dans la formule 3	24
Figure 6: Matériels de distillation	39
Figure 7: Cellules d'enrichissement électrolytique.....	40
Figure 8: Matériels d'enrichissement électrolytique.....	41
Figure 9: Matériels de neutralisation.....	42
Figure 10: compteur à scintillation liquide	43
Figure 11: Matériels d'entretien.....	45
Figure 12: schéma du déroulement de l'analyse (traçabilité des mesurages)	50
Figure 13: variation de bruit de fond.....	71
Figure 14: variation de facteur d'enrichissement.....	72
Figure 15: variation de l'activité du «spike»	73

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1: Les différents paramètres influençant sur le calcul de l'activité du tritium dans

l'échantillon à analyser 22

Tableau 2: Energie des régions pour chaque nucléide 33

Tableau 3: Résultat de la distillation initiale 63

Tableau 4: Emplacement des échantillons dans les cellules 64

Tableau 5: Emplacement des échantillons dans les cellules 65

Tableau 6: Fonctionnement de l'appareil pendant l'enrichissement électrolytique 66

Tableau 7: pH des échantillons après la neutralisation 67

Tableau 8: Emplacement des flacons dans l'appareil pour comptage 68

Tableau 9: Résultats des taux de comptage des échantillons 69

Tableau 10: Résultats finaux d'analyses des échantillons 70

Tableau 11: Comparaison entre la valeur maximale de $N-N_i$ pour chaque comptage avec la valeur
de $2.8 \cdot u_x$ 77

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENT

LISTE DES ABREVEATIONS

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

INTRODUCTION 1

PARTIE THEORIQUE

Chapitre I : NOTION D'ASSURANCE QUALITE D'UN LABORATOIRE [1]..... 4

1.1. Quelques définitions 4

1.2. Evolution du concept qualité..... 4

1.3. Le principe du système qualité..... 6

1.3.1. Définition..... 6

1.3.2. Principe..... 6

1.3.3. Les quatre principes clés selon DEMING 6

1.4. Les strates documentaires..... 7

1.4.1. L'assurance qualité manuelle 8

1.4.2. Les procédures..... 8

1.4.2.1. But 9

1.4.2.2. Domaine d'application 9

1.4.2.3. Définitions 9

1.4.2.4. Responsabilités 9

1.4.2.5 Mode opératoire..... 9

1.4.2.6. Enregistrement relatif à la qualité..... 9

1.4.2.7. Références 10

1.4.2.8. Annexes	10
1.4.3. Les modes opératoires	10
1.4.4. Enregistrements	10
1.5. La démarche qualité	11
1.5.1. Phase de lancement.....	11
1.5.2. Phase de préparation à la mise à niveau	11
1.5.3. Phase de préparation à l'accréditation (ou certification)	11
1.6. La qualité au laboratoire : la norme ISO/CEI 17025	12
1.6.1. Analyses comparatives entre ISO/CEI 17025 et ISO 9000	12
1.6.2. Les documents de références.....	12
1.7. Les outils d'amélioration.....	12
1.7.1. L'audit.....	12
1.7.1.1. Quelques différences importantes	12
1.7.1.2. Les audits qualité.....	13
1.7.2. La revue de direction	14
Chapitre II : METHODE DE DETERMINATION DU TRITIUM DANS L'EAU PAR	
ENRICHISSEMENT ELECTROLYTIQUE ET PAR LSC.....	16
2.1. Technique de mesure de la concentration du tritium dans l'eau [2].....	16
2.2. Principe de l'enrichissement électrolytique du tritium	16
2.2.1. Purification de l'eau	16
2.2.2. Enrichissement en tritium [2]	17
2.2.3. Comptage par scintillation liquide [3]	18
2.3. Méthode de calcul de l'activité du tritium [4]	19
2.3.1. Nécessité de l'électrolyse	19
2.3.2. Facteur d'enrichissement Z	20
2.3.3. Activité du tritium	20
2.4. Calcul des incertitudes	21
2.4.1. Les différentes sources d'incertitudes	21

2.4.2. Méthodes d'évaluation des incertitudes [4].....	24
2.4.2.1. Distillation des échantillons	24
2.4.2.2. Pesage des cellules et échantillons d'eaux distillées avant l'électrolyse	24
2.4.2.3. Electrolyse des échantillons	25
2.4.2.4. Distillation finale des échantillons et neutralisation.....	25
2.4.2.5. Préparation de mélange scintillant.....	25
2.4.2.6. Mesure de la radioactivité	25
2.4.2.7. Incertitude du paramètre d'enrichissement P	26
2.4.2.8. Incertitude du facteur d'enrichissement du tritium Z_I	27
2.4.2.9. Facteur de décroissance radioactive D	27
2.4.2.10. Incertitude de l'activité du tritium pour un standard A_{ST} utilisé.....	27
2.4.2.11. Incertitude standard combiné	27
2.5. Protocole pour la validation des résultats.....	28
2.5.1. Temps de comptage.....	28
2.5.2. Limite de détection [5]	28
2.5.3. Activité minimale détectable.....	29
2.5.4. Conditions optimales de comptage.....	29
2.5.5. Limite de quantification	29
2.5.6. Exactitude.....	29
2.5.7. Précision	30
Chapitre III : ASSURANCE QUALITE D'UN LABORATOIRE DE TRITIUM	31
3.1. Programmes d'assurance qualité d'un laboratoire de tritium	31
3.2. Qualités exigées d'un laboratoire d'analyse du tritium	31
3.2.1. Qualité de l'environnement	32
3.2.1.1. A l'intérieur du laboratoire.....	32
3.2.1.2. A l'extérieur du laboratoire	32
3.2.2. Qualité de l'équipement	32
3.2.2.1. Système de distillation et de neutralisation	32
3.2.2.2. Système du pesage.....	32
3.2.2.3. Système d'électrolyse.....	32
3.2.3. Qualité de la préparation de l'échantillon.....	33

3.2.3.1. Distillation	33
3.2.3.2. Electrolyse	33
3.2.3.3. Neutralisation	33
3.2.3.4. Caractéristiques de l'eau morte	34
3.2.4. Qualités des mesures	34

PARTIE EXPERIMENTALE

Chapitre I : GENERALITE SUR LE LABORATOIRE D'HYDROLOGIE ISOTOPIQUE DE L'INSTN.....	36
1.1. Historique du laboratoire d'hydrologie isotopique à l'INSTN.....	36
1.1.1. Evolution historique de l'INSTN	36
1.1.2. Objectifs du laboratoire de tritium à l'INSTN.....	37
1.2. Description technique du laboratoire.....	37
1.2.1. Salle d'enrichissement.....	37
1.2.2. Salle de mesure.....	38
1.3. Description des appareils et matériels utilisés pour l'enrichissement électrolytique .	38
1.3.1. Distillation	38
1.3.1.1. Matériels de distillation	38
1.3.1.2. Produits de distillation	39
1.3.2. Electrolyse	39
1.3.2.1. Matériels d'enrichissement électrolytique.....	39
1.3.2.2. Produits pour l'électrolyse.....	41
1.3.3. Neutralisation	41
1.3.3.1. Matériels de neutralisation	41
1.3.3.2. Produits nécessaires pour la neutralisation.....	42
1.4. Description du compteur à scintillateur liquide utilisé	42
1.4.1. Description	42
1.4.2. Principe de fonctionnement.....	44
1.4.3. Evaluation du bruit de fond dans le laboratoire.....	44
1.5. Description des appareils et matériels d'équipements pour l'entretien et la sécurité	45

1.5.1. Description des matériels pour entretien des équipements.....	45
1.5.2. Description des matériels pour entretien de la salle	46
1.5.3. Description des matériels pour la sécurité.....	46
Chapitre II : APPLICATION DE L'ASSURANCE QUALITE AU LABORATOIRE	
D'ANALYSE DE TRITIUM DE L'INSTN.....	47
2.1. Procédures	47
2.1.1. But	47
2.1.2. Domaines d'application.....	47
2.1.3. Responsabilités	47
2.1.4. Définitions	48
2.1.5. Mode opératoire	49
2.1.5.1. Distillation	50
2.1.5.2. Electrolyse	51
2.1.5.3. Neutralisation	53
2.1.5.4. Comptage à scintillation liquide.....	54
2.1.6. Enregistrements relatifs à la qualité	55
2.1.6.1. Réception des échantillons	56
2.1.6.2. Distillation	56
2.1.6.3. Enrichissement électrolyse	57
2.1.6.4. Neutralisation (distillation finale).....	58
2.1.6.5. Comptage par scintillation liquide.....	58
2.1.7. Références	59
2.1.8. Annexes	59
2.2. Contrôle qualité des analyses	60
2.2.1. Distillation	60
2.2.2. Enrichissement électrolytique	60
2.2.3. Neutralisation	61
2.2.4. Comptage à scintillation liquide.....	61
CHAPITRE III : EXPLOITATION DES RESULTATS ET INTERPRETATIONS.....	
3.1. Résultats des analyses.....	62

3.1.1. Réception des échantillons.....	62
3.1.2. Enrichissement électrolytique.....	62
3.1.2.1. Distillation.....	62
3.1.2.2. Electrolyse.....	64
3.1.2.3. Neutralisation.....	67
3.1.3. Comptage par scintillation liquide.....	68
3.2. Contrôle des qualités de résultats	70
3.2.1. Résultat du contrôle d'humidité atmosphérique.....	70
3.2.2. Résultat du contrôle de contamination	71
3.2.3. Résultat du blanc laboratoire.....	71
3.2.4. Résultat du contrôle de fonctionnement des cellules électrolytiques	71
3.2.5. Résultat du fonctionnement de l'appareil de comptage LSC	72
3.3. Interprétation des résultats	73
3.3.1. Distillation.....	73
3.3.2. Electrolyse.....	74
3.3.3. Neutralisation	75
3.3.4. Comptage à scintillation liquide.....	75
3.4. Validation des résultats des analyses.....	76
CONCLUSION.....	78
BIBLIOGRAPHIE.....	80
ANNEXES.....	82

INTRODUCTION

L'isotope est un atome d'un même élément mais avec de nombre de neutrons différent dans le noyau. Les isotopes d'un élément ont des masses isotopiques voisines. Ils ont presque tout à fait les mêmes propriétés chimiques, mais ont des propriétés physiques différentes. On distingue deux sortes d'isotopes, l'isotope stable et radioactif (instable).

Le tritium est un isotope radioactif de masse atomique $Z=3$ de l'atome d'hydrogène, émettant de rayonnement bêta avec une période ou demi-vie de 12ans environ. Il est naturellement produit par des rayonnements cosmiques avec les composants atmosphériques. Environ 99% du tritium ainsi produit se transforme en eau tritiée et s'intègre au cycle normale de l'eau (pluie, cours d'eau, océan, évaporation, etc.).

Le tritium 3est un des contaminants globaux les plus importants, produit non seulement par les essais de bombes nucléaires, mais sa quantité augmente toujours par l'utilisation des réacteurs de fission et les carburants nucléaires. On l'a établi que l'information hydrologique et météorologique utile peut être obtenue en mesurant la teneur normale en tritium des précipitations, de l'eau de surface et des eaux souterraines. En fait, la contamination de tritium de l'environnement peut être employée comme traceur dans l'investigation hydrologique ou dans la détermination de l'âge des eaux souterraines.

Des analyses courantes de tritium dans des échantillons d'eaux pour des études hydrogéologiques et hydrologiques sont habituellement exécutées par spectrométrie à scintillation liquide. Actuellement, un certain degré d'enrichissement est essentiel pour obtenir un taux de comptage net proportionné pour la plupart d'échantillon d'eau. L'électrolyse est généralement employée pour le processus d'enrichissement.

Les techniques d'isotopes fournissent des informations de valeurs estimables sur les sources, le mouvement et la pollution des eaux souterraines dans différents environnements, y compris les fleuves et les lacs. Elles sont particulièrement efficaces dans l'exploration et l'utilisation raisonnable des eaux souterraines.

La pénurie et la dégradation de l'eau accroissent des soucis pour certains pays du monde entier. Ceci a amené le programme mondial pour le développement à investir sur le développement et la gestion des ressources en eau.

Désormais, l'Etat Malgache a financé les projets qui s'orientent vers l'alimentation en eau potable des milieux ruraux. L'analyse du tritium dans ces échantillons d'eau prélevés dans les forages et puits, permet d'apporter des informations sur l'hydrodynamisme des eaux souterraines. Ces analyses sont possibles au laboratoire d'hydrologie isotopique de Madagascar-INSTN.

Ce laboratoire a été installé l'année dernière au Madagascar-INSTN grâce au financement de l'AIEA. L'objectif principal de celui-ci est de faire l'analyse du tritium des eaux souterraines en appui aux investigations hydrogéologiques des nappes phréatiques. Il informe en particulier sur l'âge et la vitesse de l'écoulement des eaux dans l'aquifère. On peut aussi déterminer la teneur en tritium atmosphérique dans la région étudiée.

L'équipe de l'Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires ne cesse de développer ce laboratoire, c'est pourquoi nous avons choisi le sujet : « **Mise en place d'un système d'assurance qualité au laboratoire d'hydrologie isotopique à l'Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires-Madagascar : Application sur quinze (15) échantillons d'eaux souterraines du sud de Madagascar** ».

L'objectif de cette étude est la mise en place d'un système d'assurance qualité afin d'assurer la fiabilité du processus utilisé et avoir des bons résultats. En outre, la disposition d'une assurance qualité montre le savoir faire technique et organisationnelle d'un laboratoire au niveau international.

Notre travail se divise en deux grandes parties :

-la première partie consiste, en général la partie théorique comprenant la notion d'assurance qualité d'un laboratoire et la technique de mesure de l'activité du tritium dans l'eau. La notion d'assurance qualité, qui s'appuie sur le guide de l'application des normes de laboratoire, est appliquée au processus d'enrichissement électrolytique et au comptage par scintillation liquide.

- la seconde partie est réservée à l'étude expérimentale montrant le processus utilisé. Au début de cette partie, nous avons décrit la généralité du laboratoire, ensuite l'application du système d'assurance qualité au laboratoire enfin la validation des résultats obtenus.

PARTIE THEORIQUE

Chapitre I : NOTION D'ASSURANCE QUALITE D'UN LABORATOIRE [1]

1.1. Quelques définitions

Les enjeux de l'assurance qualité sont:

- Raisons de fiabilité et de confiance :

Garantir, pour l'entreprise et pour le client, que le produit ou le service est fiable.

- Raisons techniques :

La qualité oblige à suivre les évolutions techniques des matériels et matières premières pour pouvoir sans cesse améliorer la qualité des produits ou du service proposé au client.

- Le climat de l'entreprise:

La qualité améliore la transparence, elle clarifie les responsabilités de chacun, installe dans l'entreprise des relations client -fournisseur,....

La qualité instaure aussi une meilleure communication clients internes / clients externes/ fournisseurs.

- Contraintes extérieures:

Il s'agit de la concurrence qui peut à tout moment prendre le dessus ou des autorités qui peuvent imposer une réglementation.

- Contraintes commerciales:

Lors de son choix, un client préférera confier une prestation à un fournisseur dont il sait qu'il obtiendra un résultat de qualité.

La qualité donne une meilleure image de marque.

- Raisons financières:

Le coût de la non-qualité est important : coût des reprises, délai très important par rapport à l'attente du client, non- satisfaction du client qui hésitera à confier à nouveau le même travail, démotivation du personnel,.....

1.2. Evolution du concept qualité

Le concept qualité a évolué du contrôle qualité à l'assurance qualité et enfin à la qualité totale ou le management par la qualité ou TQC (Total Quality Control).

Au début, la qualité est obtenue par le contrôle final dans lequel toute l'attention est portée sur la qualité du produit fini. Après, l'effet conjugué de la complexité croissante des produits et de l'expansion générale des marchés amène progressivement le monde industriel à se détacher du

concept « contrôle de la qualité » pour adopter celui de « assurance de la qualité ». L'assurance qualité consiste à "fabriquer" la qualité au lieu de la contrôler. Ce contexte nouveau conduit à améliorer à la fois la qualité du produit et le rendement du processus, sans compter que les défauts étant généralement détectés là, ou en principe, ils coûtent le moins cher à éliminer.

L'assurance qualité a pour mission d'assurer la direction du laboratoire que les actions prises par les opérateurs pour construire la qualité sont pertinentes et cohérentes avec les objectifs supérieurs du laboratoire.

A ce titre, assurance qualité :

- Etudie et définit les méthodes de contrôle que la production applique ;
- Certifie les opérateurs de production pour leur aptitude à exécuter le processus conformément aux standards de la qualité ;
- Fixe les objectifs de qualité à atteindre ;
- Assure de façon continue l'évolution de la qualité, la fiabilité et la fonctionnalité des produits livrés par des techniques statistiques et d'essais accélérés ;
- Mesure les performances qualité aux points d'utilisation des produits, analyse les causes de défaillance et définit les actions correctives ;
- Est l'interlocuteur officiel de l'unité de production auprès des clients ou utilisateurs pour tous les aspects qualité.

En résumé, le concept « assurance qualité » correspond à une décentralisation de responsabilités, à un enrichissement des tâches, à des relations inter fonctionnelles plus développées, à une relation client/ fournisseurs plus étroite, à une plus grande participation du personnel sur des objectifs communs.

Avec la pression menaçante de la concurrence internationale, le monde industriel a opté pour un nouveau concept qui est la gestion totale de la qualité ou le management par la qualité, connu sous la « TQC » selon la dénomination américaine. Son principe est le suivant :

Le T.Q.C est un système efficace conçu pour que chacun des groupes, composant un organisme, apporte sa contribution au développement, au maintien et à l'amélioration de la qualité. Son but est de produire un objet ou un service de la façon la plus économique, en vue de satisfaire totalement les consommateurs.

1.3. Le principe du système qualité

1.3.1. Définition

Selon l'ISO 8402, le système qualité est un ensemble de l'organisation, des procédures, des processus et des moyens nécessaires pour mettre en œuvre le management de la qualité.

1.3.2. Principe

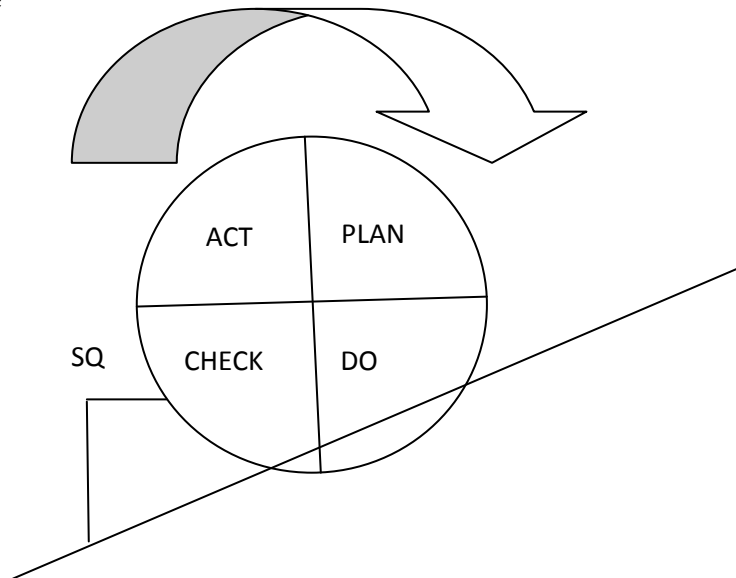


Figure 1: La roue de DEMING

1.3.3. Les quatre principes clés selon DEMING

- Planifier : Etablir un plan .Définir votre objectif et déterminer les conditions et les méthodes nécessaires pour l'atteindre. Décrire clairement les buts et les politiques indispensables, à ce stade, à sa réalisation. Chiffrer l'objectif. Déterminer les procédures et les conditions concernant les moyens et méthodes que vous employez pour atteindre l'objectif ;
- Faire : Exécuter le plan. Créer les conditions et donner la formation nécessaire pour exécuter le plan. Faire comprendre parfaitement à chacun les objectifs et le plan. Enseigner aux agents les procédures et les connaissances qui leur permettront de mener le plan à son terme et de comprendre parfaitement le travail. Ensuite, faire exécuter celui -ci selon ces procédures ;
- Contrôler : Contrôler les résultats. Contrôler que le travail se déroule conformément au plan et que les résultats escomptés sont obtenus. Vérifier la bonne application des procédures définies, les changements intervenus ou la présence d'éventuelles

anomalies. Comparer aussi souvent que possible les résultats obtenus par rapport aux objectifs ;

- Agir : Engager les actions nécessaires. Si le contrôle révèle que le travail n'est pas exécuté selon le plan ou les résultats ne correspondent pas à notre attente, il faut prendre des mesures appropriées.

1.4. Les strates documentaires

Les documents qualité n'ont pas pour but de remplacer le savoir -faire de chacun.

Cependant, la formalisation qualité permet de :

- ✓ remettre en cause une façon de faire ;
- ✓ ne rien oublier lors de la réalisation d'opérations complexes ou peu fréquentes ;
- ✓ mettre à disposition de nouveaux outils permettant un apprentissage plus rapide, clarifier les responsabilités de chacun ;
- ✓ mener la même opération toujours de la même façon, quelle que soit la personne qui la réalise; ce qui implique que les évolutions sont ainsi appliquées plus efficacement.

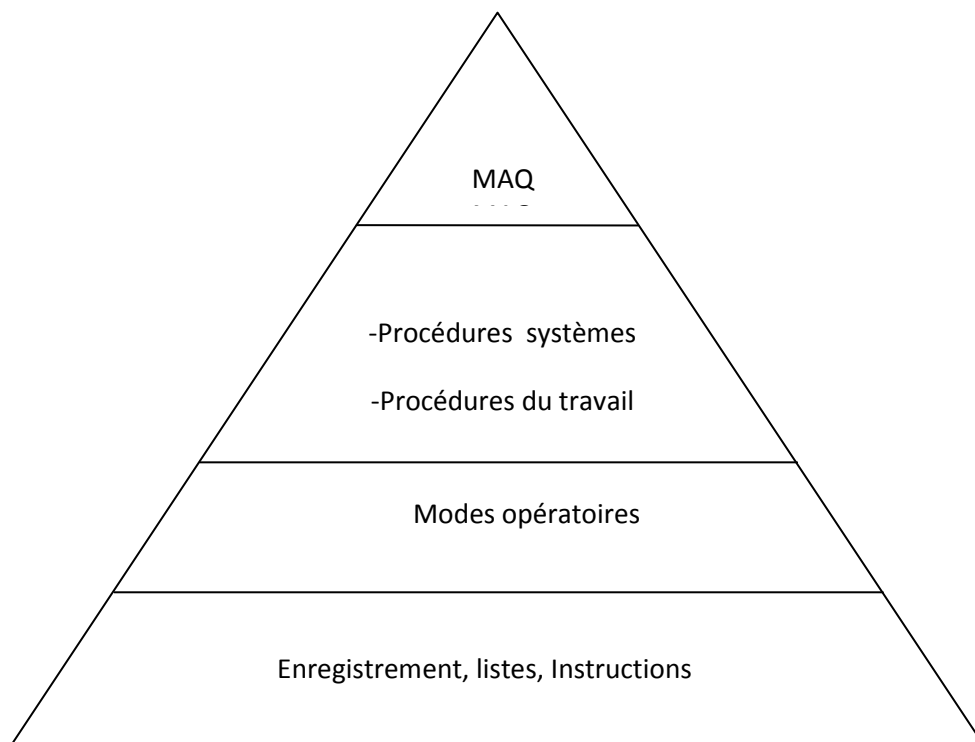


Figure 2: Les échelons documentaires du système qualité

1.4.1. L'assurance qualité manuelle

La manuelle assurance qualité (MAQ) relate l'organisation générale du système qualité (SQ) qui est un "Document énonçant la politique qualité et décrivant le système qualité d'un organisme", selon la norme ISO 8402.

Le MAQ est un document public et descriptif, de niveau général.

1.4.2. Les procédures

Les procédures constituent un savoir faire organisationnel :

C'est une manière spécifiée d'accomplir une activité, selon la norme ISO 8402.

Une procédure c'est le "QUI FAIT QUOI".

Si cela ne complique pas trop le document, une procédure peut aussi décrire le mode opératoire, autrement dit le " COMMENT".

Il peut, par exemple, y avoir une procédure commune à plusieurs installations à laquelle sont associés plusieurs modes opératoires différents en fonction des installations.

Il doit exister une " Procédure des procédures" qui explique comment est réalisée la gestion des documents du système qualité. Elle doit préciser qui écrit les documents, quels sont leurs contenus, identification, circuit d'approbation et gestion (Liste et suivi des évolutions, duplication, diffusion, modification et archivage).

Dans une procédure, il faut éviter les redondances, les lacunes, les incertitudes. Il faut que le document soit le plus lisible possible, et si un schéma ou un tableau clarifie les choses, il ne faut pas hésiter à les utiliser.

Les procédures sont des documents internes, de niveau organisationnel.

Les procédures systèmes du LSSR/USE sont constituées des paragraphes suivantes:

(Si rien n'est à signaler au sujet d'un des paragraphes concernés, on indique toujours « NEANT ».)

1. BUT
2. DOMAINE D'APPLICATION
3. DEFINITIONS
4. RESPONSABILITES
5. MODE OPERATOIRE
6. ENREGISTREMENTS RELATIFS A LA QUALITE
7. REFERENCES
8. ANNEXES

1.4.2.1. But

On décrit en quelques phrases le but poursuivi par la procédure.

1.4.2.2. Domaine d'application

Il décrit en une ou deux phrases le champ d'action de la procédure (processus, fonctions, activités) et où (domaine, département) elle est d'application.

1.4.2.3. Définitions

Tous les termes et/ou abréviations de la procédure qui pourraient prêter à confusion sont définis clairement. La plupart des termes du vocabulaire de la qualité sont définis dans la norme "**NBN-ISO 8402**".

1.4.2.4. Responsabilités

Dans les Procédures Systèmes, on définit les principales responsabilités en ce qui concerne la politique à suivre c'est-à-dire : le pilotage, le suivi et la coordination des activités qui doivent répondre aux exigences de la norme ISO /CEI 17025 et aux objectifs du laboratoire et de la qualité.

1.4.2.5 Mode opératoire

Le mode opératoire comporte la description de toutes les étapes du processus qui doivent satisfaire aux exigences de la norme ISO /CEI 17025.

Le mode opératoire décrit, étape par étape, QUI fait QUOI pour atteindre le but et qui est responsable pour chaque étape.

Pour les Procédures Systèmes l'utilisation d'ordinogrammes est recommandée.

Ils donnent une vue d'ensemble du déroulement des éléments et actions dans une partie du système dans les Procédures Systèmes.

1.4.2.6. Enregistrement relatif à la qualité

Tous les enregistrements relevés dans la procédure sont conservés afin de démontrer la qualité porte l'identification du document.

Des enregistrements ne sont pas indispensables si la norme ISO/ CEI 17025 ne l'exige pas.

1.4.2.7. Références

Sous ce titre toutes les normes et procédures qui sont indispensables, pour rendre aisée l'interprétation et l'application d'une procédure, sont citées.

1.4.2.8. Annexes

Tous les formulaires prescrits (FORM's) dans la procédure sont placés en annexe de telle sorte qu'ils sont également mentionnés dans ce paragraphe.

Dans la plupart des cas (pas indispensable) les formulaires sont complétés par un exemple significatif.

Les annexes ne doivent pas accompagner les Procédures Systèmes mais bien les Procédures du Travail car ces formulaires contiennent très souvent des éléments du « know-how » du laboratoire.

1.4.3. Les modes opératoires

Les modes opératoires constituent un savoir faire technique:

Le mode opératoire est un document qui définit la succession des actions élémentaires nécessaires et suffisantes pour effectuer une opération, selon la norme ISO 8402.

C'est le "comment"

Les modes opératoires sont des documents internes, de niveau opérationnel.

1.4.4. Enregistrements

Les formulaires d'enregistrement sont des preuves tangibles :

Document qui fournit des preuves tangibles des activités effectuées ou des résultats obtenus, dans la norme ISO 8402.

Exemple: un formulaire préétabli pour noter les résultats d'un essai.

Les enregistrements sont des supports papier ou informatique.

Ils permettent de garder une traçabilité des informations importantes (ex: fiche de vie des appareils, résultats d'analyses...). Ils font preuve que ce qui a été effectué est conforme à ce qui est décrit dans la ou les procédures ou dans la ou les modes opératoires.

Les enregistrements sont des documents internes et démonstratifs.

1.5. La démarche qualité

1.5.1. Phase de lancement

- Information, prise de conscience de la direction, choix du modèle de norme approprié à l'activité.
- Etat des lieux Qualité (pré-diagnostic qui consiste à rechercher ce qui existe ou pas au niveau procédures, modes opératoires ...)
- Engagement de la direction:
 - Pour faire connaître ses choix d'orientation qualité,
 - Par la création d'une fonction qualité pour animer et coordonner les actions qualité à mener (RAQ: responsable assurance qualité),
 - En montrant les moyens qu'il va mobiliser.
- Création d'un groupe de pilotage du projet de mise à niveau qualité,
- Information du personnel.

1.5.2. Phase de préparation à la mise à niveau

- Diagnostic approfondi, mise en évidence des écarts par rapport au référentiel ;
- Définition précise et planifiée du plan de mise à niveau qualité ;
- Définition du rôle et responsabilités des personnes ayant une incidence sur le contrôle de la qualité ;
- Formation des acteurs du projet de mise à niveau ;
- Rédaction de la « manuelle qualité » ;
- Mesures, exploitation des résultats, mise en œuvre d'action corrective.

1.5.3. Phase de préparation à l'accréditation (ou certification)

- Réalisation de l'audit à blanc ;
- Demande du dossier d'évaluation ;
- Renvoi des éléments demandés ;
- Proposition par l'organisme d'accréditation, d'une date, d'une équipe d'auditeurs et d'un devis.

1.6. La qualité au laboratoire : la norme ISO/CEI 17025

1.6.1. Analyses comparatives entre ISO/CEI 17025 et ISO 9000

Les normes ISO 9000 sont des documents de référence visant à « modéliser » l'organisation dans l'entreprise dans le but d'assurer la conformité du produit et de satisfaire les exigences du client.

Ces normes sont génériques ; elles sont applicables par toute entreprise, quel que soit son secteur d'activité, quelle que soit sa taille.

Les laboratoires candidats à une accréditation type COFRAC, doivent répondre aux exigences d'un référentiel.

Pour le choix d'une norme, une analyse comparative a été établie, entre ISO 9000 et ISO/CEI 17025 pour faciliter, simplifier la compréhension, l'utilisation des référentiels normatifs, faire la distinction entre certification et accréditation, et pour démontrer le choix de notre référentiel.

Cette analyse est résumée dans les tableaux figurés dans les pages annexes.

1.6.2. Les documents de références

Nos documents de références sont:

- **La norme ISO/CEI 17025:** Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.
- **Document 1002 :** Exigences à satisfaire par les laboratoires d'essais accrédités ou candidats à une accréditation et modalités d'application.
- **Document L202A:** Guide d'utilisation de la norme NF EN ISO/CEI 17025 à l'usage des laboratoires accrédités ou candidats à l'accréditation.

1.7. Les outils d'amélioration

1.7.1. L'audit

1.7.1.1. Quelques différences importantes

L'audit et l'inspection n'ont pas la même signification. Par conséquent :

- Une inspection est réalisée par une autorité. Une anomalie lors d'une inspection peut conduire à une sanction de type « Fermeture d'installation ».

- Une non-conformité lors d'un audit conduit éventuellement, selon sa gravité, à la non-obtention de l'accréditation ou de la certification recherchée. Il y a une différence en termes de risque.

De même, les termes suivantes ont chacune leurs sens appropriés.

- **Accréditation:** c'est la vérification par un tiers des aptitudes qualité et techniques-reconnaissance de la compétence technique d'un laboratoire, son savoir-faire dans une activité donnée.
- **Certification:** c'est la vérification par un tiers des aptitudes qualité -reconnaissance de son système de management de la qualité soit son organisation et sa méthodologie.
- **Habilitation:** Elle consiste à recevoir un agrément. Cette reconnaissance est directe, elle est réalisée par le client. Il n'y a pas d'intervention d'un tiers.

1.7.1.2. Les audits qualité

C'est un examen méthodique et indépendant en vue de déterminer si les activités et résultats relatifs à la qualité satisfont aux dispositions préétablies et si ces dispositions sont mises en œuvre de façon effective et sont aptes à atteindre les objectifs.

- L'audit permet d'évaluer l'efficacité de son organisation, oblige à se remettre en cause périodiquement, aboutit à des actions d'amélioration et il est un outil de formation (œil neuf et idées nouvelles apportées par l'auditeur)

Un audit est réalisé en collaboration avec les intéressés, il doit être programmé, préparé en accord avec l'audité, se terminer par une réunion de synthèse, donnée lieu à l'établissement d'un rapport faisant état de non conformités éventuelles. L'audité devra alors mettre en place les actions correctives adéquates.

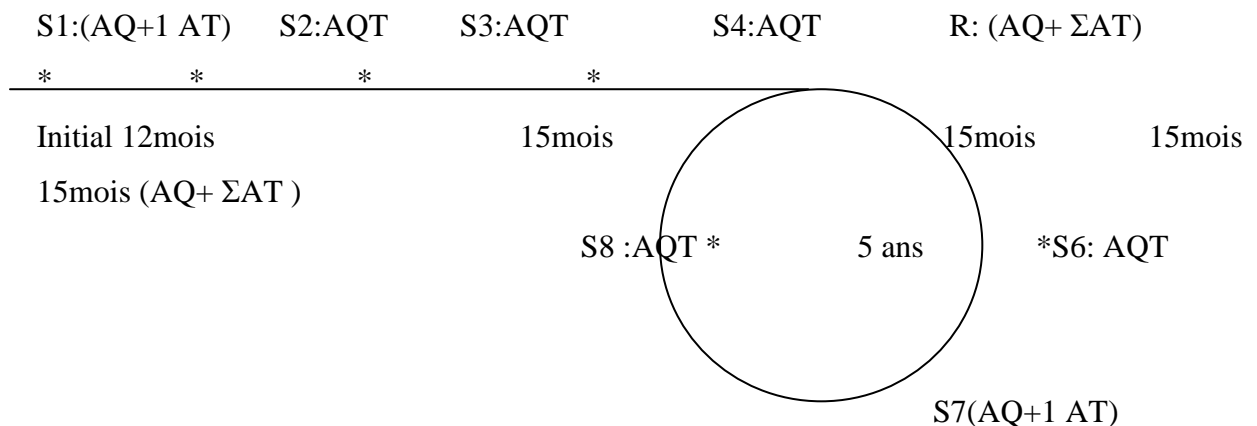
Il existe plusieurs types d'audit :

- **Audit interne au DSNR (Division de la Sûreté Nucléaire et Radioprotection) :** Le programme est établi en début d'année avec les chefs des unités concernés et transmis au chef de département. Un audit interne est avant tout pour nous un moyen de progrès, un moyen de vérifier la conformité de nos documents par rapport à nos pratiques et au référentiel que nous devons suivre et d'en tirer des actions correctives si besoin.
- **Audit d'évaluation d'un fournisseur interne au DSNR ou externe :** Il permet au client de fonder sa confiance en son fournisseur (cas de l'audit du client chez son fournisseur - audit d'évaluation du fournisseur). Dans ce cas, il est essentiel que le client connaisse

avec précision ses besoins puisque se sont ceux -ci qui serviront de référentiel pour l'audit.

- Audit de certification, d'accréditation : Un organisme tiers reconnaît l'aptitude d'une entreprise à entrer dans une catégorie de fournisseurs ou de prestataires respectant les exigences d'un référentiel donné.
- Audit de suivi: Il se déroule entre deux évaluations.

1.7.1.3. Le cycle d'accréditation



S: Audit de surveillance

R: Audit de renouvellement

AQT: Auditeur qualificateur technique

AT: Auditeur technique

AQ: Auditeur qualificateur

Figure 3: Le cycle d'accréditation

1.7.2. La revue de direction

La revue de direction est une réunion animée par le chef de département ou un représentant, effectué périodiquement, selon un calendrier et une procédure prédéterminés.

La revue de direction permet de s'assurer de l'efficacité du système qualité et les activités d'essai et d'étalonnage du laboratoire et d'introduire des modifications et des améliorations si nécessaire.

La revue doit tenir compte des éléments suivants:

- pertinence des politiques et procédures,
- rapport du personnel d'encadrement,
- résultats d'audits internes récents,
- actions correctives et préventives,

- évaluations effectuées par des organismes externes,
- résultats d'essais de comparaison entre laboratoires ou d'essais de qualification,
- informations en retour des clients,
- réclamations,
- tous autres facteurs pertinents, tels que les activités de maîtrise de la qualité, les ressources et la formations du personnel.

Chapitre II : METHODE DE DETERMINATION DU TRITIUM DANS L'EAU PAR ENRICHISSEMENT ELECTROLYTIQUE ET PAR LSC

2.1. Technique de mesure de la concentration du tritium dans l'eau [2]

Pour mesurer la concentration en tritium de l'eau, il existe plusieurs options. Le choix doit être déterminé par la concentration dans un échantillon d'eau et la précision souhaitée. Les différentes procédures de traitement sont :

1. mesurer l'activité en ^3H par *spectrométrie à scintillation liquide* (SSL)
2. mesurer l'activité en ^3H par *comptage proportionnel au gaz* (CPG)
3. mesurer par spectrométrie de masse la quantité de ^3He fils après avoir stocké l'échantillon au laboratoire pendant une durée donnée.

Par ailleurs il est possible d'augmenter artificiellement la concentration en ^3H (i.e. enrichir) d'une quantité connue, habituellement par *électrolyse*, avant de mesurer le ^3H . Ainsi les options supplémentaires sont les suivantes:

- a. Traiter l'échantillon au moment du prélèvement,
- b. traiter l'échantillon après enrichissement artificiel.

L'éventail du choix est augmenté par la possibilité de combiner 1), 2), ou 3) avec soit a) soit b). Le choix à faire dépend de l'échantillon à analyser. Ici nous nous limiterons aux procédures physiques/chimiques.

La technique SSL s'applique à l'eau elle-même. L'échantillon doit être mélangé avec un liquide à scintillation approprié. La technique CPG nécessite un gaz adapté, comme pour l'analyse des isotopes stables.

2.2. Principe de l'enrichissement électrolytique du tritium

2.2.1. Purification de l'eau

Souvent, l'eau échantillonnée contient beaucoup trop de contaminants pour permettre une mesure SSL directe ainsi qu'un enrichissement par électrolyse. En particulier les contaminants colorés atténuent les performances du liquide à scintillation. La *purification* de l'eau est réalisée par *distillation*. En conséquence, la plupart des laboratoires distillent tous les échantillons d'eau. La contrainte est qu'il n'y ait pas de changement isotopique au cours de l'opération. C'est pourquoi le procédé de distillation doit être aussi quantitatif que possible,

i.e. un rendement proche de 90%. De même l'échantillon d'eau doit être très peu en contact avec l'air ambiant, dont la vapeur peut affecter sa concentration en ^3H par échange, qui est un processus extrêmement rapide.

2.2.2. Enrichissement en tritium [2]

Il y a deux méthodes pour l'enrichissement artificiel du ^3H dans l'eau:

- L'électrolyse de l'échantillon d'eau
- La diffusion thermique de H_2 préparé par réduction d'eau, en utilisant, par exemple, le zinc ou le magnésium. Avec cette méthode des facteurs d'enrichissements très élevés peuvent être obtenus, mais l'équipement et la manipulation des échantillons sont compliqués.

La première méthode est relativement simple, nécessite peu de manipulation ou de surveillance pendant l'enrichissement, et peut être mise en pratique simultanément sur une série d'échantillons y compris les échantillons de référence.

Pendant l'électrolyse de l'échantillon purifié, on ajoute du Na_2O_2 ou NaOH exempt de ^3H pour augmenter la conductivité électrique de l'échantillon d'eau distillée, et par la suite décomposé par un courant électrique :

Au niveau de l'anode : $2\text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- + 1/2\text{O}_2$

Au niveau de la cathode : $2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{OH}^- + \text{H}_2$

Bilan : $2\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{H}_2 + \text{O}_2$

Le fractionnement isotopique de l'hydrogène est remarquablement important (au contraire de celui de l'oxygène) : environ 90% de la quantité de ^3H de l'échantillon d'eau originel reste dans l'eau (le gaz H_2 qui s'échappe est fortement appauvri en ^3H). Ceci veut dire que, si une quantité d'eau diminue d'un facteur 10, l'enrichissement est d'environ 9.

Après l'électrolyse l'échantillon enrichi, contenant maintenant une forte concentration de Na_2O_2 , doit de nouveau être distillé pour éliminer l'électrolyte concentré avant de mesurer l'activité.

En fonction de la technique de mesure utilisée, on a besoin de 5 à 20mL d'échantillon d'eau. Si l'échantillon doit être enrichi, il faut 500mL d'échantillon.

2.2.3. Comptage par scintillation liquide [3]

C'est une technique d'analyse basée sur la détection de la lumière à la suite d'une excitation induite par une désintégration radioactive. En effet, dans une solution contenant un liquide scintillant, un noyau radioactif (par exemple émetteur bêta) peut exciter les atomes de ce liquide. Ces derniers se désexcitent par émission de flashes lumineux ou scintillations. L'intensité de cette lumière est proportionnelle à l'énergie de la particule bêta qui était à son origine. Ainsi, la solution à scintillation a converti l'énergie cinétique d'une particule bêta en émission lumineuse.

Un tube photomultiplicateur est alors nécessaire pour convertir l'énergie du photon absorbé en énergie électrique en libérant des photoélectrons qui sont attirés, dans le tube, par une anode sous l'effet de son potentiel positif. Il y a alors une production de plusieurs électrons qui vont, à leur tour, être attirés par une seconde anode et ainsi de suite le phénomène se reproduit pour donner une cascade d'électrons. Une impulsion électrique est alors produite ayant une amplitude proportionnelle au nombre de photons détectés par la photocathode et traduisant ainsi la détection de la scintillation.

Cependant, même en absence de lumière, ce photomultiplicateur peut produire certaines impulsions nuisibles en nombre croissant avec l'application de la tension entre les électrodes. D'où la présence d'un bruit de fond. Aussi, des impulsions nuisibles peuvent être produites à cause des variations thermiques de l'environnement du photomultiplicateur.

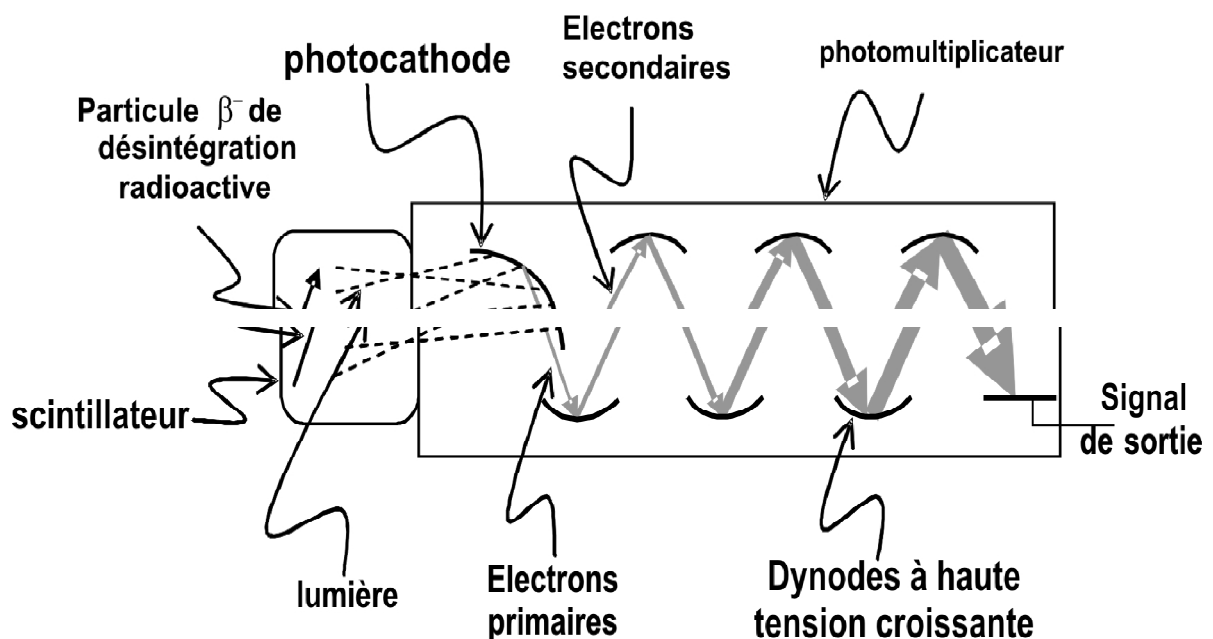


Figure 4: Dessin schématique d'un compteur à scintillation (liquide), partie détection du SSL.

Pour éliminer ces bruits électroniques, par conséquent réduire le bruit de fond, le système de détection doit comporter deux tubes photomultiplicateurs diamétralement opposés pour la détection d'impulsions en coïncidence. Aussi, le système doit être refroidi et maintenu à une température d'environ 12°C.

2.3. Méthode de calcul de l'activité du tritium [4]

2.3.1. Nécessité de l'électrolyse

Pour mesurer avec précision l'activité du tritium à faible concentration, les échantillons d'eaux contenant le tritium doivent être enrichis en utilisant le processus électrolytique. Les systèmes d'électrolyse à l'INSTN se composent de 20 cellules électrolytiques faites par des tubes en acier inoxydables comme anodes et des tubes en fer doux comme cathodes insérées dans les anodes. Après avoir ajoutés par 2g de peroxyde de sodium à chaque échantillon d'eau distillée, le « spike » et l'eau morte, on verse 500mL pour chaque échantillon dans les cellules. Avant le déclenchement de l'électrolyse, on pèse respectivement les cellules vides et les cellules contenant l'échantillon à analyser, le « spike » et l'eau morte. L'électrolyse de l'eau est effectuée à un courant dans la gamme de 3,5 à 10A pendant une semaine. Les cellules sont encore pesées après l'enrichissement électrolytique. Après la neutralisation, 10mL de l'eau seulement est employé pour le comptage à scintillation liquide.

Puisque les molécules d'eau contenant du tritium ne sont pas dissociées facilement par rapport aux molécules d'eau légère, l'activité du tritium dans l'eau restante augmente au cours de l'électrolyse. La qualité du comportement d'enrichissement en tritium des cellules est mieux décrite en utilisant le facteur de performance P de chaque cellule, qui est défini comme suit :

$$P = \frac{(W_i - W_f)}{Q/2.975} * \frac{\ln(Z_{IS})}{\ln\left[\frac{W_i}{W_f}\right]} \quad (1)$$

2.975: Ah pour dissocier 1g d'eau;

W_i , W_f : masse initiale et finale de l'eau;

Q: charge exigée pour l'électrolyse

Z_{IS} : facteur d'enrichissement donné par la cellule contenant l'eau tritiée d'activité connue (spike) donnée par la relation suivante :

$$Z_{IS} = \frac{N_{SPF}}{N_{SPI}} \quad (2)$$

N_{SPF} et N_{SPI} sont respectivement les taux de comptage brut des « spike » enrichi et non enrichi.

2.3.2. Facteur d'enrichissement Z

Pour obtenir les facteurs d'enrichissement précis des cellules contenant les échantillons, trois cellules sont remplies avec de l'eau standard d'activité connue appelée « spike » qui est mesurée après l'électrolyse. Le quotient de l'activité de « spike » enrichi et non enrichi donne le facteur d'enrichissement en tritium Z pour chaque cellule. La moyenne des trois facteurs de performance P obtenue par le « spike » est alors appliquée aux échantillons restants en résolvant l'équation ci-dessous pour leur facteur d'enrichissement Z inconnu :

$$Z = \exp \left[\frac{P_{avg} * Q}{2.975(W_i - W_f)} * \ln \left(\frac{W_i}{W_f} \right) \right] \quad (3)$$

P_{avg} étant le paramètre d'enrichissement moyen de trois cellules contenant des « spike »

Ce procédé de calcul exige un assortiment étroit de l'exécution d'enrichissement de chacune de 20 cellules.

2.3.3. Activité du tritium

L'activité du tritium dans l'échantillon analysé est calculée à partir de la formule suivante :

$$A_T = \frac{N_{SA} * A_{ST}}{N_{ST} * Z_I} * D \quad (4)$$

Où :

N_{SA} – taux de comptage net pour l'échantillon (cpm)

N_{ST} - taux de comptage net pour le standard (cpm)

A_{ST} – concentration en activité du standard (Bq/kg)

Z_I – facteur d'enrichissement du tritium pour un échantillon donné

D – facteur prenant en compte la décroissance radioactive du tritium dans un échantillon entre la date d'échantillonnage et la date de mesure.

L'équation (3) est valide sous l'assomption que les masses de l'échantillon et de l'étalon utilisé pour la mesure de la radioactivité sont les mêmes, et tous les deux sont mesurés dans les conditions identiques.

Les taux de comptages brut et net sont définis comme suit :

$$N_{SA} = N_{GSA} - N_B \quad (5)$$

$$N_{ST} = N_{GST} - N_B \quad (6)$$

$$N_{GSA} = \sum_{i=1}^n \frac{NGSA,i}{n} \quad (7)$$

$$N_{GST} = \sum_{i=1}^m \frac{NGST,i}{m} \quad (8)$$

$$N_B = \sum_{i=1}^k \frac{NB,i}{k} \quad (9)$$

Où : n , m , k sont les nombres des mesures individuelles respectivement pour l'échantillon, le standard et le bruit de fond dans le cycle de mesure donné.

N_{GSA} étant le taux de comptage brut de l'échantillon

N_{GST} étant le taux de comptage brut de l'étalon

N_B étant le taux de comptage pour le bruit de fond

Le facteur de correction de décroissance est calculé comme suit :

$$D = \exp(-\lambda * t) \quad (10)$$

Où :

λ - constante de décroissance radioactive

t -temps coulé entre l'échantillonnage et la mesure

2.4. Calcul des incertitudes

2.4.1. Les différentes sources d'incertitudes

Les différentes étapes pour la détermination de l'activité du tritium dans un échantillon sont montrées dans le tableau ci-dessous. L'influence de différentes sources d'incertitudes sur l'incertitude combinée de résultat peut être trouvée à partir du diagramme de cause à effet (voir la figure).

Tableau 1: Les différents paramètres influençant sur le calcul de l'activité du tritium dans l'échantillon à analyser

Etapes	Description	Symbole	Sources d'incertitudes
1	Distillation des échantillons		Possibilité de contamination aux échantillons en contact avec le tritium atmosphérique
2	Pesage des cellules avant électrolyse	W_{CE} , W_{CL} W_I	Erreur de la balance, forces de poussée du liquide, masse perdue due au gaz produit lors de la réaction chimique
3	Electrolyse des échantillons	Q	Erreur de l'ampèreheure-mètre, fuite de courant
4	Pesage des cellules après électrolyse	W_{CE} , W_{CF} , W_F	Erreur de la balance, forces de poussée du liquide
5	Neutralisation et distillation des échantillons après électrolyse		Possibilité de contamination des échantillons avec le tritium à faible concentration, pH assez élevé pour les échantillons distillés
6	Préparation du cocktail	V_w	Erreur de la pipette utilisée, exposition excessive du cocktail à une source lumineuse
7	Mesure de radioactivité	N_{SA} , N_{ST} , N_B , N_{SPb} , N_{SPF}	Variations irrégulières des taux de comptage, stabilité à long terme du spectromètre, charges statiques,

			fluorescence
8	Calcul de la performance d'enrichissement	P	Stabilité à long terme du système d'enrichissement, température du processus d'enrichissement, eaux perdues dues à l'évaporation des cellules, propagation des erreurs associées avec les étapes 2-7
9	Calcul du facteur d'enrichissement	Z_I	Stabilité à long terme du système d'enrichissement, température du processus d'enrichissement, eaux perdues dues à l'évaporation des cellules, propagation des erreurs associées avec les étapes 2-8
10	Calcul du facteur de décroissance radioactive	D	Erreur de la constante radioactive du tritium
11	Evaluation d'incertitude pour le standard utilisé et dilution	A_{ST}	Erreur à un niveau élevé du standard certifié, dilution
12	Calcul de l'activité du tritium dans l'échantillon à analyser	A_T	Propagation des erreurs associées des étapes 2-11

La contribution de ces différents paramètres d'incertitudes sur le calcul de l'activité du tritium a été montrée à l'aide du diagramme de poisson ou diagramme de cause à effet.

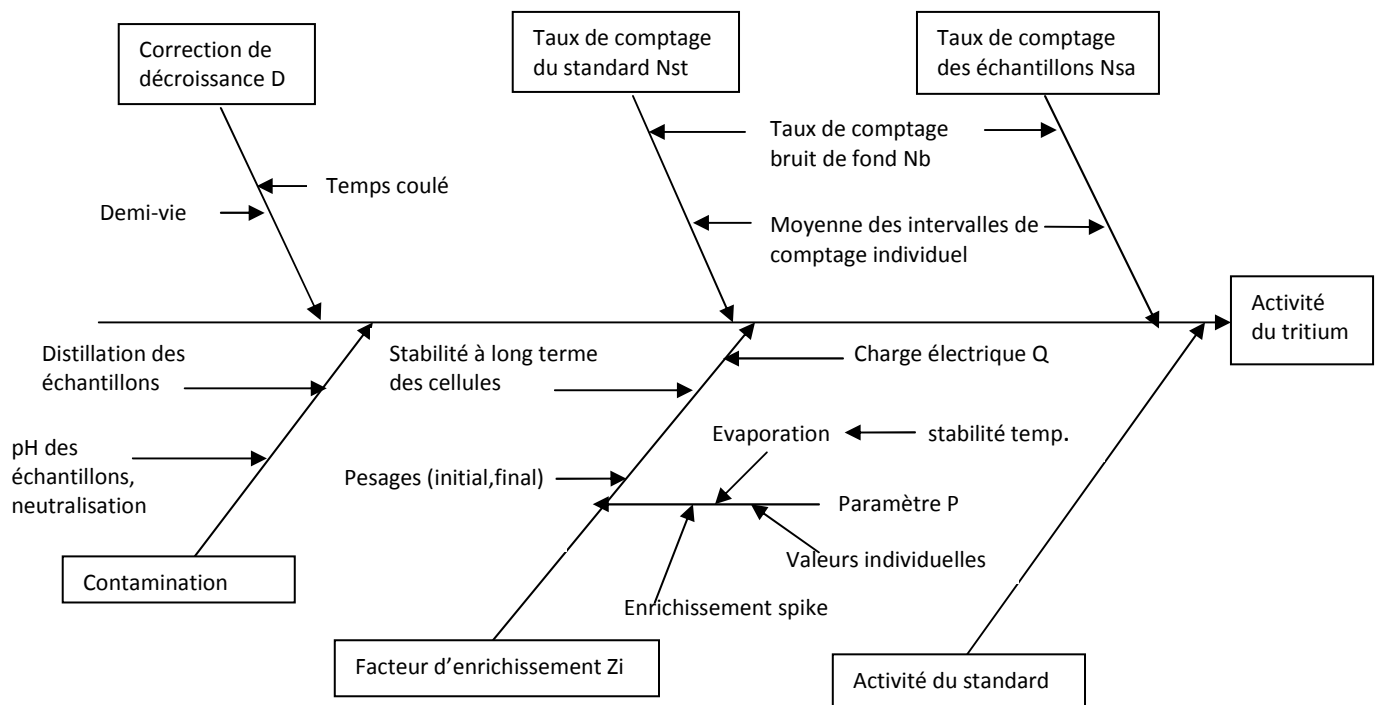


Figure 5: Le diagramme de Poisson (cause à effet) montrant les différents paramètres dans la formule 3

2.4.2. Méthodes d'évaluation des incertitudes [4]

2.4.2.1. Distillation des échantillons

Cette étape ne contribue pas directement à l'incertitude de standard combiné de la quantité mesurée A_T . Toutefois, il doit contribuer au niveau global de la contamination aux échantillons mesurés.

2.4.2.2. Pesage des cellules et échantillons d'eaux distillées avant l'électrolyse

Les erreurs associées à cette étape dépendent sur les paramètres suivant :

- Volume de l'échantillon à analyser
- Masse du peroxyde de sodium ajouté dans l'échantillon distillé
- La température du laboratoire
- Le temps de l'opération
- Les caractéristiques des électrodes utilisées
- Le terme de correction de la poussée du liquide
- Variabilité de pesantier selon la région
- Erreur de calibration de la balance

2.4.2.3. Electrolyse des échantillons

La quantité mesurée pendant l'électrolyse est la charge électrique Q circulée à travers les cellules. La charge utilisée est 1420Ah. L'instrument utilisé est un ampèreheure-mètre électronique. La précision certifiée pour cet instrument est 0,5% pour la charge mesurée. Ainsi,

$$\frac{u(Q)}{Q} = 0.005$$

$u(Q)$ étant l'incertitude de la charge Q mesurée

2.4.2.4. Pesage des cellules après l'électrolyse

L'incertitude survenue à cette étape est la même qu'on a trouvée à l'étape 2

2.4.2.4. Distillation finale des échantillons et neutralisation

Cette étape est identique à la distillation initiale, mais la différence est que l'on ajoute de chlorure de plomb à l'échantillon. Donc, l'incertitude peut avoir lieu sur la température appliquée pour sécher l'échantillon.

2.4.2.5. Préparation de mélange scintillant

Pour la mesure de l'activité du tritium dans le spectromètre à scintillation liquide, un mélange constituant de 10mL d'eau et de 10mL de cocktail est préparé dans un flacon polyéthylène spécial pour comptage de certain échantillon enrichi, bruit de fond et standard. Pour transférer l'eau au flacon de comptage, on utilise des pièces de pipettes calibrée. La précision citée est égale à 0,015mL. Ainsi, l'incertitude standard correspondant sera égale à 0,0087mL. L'incertitude standard associée avec les variations de la température pendant la préparation du mélange scintillant est égale à environ 0,003mL. L'incertitude standard associée avec distributions répétées des échantillons de même volume est déterminée expérimentalement et est égale à 0,0091mL. Ainsi, l'incertitude standard totale associée avec le transfert d'eau au flacon pour comptage est égale à 0,013mL.

2.4.2.6. Mesure de la radioactivité

Les effets non-statistiques peuvent contribuer aux taux de comptage observés. Ceux-ci incluent la fluorescence qui pourrait être induite par exposition excessive au rayonnement UV (par exemple lumière du soleil directe) pendant la préparation du mélange scintillant, des frais de charge statique (pendant le transport de compter des fioles dans la chambre de

compte) et/ou des montées subites d'impulsion dans le réseau d'alimentation d'énergie.

Cette distribution des lectures individuelles des certains échantillons autour de la valeur moyenne est par conséquent examinée statistiquement à travers le calcul de l'écart type des échantillons :

$$u_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (N_i - N)^2}{(n-1)}} \quad (11)$$

N_i –taux de comptage brut individuel enregistrées pour un type d'échantillon donné ($N_{GSA,i}$; $N_{GST,i}$; $N_{B,i}$).

N -taux de comptage moyen pour un échantillon.

n -nombre de lectures individuelles.

Le calcul des incertitudes de taux de comptage (brut) moyenne pour les échantillons, standard et bruit de fond résultant à partir de comptages statistiques (obéissant la loi de poisson) et la stabilité de spectromètre sont ensuite calculées comme la moyenne des écart type de population des lectures individuelles après la réjection :

$$u_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (N_i - N)^2}{n(n-1)}} \quad (12)$$

Les incertitudes standards des taux de comptages net de l'échantillon et standard sont ensuite calculées en se conformant à la loi de propagation des incertitudes. Comme composant additionnel, l'incertitude de la préparation de mélange scintillant est incluse (V_W). Pour N_{SA} et N_{ST} l'incertitude standard s'écrit :

$$u(N_{SA}) = N_{SA} * \sqrt{\left(\frac{\sqrt{u(N_{GSA})^2 + u(N_B)^2}}{N_{SA}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_W)^2}{V_W}\right)} \quad (13)$$

$$u(N_{ST}) = N_{ST} * \sqrt{\left(\frac{\sqrt{u(N_{GST})^2 + u(N_B)^2}}{N_{ST}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_W)^2}{V_W}\right)} \quad (14)$$

2.4.2.7. Incertitude du paramètre d'enrichissement P

La moyenne du paramètre d'enrichissement actuelle pour une cellule donnée est calculée comme la moyenne arithmétique des valeurs des paramètres d'enrichissement

obtenues durant l'enrichissement électrolytique dans laquelle la cellule contient le « spike ». Cette valeur est modifiée à chaque temps quand le « spike » dans la cellule est rechargé.

L'incertitude standard de la valeur actuelle du paramètre d'enrichissement est calculée à l'aide de l'écart type de l'échantillon de la population des paramètres d'enrichissement disponible pour une cellule donnée :

$$u(P) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (P_i - P)^2}{(n-1)}} \quad (15)$$

2.4.2.8. Incertitude du facteur d'enrichissement du tritium Z_I

L'incertitude standard du facteur d'enrichissement Z_I pour une cellule donnée est calculée à partir de l'équation utilisant la loi de propagation d'incertitude :

$$u(Z_I) = \sqrt{\left(\frac{\partial Z_I}{\partial Q}\right)^2 (u(Q))^2 + \left(\frac{\partial Z_I}{\partial P}\right)^2 (u(P))^2 + \left(\frac{\partial Z_I}{\partial W_I}\right)^2 (u(W_I))^2 + \left(\frac{\partial Z_I}{\partial W_F}\right)^2 (u(W_F))^2} \quad (16)$$

2.4.2.9. Facteur de décroissance radioactive D

L'incertitude standard du facteur de décroissance radioactive est calculée en utilisant la loi de propagation des incertitudes appliquée à l'équation 11.

2.4.2.10. Incertitude de l'activité du tritium pour un standard A_{ST} utilisé

La plupart des laboratoires préparent leur tritium standard à partir des standards calibrés, dont ils sont disponibles dans plusieurs institutions internationales. Le standard utilisé au laboratoire d'hydrologie isotopique à l'AIEA est prescrit par l'Institut National des Standards et Technologie (NIST en Anglais).

Le calcul de cette incertitude varie selon la méthode appliquée parce que les caractéristiques des matériels utilisée ne sont pas identiques. A l'AIEA, cette valeur est calculée à partir de la procédure de dilution et vérifiée soigneusement par des mesures.

2.4.2.11. Incertitude standard combiné

Comme l'incertitude standard individuelle, l'incertitude standard combinée peut être aussi exprimée. Ceci est l'influence de l'activité du tritium A_T d'un échantillon donné sur l'incertitude standard combinée de A_T .

L'incertitude standard combinée peut exprimer en utilisant la loi de propagation des incertitudes définie comme suit :

$$u(A_T) = \sqrt{\left(\frac{\partial A_T}{\partial D}\right)^2 (u(D))^2 + \left(\frac{\partial A_T}{\partial N_{SA}}\right)^2 (u(N_{SA}))^2 + \left(\frac{\partial A_T}{\partial N_{ST}}\right)^2 (u(N_{ST}))^2 + \left(\frac{\partial A_T}{\partial A_{ST}}\right)^2 (u(A_{ST}))^2 + \left(\frac{\partial A_T}{\partial Z_I}\right)^2 (u(Z_I))^2} \quad (17)$$

Dans les cas des équations linéaires de forme purement multiplicative, la loi de propagation d'incertitude peut être exprimée sur une forme simple qu'on trouve ci-dessous :

$$u(A_T) = A_T * \sqrt{\left(\frac{u(N_{SA})}{N_{SA}}\right)^2 + \left(\frac{u(N_{ST})}{N_{ST}}\right)^2 + \left(\frac{u(A_{ST})}{A_{ST}}\right)^2 + \left(\frac{u(Z_I)}{Z_I}\right)^2 + \left(\frac{u(D)}{D}\right)^2} \quad (18)$$

2.5. Protocole pour la validation des résultats

La validation d'une méthode d'analyse entraîne la détermination de plusieurs paramètres: le temps de comptage, la limite de détection, l'activité minimale détectable et énergie de chaque région d'intérêt de comptage

2.5.1. Temps de comptage

Le temps de comptage dépend de l'activité de l'échantillon à analyser, pour l'échantillon à faible activité il faut 50mn au maximum.

2.5.2. Limite de détection [5]

La limite de détection est la plus basse activité pour un échantillon analysé lorsqu'il subit toutes les étapes d'une méthode complète, incluant le prétraitement, produit un signal détectable, avec une fiabilité définie statistiquement différent de celui produit par un blanc dans les mêmes conditions.

Elle dépend du temps de comptage et bruit de fond, la méthode de calcul de la limite de détection est déterminée à partir de l'équation suivante :

$$LLD = \frac{2,71 + 4,65 * \sqrt{BF * t}}{t} \quad (19)$$

Où

BF : Bruit de fond du scintillateur

t : temps de comptage total

2.5.3. Activité minimale détectable

L'activité minimale détectable «AMD » dépend de la limite de détection « LD » du scintillateur et du facteur d'enrichissement. Elle est donnée par la relation de Curie suivante :

$$MDA = \frac{LLD}{\varepsilon * V * 60 * Z_i} \quad (20)$$

avec :

V: volume de l'échantillon dans le flacon de comptage

Z_i : Facteur d'enrichissement de chaque cellule.

ε : Efficacité de l'appareil donnée par :

$$\varepsilon(\%) = \frac{CPMA}{DPM} * 100 \quad (21)$$

- CPMA étant la moyenne des comptages dans la région [0 - 18,6 keV]
- DPM étant l'activité du standard à la date de mesure

2.5.4. Conditions optimales de comptage

Pour le choix de la région d'intérêt de comptage, la sélection porte sur celle fournissant un comptage maximum et un bruit de fond le moins élevé possible. On est amené donc à rechercher la région du spectre bêta donnant un facteur de mérite maximum :

$$FM = \frac{eff^2}{BF} \quad (22)$$

Il y a 3 régions d'intérêt de comptage dont :

- région A(0,0-4,5),
- région B(0,5-6,0)
- et région C(0-2000)

2.5.5. Limite de quantification

La limite de quantification d'une méthode est la concentration minimale qui peut être quantifiée à l'aide d'une méthode d'analyse avec une fiabilité définie.

2.5.6. Exactitude

L'exactitude est la qualité d'un appareillage de mesure à donner une valeur moyenne très proche de la valeur vraie.

2.5.7. Précision

La précision qualifie l'aptitude du capteur à fournir des données qui, prises individuellement, sont proches de la valeur vraie. Un capteur précis est donc à la fois fidèle et exacte.

Chapitre III : ASSURANCE QUALITE D'UN LABORATOIRE DE TRITIUM

3.1. Programmes d'assurance qualité d'un laboratoire de tritium

Les programmes d'assurance qualité pour l'analyse du tritium dans le laboratoire d'hydrologie isotopique comprennent :

- a) Surveillance de l'humidité atmosphérique à l'intérieure et à l'extérieure du laboratoire. Cela a été établie par l'exposition de l'eau du robinet évaporée jusqu'à la moitié de son volume initial à l'intérieure et à l'extérieure du laboratoire. La mesure de la concentration en activité du tritium de ces échantillons pourra en estimer le risque de contamination pouvant survenir aux échantillons à analyser.
- b) Reconditionnement des cellules électrolytiques. Afin de tracer le changement du facteur de performance P pendant le processus, l'électrolyse en chacune des cellules a été effectuée avec du « spike » d'activité connue en tritium. Par conséquent, le facteur de performance P pour chaque cellule pourrait être calculé à partir de l'équation. Enfin, tracer les courbes montrant la variation de P avant et pendant le traitement.
- c) Etalonnage de l'appareil « LSC ». Avant la mesure des échantillons, il faut déterminer l'efficacité du compteur pour le radionucléide en question et pour la géométrie choisie. Mais le problème qui se pose est celui de la dépendance de cette efficacité du paramètre du « quenching » qui est le tSIE. Pour en tenir compte, il faut mesurer des échantillons standards de différents paramètres tSIE, et tracer la courbe régissant la variation de l'efficacité en fonction du tSIE.
- d) Des dossiers sur les procédures applicables et leurs résultats. Chaque appareil (distillation, électrolyse, neutralisation et comptage) devrait avoir une fiche de suivi mentionnant les contrôles qui doivent être faits, la procédure de ces contrôles, leur périodicité et les résultats obtenus. Cette traçabilité permet de suivre l'évolution des performances des appareils et de déceler d'éventuelles dérives dans le temps.

3.2. Qualités exigées d'un laboratoire d'analyse du tritium

Un laboratoire d'analyse de tritium doit suivre des règles strictes pour que les résultats analytiques soient fiables. Ces règles sont les suivantes :

3.2.1. Qualité de l'environnement

3.2.1.1. A l'intérieur du laboratoire

La température à l'intérieur du laboratoire correspond à la température ambiante de fonctionnement recommandée par l'appareil de comptage à scintillation liquide, ainsi que l'humidité relative de fonctionnement. L'appareil d'enrichissement électrolytique doit être placé dans une salle bien aérée.

3.2.1.2. A l'extérieur du laboratoire

Le laboratoire doit être localisé dans le milieu loin de toutes sources de rayonnement ou des déchets radioactifs, ainsi la qualité de l'environnement à l'extérieur du laboratoire correspond à la norme exigée.

3.2.2. Qualité de l'équipement

3.2.2.1. Système de distillation et de neutralisation

Les ballons contenant les échantillons à distiller ou à neutraliser doivent être placés à un niveau plus élevé pour avoir une pente permettant d'éviter le retour de l'échantillon dans le ballon.

3.2.2.2. Système du pesage

Les précisions des balances utilisées varient de 10^{-4} à 10^{-2} pour avoir un bon résultat sur le calcul de facteur d'enrichissement et de paramètre d'enrichissement.

Les états physiques des cellules, en particulier les cathodes, doivent être moins rouillées que possible. Le bon état de chaque cellule permet d'avoir un bon rendement de fractionnement isotopique lors de l'électrolyse.

3.2.2.3. Système d'électrolyse

Les spécifications de tous les instruments sont développées en utilisant les sources référenciées par NIST. Pour notre appareil, le système est contrôlé par un ordinateur IBM compatible au pentium.

L'échelle de l'énergie pour chaque nucléide est représentée comme suit :

Tableau 2: Energie des régions pour chaque nucléide

nucléides	énergie (keV)
tritium	0-18,6
carbone-14	0-156
phosphore-32	5-1700
iode-125	0-70

L'efficacité donnée par l'appareil doit être comprise entre 20% à 60% pour l'analyse du tritium et allant jusqu'à 95% pour le carbone-14.

Cette partie est bien détaillée dans la partie expérimentale (voir chapitre I, paragraphe 1.2, 1.3 et 1.4)

3.2.3. Qualité de la préparation de l'échantillon

3.2.3.1. Distillation

La qualité de la distillation est vérifiée par la variation de la concentration de tritium atmosphérique à la fin du comptage. La distillation est le témoin de la contamination par le tritium atmosphérique. La distillation ne doit se terminer que si les réfrigérants sont bien secs pour éviter la perte du tritium.

3.2.3.2. Electrolyse

La qualité de l'électrolyse est déterminée par l'utilisation du « Spike ». En déterminant le facteur et performance d'enrichissement de chaque cellule électrolytique, on peut évaluer la qualité de l'électrolyse. Un reconditionnement des cellules est recommandé s'il y a des grandes différences entre les valeurs obtenues.

3.2.3.3. Neutralisation

La neutralisation est une étape similaire à la distillation, ainsi elle ne doit se terminer que si les réfrigérants sont bien secs aussi pour éviter la perte du tritium. Elle peut modifier la concentration des échantillons par la contamination des « Spike ». Ainsi, pour éviter une contamination, les verreries utilisées sont lavées et séchées entre deux séances de neutralisations.

3.2.3.4. Caractéristiques de l'eau morte

Comme l'eau morte utilisée ne doit pas contenir du tritium, la variation de la concentration de l'eau morte après l'enrichissement électrolytique permet de déterminer :

-la qualité de l'eau morte, c'est-à-dire l'eau est bien une eau morte s'il n'y a pas de variation de concentration. Une variation significative pourrait suggérer soit il y a contamination lors de la préparation de l'échantillon, soit l'eau morte utilisée contient déjà du tritium avant l'enrichissement donc elle n'est pas une véritable eau morte.

3.2.4. Qualités des mesures

La qualité des mesures dépend de l'appareil utilisée, mais l'avantage est que ces appareils sont déjà contrôlés et correspondent aux normes internationales.

Pour avoir un maximum de détection, il faut bien mélanger l'échantillon et le cocktail et il ne faut pas exposer le mélange à la lumière d'une façon prolongée afin de préserver la quantité du cocktail. Ceci permet d'avoir des mesures adéquates pendant le comptage à scintillation liquide.

PARTIE EXPERIMENTALE

Chapitre I : GENERALITE SUR LE LABORATOIRE D'HYDROLOGIE ISOTOPIQUE DE L'INSTN

1.1. Historique du laboratoire d'hydrologie isotopique à l'INSTN

1.1.1. Evolution historique de l'INSTN

L'Institut National des Sciences et Technique Nucléaire, (Madagascar-INSTN), est l'extension du Laboratoire de Physique Nucléaire et de Physique Appliquée (LPNPA) de la

Faculté des Sciences de l'Université d'Antananarivo qui a été fondé en 1976 par le Professeur

RAOELINA ANDRIAMBOLOLONA, Professeur Titulaire de classe exceptionnelle, actuellement Directeur Général de MADAGASCAR-INSTN.

Etant donné l'étendue des activités scientifiques du LPNPA, il a été transformé en institut national en 1992.

Cet institut a pour principales missions suivantes:

- *La Formation* : dispenser des enseignements spécifiques aux sciences et techniques nucléaires.

- *La Recherche*: coordonner et harmoniser tous programmes nationaux ou internationaux de recherche nécessitant l'utilisation pacifique des sciences et techniques nucléaires, et participer à leur élaboration et exécution.

On compte à l'heure actuelle cinq départements au sein de cet institut, à savoir : la dosimétrie et radioprotection, le technique de la fluorescence X et environnement, l'analyse et technique nucléaire, la maintenance et l'instrumentation nucléaire, et l'hydrologie isotopique.

Cependant, l'INSTN participe aussi activement à des activités de recherche dans des disciplines connexes telles que la physique théorique et les systèmes énergétiques dans le cadre de la convention de partenariat avec l'option de Physique Nucléaire, Physique Théorique et Physique Appliquée du département de Physique de la Faculté des Sciences de l'Université d'Antananarivo.

Cet institut coopère avec l'Agence Internationale de l'Energie Atomique (AIEA, Vienne, Autriche), joue le rôle de Bureau National de Liaison qui a pour mission d'assurer la liaison entre l'AIEA et le gouvernement malgache, d'une part et d'autre part,

d'harmoniser et superviser les projets de coopération technique avec l'AIEA au niveau national, et d'assurer le suivi de leur mise en œuvre.

- *La Production*: mettre son savoir-faire et les techniques en sa possession au service du public et des opérateurs économiques pour le développement économique du pays.

Il est à préciser que le laboratoire d'hydrologie isotopique est actuellement le dernier-né des laboratoires de l'INSTN, dont son installation a commencé au mois de juillet 2007 et s'est terminée au mois de janvier 2008. Il a été mis en place grâce à la coopération technique entre l'INSTN et l'AIEA dans le cadre du projet MAG 8/006 intitulé: « Utilisation des techniques Isotopiques en appui au programme national de forages dans les provinces de Fianarantsoa et Toliara », avec l'aide des experts de l'AIEA

(Professeur Hamid MARAH, Chef du laboratoire d'hydrologie isotopique du CNSTN du

Maroc et Monsieur M. Werner (Autriche)).

Cet institut est localisé dans l'enceinte de l'Université d'Antananarivo, plus précisément dans sa partie Est suivant les coordonnées géographiques suivantes:

- latitude Sud : 18°54'76''S
- longitude Est : 47°33'28''S
- altitude : 1276m

1.1.2. Objectifs du laboratoire de tritium à l'INSTN

Ce laboratoire a pour objectif de déterminer la teneur en tritium dans un échantillon donné, en utilisant un compteur à scintillation liquide en passant par la distillation et l'enrichissement électrolytique des échantillons.

L'utilité de ce laboratoire est d'apporter des informations sur:

- l'âge des eaux et le temps de séjour des eaux souterraines.
- la recharge et le taux de renouvellement en eau d'un aquifère.
- la mesure des vitesses d'écoulement des eaux souterraines

1.2. Description technique du laboratoire

1.2.1. Salle d'enrichissement

La salle de mesure a pour dimension 4,75m x 4.75m. Au milieu, on a implanté un mur de 3m de longueur pour protéger le système d'enrichissement de la contamination pouvant provenir de l'eau du robinet.

Le lavabo a une profondeur de 0.45m, la profondeur minimum pour faciliter le lavage des cellules électrolytiques en particulier. Toutes les opérations avant la mesure des activités sont faites dans cette salle.

1.2.2. Salle de mesure

Elle contient le compteur à scintillateur liquide. Cette salle mesure 4,75m de longueur sur 2,30m de largeur. Elle est placée dans l'obscurité afin d'éviter une augmentation du bruit de fond par la production de photons externes de la lumière naturelle.

Nous avons donc installé des rideaux sombres aux fenêtres. Pour avoir de l'air renouvelé dans la chambre, l'installation de deux extracteurs d'air a été nécessaire, le premier extracteur pour l'admission et le second pour l'évacuation.

1.3. Description des appareils et matériels utilisés pour l'enrichissement électrolytique

1.3.1. Distillation

1.3.1.1. Matériels de distillation

Comme tout autre mode de distillation, notre instrumentation est composée des matériels suivants:

- des chauffes ballon type W 2-500, 220V-310W
- un générateur de courant réglable de puissance 300W et de tension 220V
- des ballons en verre de 550mL pouvant supporter une température jusqu'à 120°C
- des béciers 550mL pour recueillir l'eau distillée
- des réfrigérants en verre à deux parois de 25cm de longueur, dont celui de l'intérieur achemine la vapeur d'eau chauffée dans le ballon vers le bécier et celui de l'extérieur (couverture) assure la circulation de l'eau froide introduite par un système d'entrée et de sortie pour la condensation
- des barboteurs qui sont formés par deux éléments pour isoler la pression à l'intérieure du bécier.
- Les chauffes ballons sont alimentées par le générateur et contiennent les ballons qui sont reliés avec un bécier de 500mL par les réfrigérants. Enfin, ces béciers sont reliés à des barboteurs.

- Ce système de distillation est composé par six réfrigérants jouant le rôle de vase communiquant à l'aide de tuyaux d'entrée et de sortie d'eau.
- Un multimètre pour mesurer la conductivité électrique, le pH, la salinité et l'oxygène dissout.



Figure 6: Matériels de distillation

1.3.1.2. Produits de distillation

Seuls les échantillons à analyser sont les produits nécessaires à la distillation.

1.3.2. Electrolyse

1.3.2.1. Matériels d'enrichissement électrolytique

Pour la préparation des échantillons avant l'électrolyse, on utilise les matériels suivants :

- Flacons en plastique de 20mL
- Fiole jaugée 500mL
- Bouteilles d'un litre
- Entonnoirs en verre

Les matériels d'électrolyse sont formés par :

- Vingt cellules formées chacune par l'anode en acier inoxydable immergée dans la cathode en fer doux sont en forme de cylindre de longueur 78cm et 4cm de diamètre.
- Un congélateur de capacité 1,4m³ avec des trous dont vingt pour les cellules et deux plus petits pour les thermomètres.
- Balance électronique avec incertitude de 0,01g.

- Micropipette de capacité de 500 μ L.
- Deux chariots (rack) qui ont vingt trous de chaque assurant le déplacement des cellules.
- Un générateur de courant qui délivre au maximum une tension de 70V et un courant de 10A pour alimenter les cellules.
- Un contrôleur d'unité électrolytique, programmé pour vérifier le débit du courant Q ($A.h^{-1}$) délivré par le générateur et la température autour des cellules. Si les cellules ont une température en dehors de l'intervalle de $-5^{\circ}C$ et $5^{\circ}C$, ce système coupe directement le courant.
- Système d'évacuation de gaz composé de vingt barboteurs liés chacun à une cellule.
- Dans chaque barboteur, on met de l'huile de paraffine pour contrôler le bon fonctionnement de ces cellules. Ceci du fait que c'est à partir du moment qu'on aperçoit des bulles d'air dans l'huile qu'on peut affirmer que les cellules sont opérationnelles. Les barboteurs sont reliés entre eux, au lieu de former un circuit fermé, le premier et le vingtième sont orientés vers le tuyau d'évacuation.



Figure 7: Cellules d'enrichissement électrolytique



Figure 8: Matériels d'enrichissement électrolytique

1.3.2.2. Produits pour l'électrolyse

- 2g de peroxyde de sodium pour éliminer les traces des produits volatils et augmenter la conductivité électrique.
- « spike » utilisé pour déterminer le rendement des cellules
- « Eau morte » pour vérifier la contamination.

1.3.3. Neutralisation

1.3.3.1. Matériels de neutralisation

Les matériels de neutralisation sont identiques à celui de la distillation. La différence en est que le nombre des matériels utilisés comprend dix unités et que leur volume est plus petite par rapport à celle de la distillation:

- Des chauffe ballon type W 8-100, 220V-155W
- Des ballons en verre de 100mL pouvant supporter une température jusqu'à 120°C
- Des réfrigérants d'environ 10cm de long
- Un multimètre est utile pour mesurer le pH de chaque échantillon.



Figure 9: Matériels de neutralisation

1.3.3.2. Produits nécessaires pour la neutralisation

- 8g de Chlorure de plomb pour neutraliser le chlorure de sodium présent dans l'échantillon enrichi.

1.4. Description du compteur à scintillateur liquide utilisé

1.4.1. Description

Nous utilisons le compteur à scintillateur liquide de marque TRI-CARB 3170/SL. Les données sont visualisées et traitées par les logiciels «Quanta Smart» et «Spectraworks».

L'appareil est équipé d'un double système de réduction de bruit de fond: blindage en plomb et compteur de garde en montage anti-coïncidence qui enveloppent la chambre de comptage.

Une électronique d'anti-coïncidence est utilisée pour neutraliser les événements détectés simultanément dans le compteur de garde et le liquide scintillant. La finalité de ce montage est de réduire d'avantage la contribution des rayonnements cosmiques dans le bruit de fond.

Le compteur à scintillation liquide comporte deux photomultiplicateurs entre lesquels vont se placer le flacon contenant le mélange du scintillant et l'échantillon à analyser. Chaque photomultiplicateur contient une photocathode, c'est-à-dire une couche émissive chargée de convertir les photons en provenance du scintillateur en électrons, lesquels sont

reçus ensuite dans un système d'étages multiplicateurs appelés dynodes. A la sortie de la dernière dynode, le nombre d'électrons initial a été multiplié par un facteur relativement important de 10^5 à 10^9 . Ce signal est ensuite transmis à un appareillage électronique approprié. Les deux photomultiplicateurs reçoivent les impulsions lumineuses délivrées par le scintillateur et les transforment en signal électrique, lesquelles après amplification ont des amplitudes proportionnelles à l'énergie des rayonnements β^- émis par le composé radioactif. Par conséquent le nombre de photons créés et donc, le nombre de photo électrons, est proportionnel à l'énergie du rayonnement ionisant.

Les échantillons sont mis dans des flacons en plastique de 20mL. Ces derniers sont ensuite déposés dans des cassettes portant le numéro du drapeau qu'on leur a associé.

Cet appareil a la capacité de contenir vingt cassettes dont chacune porte douze échantillons.

Il est réfrigéré par un réfrigérant autour de 13°C .



Figure 10: compteur à scintillation liquide

1.4.2. Principe de fonctionnement

Cette méthode est basée sur le principe que certaines substances émettent de la lumière après que leurs molécules aient été excitées par des collisions avec des particules de haute énergie par exemple, lorsqu'une substance émet un rayonnement β^- le liquide scintillant, ce dernier émet un photon qui se transforme en électrons dans la photocathode par effet photoélectrique; le nombre d'électrons primaires est multiplié par les dynodes secondaires émettrices à haute tension croissante.

Ce processus, appelé luminescence, se produit dans un liquide adéquat. Pour l'analyse de l'eau tritiée, l'échantillon est mélangée avec un liquide scintillant ou « cocktail » de constituants varies. Ce liquide scintillant doit bien se mélanger avec l'eau. Il transfère les énergies des électrons primaires en énergie fluorescente, puis en lumière fluorescente de basse énergie à l'intérieur de la gamme d'émission secondaire de la photo électrode du photomultiplicateur.

Le signal final est proportionnel à la tension et à l'énergie du rayonnement émis.

1.4.3. Evaluation du bruit de fond dans le laboratoire

Etant donné le bas niveau de Tritium que nos analyses envisagent d'atteindre, la détermination du Bruit de Fond « tritium » dans le laboratoire devient incontournable. Celle-ci doit être effectuée en routine et selon une procédure rigoureuse.

Les contaminations en tritium peuvent provenir de diverses sources :

- réacteurs nucléaires
- cibles utilisées dans des générateurs de neutron,
- sources de tritium utilisées en chromatographie en phase gazeuse,
- expériences médicales où le tritium est employé comme traceur.
- quelques types de montre ancienne avec les cadrans fluorescents,
- tritium atmosphérique qui est le plus sûr chez nous

La mesure du tritium exige de disposer d'une eau morte dont la concentration en tritium est nulle et bien isolée de l'atmosphère du laboratoire contenant des eaux à fortes concentrations en tritium (SPIKE, étalon).

Le contrôle du niveau de tritium dans le laboratoire nécessite l'installation d'un système de surveillance. La manière la plus simple est d'utiliser comme contrôleur l'eau du robinet stockée dans un bêcher pendant une période de deux semaines (évaporation de la moitié du volume initial) afin d'atteindre l'équilibre isotopique avec l'humidité

ambiante. Cette eau (eau de contrôle de contamination) est ensuite analysée par scintillation liquide (dans l'hémisphère

Sud la teneur en tritium dans l'humidité atmosphérique est entre 5 et 10UT). Toute augmentation du niveau de tritium entraîne l'arrêt des analyses et la recherche des causes de contamination.

Le deuxième moyen est d'analyser systématiquement dans toutes les électrolyses deux échantillons d'eaux mortes comme indicateurs de contamination. Si la concentration obtenue après enrichissement est anormale, il faut arrêter les analyses et faire une vérification de toutes les étapes d'analyses afin d'identifier l'origine de la contamination.

1.5. Description des appareils et matériels d'équipements pour l'entretien et la sécurité

1.5.1. Description des matériels pour entretien des équipements

Afin de réaliser ces procédures, nous utilisons

- un chauffe-eau de capacité 150L et de température jusqu'à 100°C
- Un étuve de capacité 1m³ et peut chauffer jusqu'à 300°C.
- Un distillateur de capacité 2,5L.h⁻¹.
- Un pistolet à air chaud (500°C).
- Un réfrigérateur.



Étuve de séchage



Distillateur

Figure 11: Matériels d'entretien

1.5.2. Description des matériels pour entretien de la salle

- Un aspirateur, et des matériels de nettoyage.

1.5.3. Description des matériels pour la sécurité

L'utilisation de gants et masques est nécessaire pour la radioactivité et les acides.

Des panneaux de signalisation de « défense de fumer, trèfle radioactif » sont obligatoires à l'intérieur et à l'extérieur du laboratoire.

Le port de dosimètre individuel est indispensable pour chaque personnel du laboratoire, et la vérification du laboratoire avec un dosimètre est faite systématiquement.

Chapitre II : APPLICATION DE L'ASSURANCE QUALITE AU LABORATOIRE D'ANALYSE DE TRITIUM DE L'INSTN

2.1. Procédures

Dans ce qui suit, les procédures mis en jeu consistent à poser les étapes et objectifs pour effectuer normalement le système d'analyse. Les étapes des procédures sont décrites comme suit:

2.1.1. But

Le principal but de l'installation du laboratoire de tritium est de déterminer quantitativement la concentration de tritium dans un échantillon d'eau donné.

2.1.2. Domaines d'application

La détermination quantitative de la concentration de tritium est faite dans le laboratoire d'analyse du tritium du département d'hydrologie isotopique de Madagascar-INSTN.

La concentration de tritium peut être déterminée dans différents types d'échantillons :

Eaux souterraines superficielles ou profondes

Eaux de pluie

Eaux de surfaces (rivières, lacs,...)

Les activités sont réalisées dans différents domaines :

Recherche : coopération technique entre INSTN et bailleurs de fond internationaux, partenariat entre INSTN et les institutions publiques ou privées.

Production : prestation de service ;

Formation : travaux de laboratoire pour les étudiants préparant le DEA et la thèse

2.1.3. Responsabilités

Le chef de département assure le suivi et la coordination des activités menées dans le laboratoire.

Le chef de département a pour rôle :

-de définir un plan de travail annuel du laboratoire

-d'établir le budget annuel du laboratoire

-d'évaluer les résultats d'analyses (méthode et processus utilisé)

-d'assurer le bon fonctionnement du laboratoire en terme d'équipement, des consommables. Il désigne un responsable du laboratoire pour assumer les suivis des analyses et évaluer l'efficacité des méthodes et processus utilisés. Le technicien du laboratoire a pour fonction d'exécuter les analyses des eaux et enregistre les résultats obtenus.

2.1 .4. Définitions

Voici quelques définitions appliquées durant l'élaboration de ce manuel d'assurance qualité :

Assurance de la qualité : Ensemble des activités préétablies et systématiques mise en œuvre dans le cadre du système qualité et démontrées en tant que de besoin pour donner la confiance appropriée en ce qu'une entité satisfera aux exigences pour la qualité (ISO 8402)

Enregistrement : Document qui fournit des preuves tangibles des activités effectuées ou des résultats obtenus.

ISO : International for Standardization Organization.

Fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation de quelques cent pays membres.

L'ISO est à l'origine de la publication d'un ensemble de normes qui font référence, au plan international, pour l'assurance qualité : la série des normes ISO 9000.

Méthode : Ensemble plus ou moins structuré de principes qui orientent les démarches et les techniques employées pour parvenir à un résultat.

Norme : Spécification technique établie en coopération et avec l'approbation générale de toutes les parties intéressées. Elle est fondée sur les résultats conjugués de la science, de la technologie et de l'expérience.

Procédure / Protocole : Manière spécifiée d'accomplir une activité par une description logique d'une suite d'actions.

Doit répondre aux questions : QUOI, QUI, OU, QUAND, COMMENT, POURQUOI

Processus : Ensemble des moyens et des activités liés qui transforment les éléments entrants en éléments sortants.

Toute activité qui génère un produit ou un service est un processus ou un enchaînement de processus.

Ces moyens peuvent inclure le personnel, les finances, les installations, les équipements, les techniques et les méthodes.

Traçabilité : Aptitude à retrouver l'historique, l'utilisation ou la localisation d'une entité au moyen d'identifications enregistrées.

2.1.5. Mode opératoire

La détermination quantitative de la concentration du tritium dans les échantillons d'eau comporte les différentes étapes suivantes :

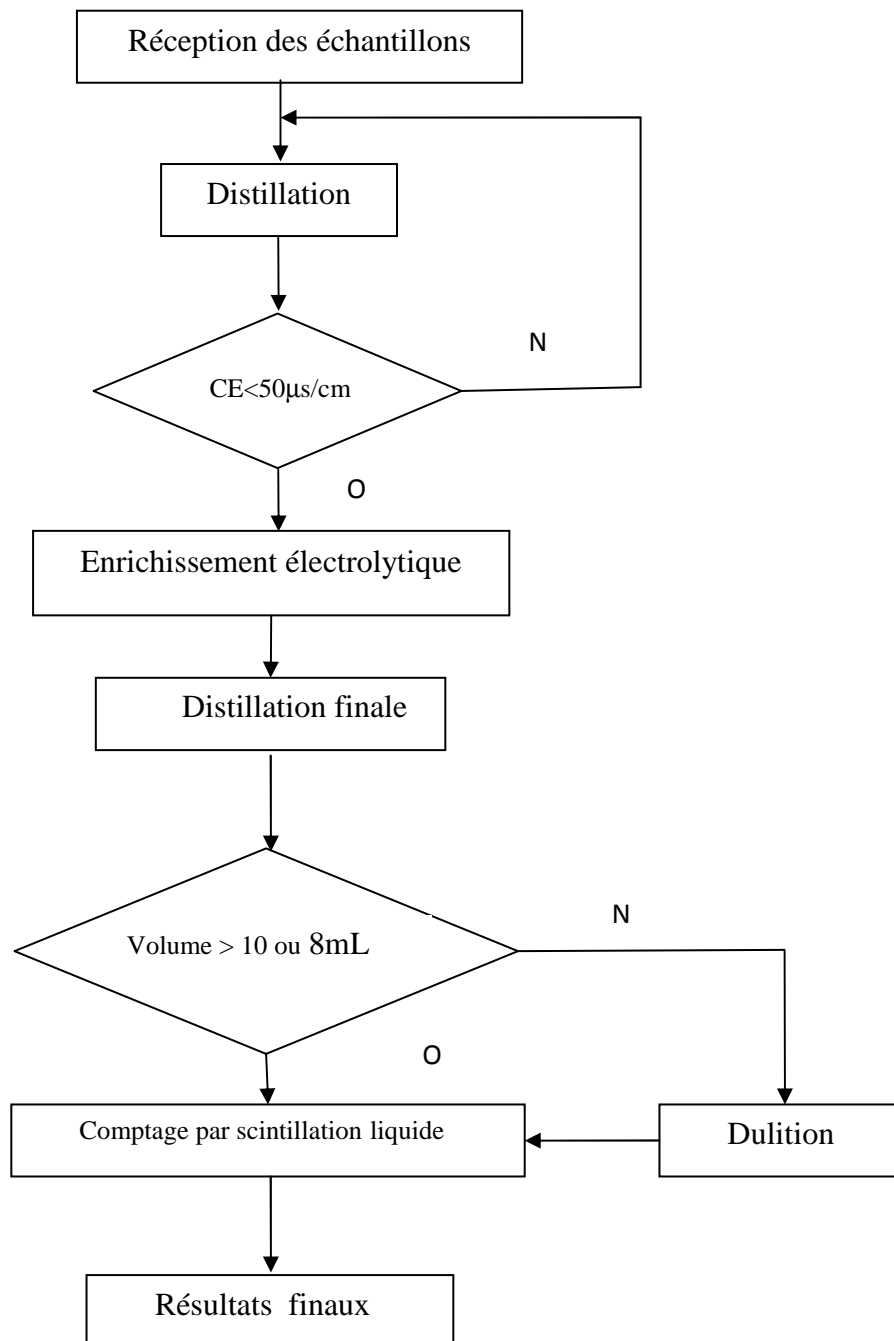


Figure 12: schéma du déroulement de l'analyse (traçabilité des mesurages)

2.1.5.1. Distillation

Objectifs

La distillation des échantillons, avant de les passer à la phase d'électrolyse, a pour principal objectif :

- réduire la conductivité électrique des échantillons jusqu' à 50 μ S/cm
- enlever les sels pouvant corroder ou empoisonner la couche de la cathode

Le volume d'eau distillée nécessaire pour l'électrolyse est de 500mL.

Principe

Tous les échantillons sont prétraités pour enlever toutes les espèces ioniques en appliquant

La distillation ne supprime pas les traces de liquides organiques volatiles, qui peuvent être présentes dans les échantillons, et qui peuvent causer la corrosion des électrodes. La présence de ces liquides, est mise en évidence par une effervescence excessive lors de l'addition du peroxyde de sodium.

Protocole

1. Placez devant chaque poste de distillation, l'échantillon et une bouteille de stockage d'un litre (utilisez une verrerie lavée et séchée, vérifiez s'il y a les joints d'étanchéités des bouteilles d'un litre)
2. Vérifiez si les systèmes de distillation sont bien connectés
3. Versez 550mL d'eau de chaque échantillon dans le ballon correspondant
4. Vérifiez s'il n'y a pas d'air dans les réfrigérants lors de la circulation d'eau
5. Utilisez un marqueur non soluble pour reporter le code échantillon sur les bouteilles d'un litre.
6. Démarrer la distillation (Position 7)
7. Distillez jusqu'à quelques cm³ en commençant par la position 3 du générateur du courant pendant 30mn et changer au position 7 ou plus.
8. Mesurez la conductivité des échantillons distillés. S'elle est supérieure à 50 μ s/cm distillez l'échantillon une deuxième fois (utilisez de l'eau morte pour rincer le conductimètre après chaque mesure).
9. Stockez les échantillons distillés à l'abri de la lumière
10. Lavez la verrerie (HCl 10% pour les ballons, eaux chaudes (6 fois), rinçage avec de l'eau distillé et étuvage à 110°C)

2.1.5.2. Electrolyse

Objectifs

L'enrichissement électrolytique consiste à extraire un petit volume d'eau, environ 15mL pour un échantillon de 500mL, et éliminer le proton et le deutérium contenant dans l'échantillon. Ce volume suffit pour l'analyse du tritium par comptage à scintillation liquide.

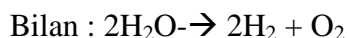
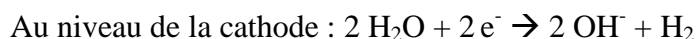
Principe de l'électrolyse

L'électrolyse se fait par application d'un courant très élevé «10A». Le fort courant de réduction entraîne une montée en température importante des électrodes par effet joule. Pour compenser les pertes d'eau par évaporation, les cellules sont installées dans une cuve réfrigérée et maintenue à une température autour de 0°C.

Une fois que les cellules ont atteint une température de 0°C dans l'unité de refroidissement. Une charge électrique de 1426Ah est appliquée par palier pendant 7 jours :

- 3,5A pour 24 heures
- 6A pour 24 heures
- 10A pour 5 jours
- finalement 3A-4A (atteindre 1426Ah le long demain à 9h)

Lors du passage du courant, les demi-réactions observées au niveau des deux électrodes sont les suivantes:



Le bilan de l'électrolyse fait apparaître que l'eau se décompose en oxygène et en hydrogène en proportion 1/3 et 2/3. L'isotope d'hydrogène lourd ^3H a généralement tendance à réagir plus lentement que l'isotope léger ^1H , ayant les atomes légers passent plus facilement dans la phase vapeur que les isotopes lourdes ^3H on obtient un enrichissement.

Protocole

1. Démarrer le réfrigérateur (fermez les trous du réfrigérateur par des bouchons)
2. Pesez dans les petits flacons de comptage 2g de Na_2O_2 (1,99g à 2,01g)
3. Placez sur la table les 20 fioles (15 échantillons, 3 SPK, 2 DW)

4. Placez devant chaque fiole (l'échantillon, 2g de Na_2O_2 , entonnoir)
5. Utilisez le tableau N°1 (Numéro de la cellule, Code échantillon, code labo, Observation....)
6. Les échantillons d'eaux distillées (échantillons, SPK et DW) et le peroxyde sont mélangés dans une fiole jaugée 500mL. Environ 250mL d'échantillon est ajouté au peroxyde de sodium (2g de peroxyde de sodium Na_2O_2 à chaque échantillon distillé). Les flacons sont secoués à des intervalles pour dissoudre le peroxyde; ensuite les flacons sont remplis jusqu'à 500mL (+/- 0,1mL).
- N.B travaillez dans cette ordre: DW, Echantillons et enfin SPK
7. Assemblez les cellules en mettant un petit peu d'huile de paraffine sur les joint des cathodes (vérifiez si les numéros des anodes, cathodes, joints de téflon et positions dans le rack sont les mêmes)
8. Pesez les cellules vides (utilisez la table N° 2)
9. Transférez les eaux des fioles dans les anodes (commencez par le SPIKE, Eau Morte et enfin les échantillons)
10. S'assurez que les 500mL sont transférés dans les anodes
11. Introduisez les cathodes dans les anodes doucement
12. Fermez les cellules par les bouchons
13. Enlevez les bouchons et pesez les cellules une par une (Utilisez le tableau N° 2)
14. Placez les cellules dans le réfrigérant en respectant la numérotation (1 à 20)
15. Connectez les cellules avec les tubes au système d'évacuation des gaz en respectant la numérotation de 1 à 20
16. Connectez les cellules au générateur de courant
17. Vérifiez les polarités (deux fois)
28. Sélectionnez la charge Q (1426Ah)
19. Après une heure de refroidissement des cellules, Switch On le générateur de courant et le système de contrôle
20. Augmentez doucement le courant (Utilisez le tableau N°3)
21. Vérifiez si les 20 cellules sont en marches (Bubblers !)
22. Notez les différentes infos (Utilisé le tableau N°3)
23. Appliquez les différentes étapes de courant (Utilisez le tableau N°5)
24. Vérifiez deux fois par jour (minimum) si les 20 cellules sont en marches, système d'évacuation, système de réfrigération, courant, tension, température....

Dans le cas où (une cellule ou plusieurs ne marche pas, le système de réfrigération n'est pas en marche, voltage très élevé, problème avec le générateur de courant) il est recommandé de stopper immédiatement l'électrolyse (éteindre le générateur de courant) et vérifier quel est la source du problème. Dans quelque cas il est recommandé de sortir les cellules et les peser une par une ensuite chercher la source du problème.

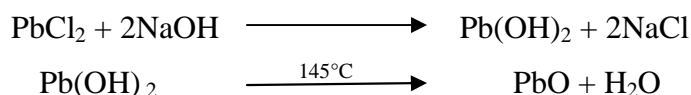
2.1.5.3. Neutralisation

Objectifs

L'objectif de la neutralisation est d'éliminer l'hydroxyde de sodium restant avec l'échantillon, et de réduire le pH pour le comptage par scintillation liquide soit acceptable. Cette valeur doit être comprise entre 5 à 7.

Principe

Les échantillons enrichis sont neutralisés avec du chlorure de plomb (8g) pour éliminer les sels (NaCl). Les réactions observées sont:



Protocole

1. Eteindre l'unité de réfrigération, générateur de courant, système de contrôle et laisser le système de ventilation en marche
2. Fermez les cellules par les bouchons
3. Retirez les cellules du système de refroidissement et séchez à température ambiante dans le Rack
4. Ouvrez le réfrigérant en laissant le système de ventilation en marche pendant une heure environ
5. Pesez les cellules une par une en remplissant la table n°3 (enlevez le bouchon lors de la pesée et le remettre après)
6. Placez 10 systèmes de neutralisation (numéroté de 1 à 10) en mettant dans chaque ballon 8g de PbCl₂.
7. Ouvrez la cellule N° 1 (en utilisant la clé) ensuite retirez la cathode en s'assurant que toute l'eau enrichie est restée dans l'anode
8. Placez la cathode dans le rack
9. Versez doucement l'eau de l'anode dans le ballon du poste N° 1
10. Fermez le ballon avec le bouchon et remuez jusqu'à dissolution du PbCl₂

11. Placez devant chaque poste de neutralisation, un flacon de 20mL portant le numéro de la cellule 1 à 20. (Utilisez un marqueur non soluble pour noter les numéros des cellules).
12. Vérifiez si les systèmes de distillation sont bien connectés (utilisez le téflon et la graisse pour une bonne étanchéité)
13. Vérifiez s'il n'y a pas d'air dans les réfrigérants lors de la circulation de l'eau
14. Démarrer la distillation (Position 7)
15. La distillation se fait entre 30 et 45mn, commencez par la position 7 et réduire à 3 durant les cinq dernières minutes.
16. Versez le distillat dans des flacons de 20mL (NEWS) numérotez de 1 à 10, vérifiez le pH (Utilisez le tableau N°4)
17. Répétez les étapes 6-16 pour les 10 autres cellules
18. Les 20 flacons sont stockés dans le réfrigérateur jusqu'au jour du comptage
19. Lavez les cellules et la verrerie

2.1.5.4. Comptage à scintillation liquide

Objectifs

LSC est la plupart de technique très connue utilisée pour la détection et la quantification de radioactivité beta. Cette technique analytique mesure l'activité des radionucléides à partir de taux des photons lumineux émis par le scintillant dans l'échantillon liquide.

Principe

Après distillation, une solution scintillante est ajoutée à l'échantillon. Le rayonnement émis par le tritium excite les molécules du scintillateur. Ces molécules reviennent à leur énergie d'équilibre en émettant des photons. La fluorescence émise par la molécule scintillante est située dans les longueurs d'ondes du bleu et du proche ultraviolet

L'intensité du signal lumineux est proportionnelle à l'énergie de la particule radioactive. Une photocathode transforme ce signal lumineux en une impulsion électrique proportionnelle à l'énergie de la particule β^- .

Un des facteurs limitant des comptages de la radioactivité est le bruit de fond noté σ_{BF} . Il est dû aux rayonnements cosmiques, à la radioactivité de l'environnement, mais aussi aux ustensiles utilisés et à l'électronique. Ce bruit de fond masque toute radioactivité qui lui est inférieure.

C'est la raison pour laquelle on estime que l'on a détecté une radioactivité lorsqu'elle est deux fois plus importante que le bruit de fond (critère $2\sigma_{BF}$). Arbitrairement, on n'accepte la mesure que lorsque la radioactivité de l'échantillon est au moins de l'ordre de $4\sigma_{BF}$.

Protocole

1. Préparation des mélanges scintillants : 20 échantillons enrichis, 2 SPIKE non enrichis, 2 eaux mortes non enrichies, 2 standards, eau de contrôle de contamination à l'intérieur et à l'extérieur du laboratoire sont préparés pour le comptage.

2. Ajout des échantillons neutralisés dans des flacons de 20mL. Le volume nécessaire est de 8g d'échantillon correspondant à 10g de liquide scintillant ou 10g d'échantillon pour 12g de liquide scintillant.

3. Si la masse de l'échantillon disponible est insuffisante, on la complète avec de l'eau morte en calculant le facteur de dilution

4. Fermeture des flacons

5. Emplacement des 28 flacons dans les 3 cassettes

6. Emplacement des échantillons dans le compteur à scintillateur liquide pendant quelques heures avant le démarrage du comptage

7. Création d'un protocole pour les 28 échantillons en utilisant les paramètres suivants:

- 10 cycles de 50mn chacun
- Fenêtre (énergie de chaque région d'intérêt de comptage): A (0,0 – 4,5) ; B (0,5- 6,0) ; C (0-2000KeV)
- Coïncidence: 20ns
- Temps de repos avant le comptage: 3mn
- Choix du mode de comptage: faible activité

8. Toutes les comptages doivent commencer par les 3 étalons (^3H , ^{14}C , BG) d'origine avec l'appareil et un flacon vide, portés par la porte numéro SNC

2.1.6. Enregistrements relatifs à la qualité

Le type d'enregistrement correspondant à chaque étape est détaillé ci-après.

Toutes les informations ou observations conformes à l'amélioration de la qualité doivent être mentionnées dans les fiches de résultats ou log book, pour chaque processus. Cela nous permet de détecter les erreurs lors de la manipulation et de conclure ou résoudre le problème convenablement.

2.1.6.1. Réception des échantillons

Les échantillons sont enregistrés dans l'ordinateur sur une base de données où le code est unique ou propre pour chaque laboratoire. Dans le laboratoire d'hydrologie isotopique d'analyse du tritium à l'Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires à Madagascar, nous proposons le code comme suit `XXxxxxM` dont l'indication est telle que :

- `XX` est l'année en cours de l'analyse, puisqu'on avait commencé par cette année 2008 d'où le début de la code par 08
- `xxxx` est le nombre consécutif d'analyse fait au laboratoire. Donc la première analyse a été affectée par le numéro 0001.
- la lettre `M` signifie que l'analyse a été faite à Madagascar par le biais du laboratoire de tritium au Madagascar-INSTN.

Au moment de la réception des échantillons, on doit noter les observations suivantes pour assurer la qualité lors des échantillonnages et le transport jusqu'au temps pour faire l'analyse :

- bouteille mal fermée
- bouteille avec fuite
- bouteille sans étiquette
- volume d'échantillon inférieur à 500mL.

2.1.6.2. Distillation

Le log book de la distillation comporte cinq colonnes représentées dans le tableau ci-dessous:

- le code échantillon a été complété par l'échantillonneur. Les échantillons doivent être étiquetés au moment de l'échantillonnage sur terrain. Ceci est contrôlé avant de faire l'analyse.
- le code laboratoire est choisi par le technicien du laboratoire (ex : 08001M pour notre laboratoire).
- la troisième colonne est réservée à la mesure de la conductivité électrique de l'échantillon juste avant de le distiller.

- après la distillation, on doit mesurer encore leur conductivité électrique pour savoir s'il est acceptable à l'enrichissement. Cette valeur est placée dans la quatrième colonne.
- si une deuxième distillation est recommandée, c'est à dire leur conductivité reste toujours supérieure à 50µS/cm, on note la valeur finale dans la dernière colonne.

On note toujours la date de l'opération au dessus.

Lors de la distillation, quelques fausses manipulations peuvent arriver et parfois on doit recommencer la distillation. Dans le pire cas, l'échantillon peut être contaminé. Pour cela, on doit mentionner les observations incorrectes pour pouvoir contrôler simultanément les erreurs survenues à des résultats telles que :

- coupure de courant
- coupure de l'eau de robinet
- conductimètre non lavé à l'eau distillée
- débit de l'eau insuffisant
- mélange de l'huile de paraffine avec l'échantillon distillé
- fuite sur le ballon ou/et bécher
- ballon caché

2.1.6.3. Enrichissement électrolyse

L'enregistrement des résultats obtenus lors de l'enrichissement électrolytique doit être mentionné dans les tableaux suivants:

Le tableau n°1(voir page annexe) est réservé pour l'arrangement ou l'emplacement des 15 échantillons, les « spike » et les eaux mortes (Died Water) dans les cellules d'enrichissement. Ce tableau comporte 4 colonnes dont:

- le numéro de la cellule, le code laboratoire, le code échantillon et l'observation s'il y a lieu.
- La fiche doit être datée et porte le numéro de l'électrolyse.

Le tableau n°2 (voir page annexe) est consacré au résultat de la masse de chaque cellule. Il est divisé en 4 colonnes dont:

- le numéro de la cellule
- la masse de la cellule vide
- la masse de la cellule remplie d'échantillon juste avant l'électrolyse
- enfin, la masse de la cellule contenant l'échantillon après l'électrolyse.

Le tableau n°3 (voir page annexe) est réservé pour le contrôle de l'appareil d'enrichissement. Il est toujours porté la date de l'opération suivi le numéro de l'électrolyse. Ce tableau contient les indications suivantes:

- la date et l'heure de contrôle (du début de démarrage de l'appareil jusqu'à la fin)
- la charge passée et restante à chaque moment de contrôle
- le courant appliqué et la tension indiquée au moment de faire le contrôle
- les températures respectivement à l'intérieur du réfrigérant, et à chaque côté (gauche et droite) de cet appareil à chaque moment de contrôle
- la dernière colonne est réservée pour l'observation.

Pour l'électrolyse, ces remarques doivent être trouvées dans le log book en cas de défaillance lors de la manipulation:

- volume de l'échantillon inférieur à 500mL
- cellule défectueux
- coupure de courant
- thermomètre insensible

2.1.6.4. Neutralisation (distillation finale)

Ce tableau n°4 (voir page annexe) concerne les résultats obtenus après la distillation finale ou neutralisation. Les valeurs de pH pour chaque échantillon doivent être notées dans cette fiche. Elle est partagée en 4 colonnes telle qu'on retrouve dans le tableau ci-après :

- le numéro de la cellule
- la valeur de pH mesurée
- le code échantillon
- l'observation s'il y a lieu.

Il porte toujours la date de l'opération.

Cette manipulation est similaire à celle de la distillation, sauf la différence demeure sur la capacité des matériels utilisées. Donc, le problème qu'on peut rencontrer est pareil à part de l'utilisation de la balance et le produit nécessaire.

2.1.6.5. Comptage par scintillation liquide

Les résultats durant la préparation des échantillons avant le comptage sont notés dans le tableau n°5 (voir page annexe). L'entête de cette fiche se compose comme suit:

- le numéro de la mesure pour LSC
- le numéro de l'électrolyse et la date de la préparation avant le comptage.

En effet, ce tableau est partagé en 28 lignes et 6 colonnes représenté comme suit :

- les lignes contiennent le nombre des flacons que l'on met dans le rack. Il comporte le n°1 jusqu'à 28.
- les colonnes contiennent le numéro de la cellule, le code laboratoire, la position dans le rack du LSC ou numéro du flacon, la masse du flacon vide, la masse de l'échantillon et le facteur de dilution en cas de dilution.

Les résultats du comptage seront imprimés directement à partir de l'ordinateur et ils ont été transférés dans la base des données ensuite pour avoir les résultats finaux.

Préparation avant comptage

La préparation du cocktail nécessite une véritable précision car l'incertitude acceptable reste toujours à 0,01 pour la balance utilisée. L'excès ou l'insuffisance du volume de l'échantillon pourrait fausser le résultat final lors du comptage. Pour cela, on doit noter toutes les observations sur le log book telles que:

- volume de l'échantillon pour calculer le facteur de dilution
- flacon mal fermé

Comptage

S'il y a une coupure de courant durant le comptage, on doit enregistrer le temps de l'interruption du comptage dans le log book.

Organisation de données

Toutes les données sont traitées dans l'ordinateur avec le logiciel Excel pour avoir les résultats finaux et y sont enregistrés.

2.1.7. Références

Pour les analyses au laboratoire, les références applicables correspondent à la norme suivante:

-CEI/ISO 17025: Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.

2.1.8. Annexes

Pour le moment, les annexes ne sont pas encore établies car on est en cours d'élaboration.

2.2. Contrôle qualité des analyses

2.2.1. Distillation

- Pour éviter tout fractionnement isotopique, des perles de verre sont employées pour diminuer l'effet de l'effervescence pendant la distillation.
- Le débit de l'eau circulant dans le réfrigérant doit être suffisant pour éviter le réchauffement de vapeur d'eau qui coule vers le bécher, environ 1.5L/mn.
- L'intensité du courant alimentant le chauffe ballon doit être augmenté par séquence en commençant par la position 3 du générateur ensuite à la position 7 pour avoir l'équilibre de température entre le ballon et la chauffe ballon. L'augmentation brusque de l'eau dans le ballon provoque un déplacement de l'échantillon non distillé vers le bécher. La distillation continue jusqu'à ce que l'échantillon devienne complètement sec.
- Pour ne pas se tromper sur la mesure de la conductivité, il faut toujours rincer le multimètre avec de l'eau distillée.
- Analyser l'eau de robinet comme indicateur de l'humidité à l'intérieur et à l'extérieur du laboratoire en les laissant s'évaporer jusqu'à la moitié de son volume initial pour la contrôle de contamination.

En effet pour minimiser la contamination des échantillons par le tritium atmosphérique lors de la distillation, isolons-les de son environnement par un barboteur rempli d'huile de paraffine.

2.2.2. Enrichissement électrolytique

- Dans chaque enrichissement, on utilise trois cellules avec une eau d'activité connue (SPIKE) et deux cellules remplies par une eau morte (activité du tritium nulle). La première catégorie de cellules est utilisée pour le calcul du facteur d'enrichissement c'est-à-dire le rapport des activités avant et après enrichissement, la deuxième catégorie pour savoir s'il y a eu une contamination des échantillons lors de la préparation. On peut atteindre par cette méthode un facteur d'enrichissement variant entre 18 à 38.
- L'utilisation de l'eau morte est indispensable pour le contrôle de contamination afin de vérifier la fiabilité de la technique de manipulation.

- Une fois le courant coupé, les cellules sont immédiatement enlevées du système de refroidissement et séchées à température ambiante, puis pesées. L'eau enrichie restante est récupérée dans des ballons de 100mL ensuite neutralisée.
- Pour minimiser le dégagement de l'oxygène, au cours de l'addition de peroxyde de sodium, les fioles doivent être débouchées et ne doivent pas rester longtemps (pas plus de 30mn), car ceci peut diminuer la masse de l'échantillon.

2.2.3. Neutralisation

- Pour avoir un maximum de volume d'eau, il faut sécher bien la solution (échantillon + PbCl_2). Ceci est marqué par la déviation de la couleur en rouge.
- Utiliser plusieurs micropipettes pour chaque échantillon pour éviter la confusion et le risque de contamination avec le «spike».

2.2.4. Comptage à scintillation liquide

Afin d'assurer un contrôle des résultats fournis par le compteur à scintillation liquide et vérifier ainsi qu'il n'y a pas eu les problèmes de préparation et d'analyse sur un flacon, il semble intéressant de prévoir le dispositif suivant:

- Analyser des blancs laboratoires (utilisation des eaux mortes) pour déterminer le bruit de fond de l'appareil
- Mesurer en même temps le taux de comptage des eaux mortes enrichies et non enrichies de façon à comparer les résultats pour connaître l'existence de la contamination au cours de la préparation de l'enrichissement du tritium
- Utiliser des standards (^3H et ^{14}C) pour étalonner l'appareil

CHAPITRE III : EXPLOITATION DES RESULTATS ET INTERPRETATIONS

3.1. Résultats des analyses

Notons que les échantillons analysés proviennent des forages (eaux souterraines) de la région sud de Madagascar. L'échantillonnage de ces quinze échantillons a été fait au mois de mai 2008 par l'équipe de l'INSTN en collaboration avec le projet d'Alimentation en Eau Potable et Assainissement dans les milieux ruraux.

3.1.1. Réception des échantillons

Lors de la réception des échantillons, on a vérifié les bouteilles (volume, fermeture, code) et on a contrôlé les informations sur les paramètres physiques mesurées sur terrain dans le log book terrain. Aucune observation n'a été faite.

3.1.2. Enrichissement électrolytique

3.1.2.1. Distillation

Les résultats de la distillation sont notés dans le tableau suivant :

Tableau 3: Résultat de la distillation initiale

Date:08/06/08.....

Code échantillon	Code laboratoire	CE avant distillation (µS/cm)	CE après 1 ^{ère} distillation (µS/cm)	CE après 2 ^{ème} distillation (µS/cm)
B2	08001M	2930	30	
B4	08002M	304	16	
B5	08003M	218	10	
B6	08004M	432	8	
B10	08005M	1982	45	
B11	08006M	212	5	
B12	08007M	1424	12	
B13	08008M	1595	43	
B14	08009M	234	5	
B15	080010M	422	32	
B16	080011M	1374	10	
B16bis	080012M	3240	89	41
B17	080013M	604	41	
B18	080014M	306	8	
B19	080015M	119	6	

3.1.2.2. Electrolyse

L'enrichissement électrolytique comporte trois étapes dont les résultats de chaque étape sont regroupés dans chaque tableau ci-dessous:

Tableau 4: Emplacement des échantillons dans les cellules

N° Cell	Code laboratoire	Projet/ code échantillon	Observation
1	08001M	B2	
2	08002M	B4	
3	SPK		
4	DW		
5	08005M	B10	
6	08006M	B11	
7	08007M	B12	
8	08008M	B13	
9	08009M	B14	
10	SPK		
11	DW		
12	080012M	B16bis	
13	080013M	B17	
14	080014M	B18	
15	08015M	B19	
16	08003M	B5	
17	SPK		
18	08004M	B6	
19	080010M	B15	
20	080011M	B16	

Tableau 5: Emplacement des échantillons dans les cellules

Date:08/06/08.....

Cell N°	Masse de la cellule Vide	Masse de la cellule plus échantillon "avant électrolyse"	Masse de la cellule plus échantillon "après électrolyse"
1	2507,68	3008,07	2522,76
2	2502,45	3002,88	2517,85
3	2515,18	3016,00	2530,37
4	2532,53	3033,12	2546,44
5	2518,45	3018,79	2531,12
6	2516,46	3017,01	2528,49
7	2520,7	3021,51	2533,59
8	2505,85	3006,38	2519,7
9	2512,44	3013,11	2526,99
10	2486,38	2987,11	2500,78
11	2512,32	3012,42	2527,55
12	2513,05	3013,31	2527,79
13	2497,1	2996,47	2512,47
14	2542,33	3043,3	2558,58
15	2511,8	3012,54	2528,65
16	2498,42	2999,11	2514,73
17	2510,42	3011,51	2524,28
18	2504,84	3004,51	2518,59
19	2515,68	3016,33	2529,68
20	2540,42	3041,19	2552,89

Tableau 6: Fonctionnement de l'appareil pendant l'enrichissement électrolytique

Electrolyse N°:04

De:....10/06/08..... à16/06/08.....

"Q" AH:.....1420..... Volume ml: 500

Date	Heure	"Q" /AH/		Courant en A	Tension en V	Temp en C°	thermomètre		Observation
							N°1	N°2	
		Charge restante	Charge passée						
10/06/08	12 h00	1420	00	3,5	32,6	0,5	00	00	
10/06/08	15h 15	1408	12	6	52,5	1,5	1,0	1,0	
11/06/08	09h14	1300,10	119,90	10	56,5	-1,4	-2,0	-2,0	
12/06/08	10h 35	1048,38	371,62	10	54,1	-1,1	-2,0	-3,0	
13/06/08	08h 53	825	595	10	53,0	1,8	1,0	2,0	
16/06/08	11h 37	78,55	1341,45	6	46,3	1,9	1,0	2,0	
16/06/08	17h 00	46,96	1373,04	3,5	44,8	1,0	-1,0	-2,0	
17/06/08	08h 00	00	1420	00	00	-1,2	-2,0	-2,0	

3.1.2.3. Neutralisation

Tableau 7: pH des échantillons après la neutralisation

Le tableau ci-dessous indique les résultats obtenus après la neutralisation :

Date.....17/06/08.....

N° Cellule	pH	Code échantillon	Observation
1	6,95	08001M	
2	6,54	08002M	
3	5,96	SPK	
4	6,78	DW	
5	6,25	08005M	
6	6,58	08006M	
7	6,48	08007M	
8	5,98	08008M	
9	6,25	08009M	
10	6,38	SPK	
11	6,74	DW	
12	6,84	080012M	
13	5,88	080013M	
14	6,59	080014M	
15	6,34	08015M	
16	6,95	08003M	
17	6,77	SPK	
18	5,66	08004M	
19	5,98	080010M	
20	6,48	080011M	

3.1.3. Comptage par scintillation liquide

Le tableau suivant contient les résultats lors de la préparation du cocktail avant le comptage.

Tableau 8: Emplacement des flacons dans l'appareil pour comptage

LSC mesure N°: ...04.....

Electrolyse N°:04.....

Préparation des échantillons le:10/06/08.....

N° cellule	Code laboratoire	Position dans le rack du LSC (N° du flacon)	Masse du flacon vide (g)	Masse de l'échantillon (g)	Facteur de dilution *
1	08001M	1	6,45	10	1
2	08002M	2	6,68	10	1
3	SPK_AE	3	6,30	10	1
4	DW_AE	4	6,68	10	1
5	08005M	5	6,63	9,86/10,12	1,02
6	08006M	6	6,66	8,79/10	1,13
7	08007M	7	6,63	9,85/10	1,01
8	08008M	8	6,60	10	1
9	08009M	9	6,72	10	1
10	SPK_AE	10	6,23	10	1
11	DW_AE	11	6,30	10	1
12	080012M	12	6,59	10	1
13	080013M	13	6,28	10	1
14	080014M	14	6,38	10	1
15	08015M	15	6,69	10	1
16	08003M	16	6,65	10	1
17	SPK_AE	17	6,58	10	1
18	08004M	18	6,71	10	1
19	080010M	19	6,65	10	1
20	080011M	20	6,29	9,72/9,99	1,02
	DW_BE	21	6,51	10	1
	SPK_BE	22	6,42	10	1
	STD	23	6,64	10	1
	DW_BE	24	6,62	10	1
	SPK_BE	25	6,29	10	1
	STD	26	6,55	10	1
	Hum_int	27	7,25	10	1
	Hum_ext	28	7,07	10	1

Tableau 9: Résultats des taux de comptage des échantillons

N°	Code labo	N°flac	c y c l e									
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	08001M	1	955	732	658	664	722	955	732	658	664	722
2	08002M	2	999	1029	1027	1015	1043	999	1029	1027	1015	1043
3	SPK_AE	3	871	898	882	875	889	871	898	882	875	889
4	DW_AE	4	2	1	2	1	1	1	1	1	1	1
5	08005M	5	2	2	1	1	1	1	1	1	1	1
6	08006M	6	2	1	2	1	1	2	1	1	1	1
7	08007M	7	2	2	1	1	1	2	1	1	1	1
8	08008M	8	2	2	1	2	1	2	2	1	2	1
9	08009M	9	2	2	2	2	1	2	2	2	2	1
10	SPK_AE	10	2	2	1	1	2	2	2	1	1	2
11	DW_AE	11	2	2	1	2	1	2	2	1	2	1
12	080012M	12	2	3	3	2	2	2	3	3	2	2
13	080013M	13	3	2	2	2	2	3	2	2	2	2
14	080014M	14	3	2	1	1	1	3	2	1	1	1
15	08015M	15	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
16	08003M	16	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
17	SPK_AE	17	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
18	08004M	18	3	2	2	2	2	3	2	2	2	2
19	080010M	19	3	2	2	2	2	3	2	2	2	2
20	080011M	20	3	3	2	3	2	2	3	2	2	2
	DW_BE	21	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	SPK_BE	22	38	38	40	40	38	38	38	40	40	38
	STD	23	415	416	421	421	420	415	416	421	421	420
	DW_BE	24	1	1	1	1	1	1	1	1	2	1
	SPK_BE	25	39	39	38	38	40	39	39	38	38	40
	STD	26	415	416	421	421	420	415	416	421	421	420
	Hum_int	27	1	2	1	2	1	1	1	1	1	1
	Hum_ext	28	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1

Tableau 10: Résultats finaux d'analyses des échantillons

Code échantillon	Facteur d'enrichissement	Activité A_T	Facteur de dilution	Résultats corrigés
08001M	22.4473859	0.27	1	0,26572374
08002M	22,0389982	0.28	1	0,27515916
08005M	26,1779233	0,92	1,02	0,93646516
08006M	27,4006983	1,25	1,13	1,41732258
08007M	25,7178834	0,90	1,01	1,34334762
08008M	24,1639778	0,94	1	0,93922267
08009M	23,1263973	2,97	1	2,97000891
08012M	22,9107147	2,50	1	2,5012148
08013M	22,1854732	1,04	1	1,0448594
08014M	20,9924651	2,21	1	2,20737665
08015M	20,374867	2,28	1	2,2816683
08003M	20,9531281	2,21	1	2,21163726
08004M	24,4202599	2,33	1	2,3311878
08010M	23,9222469	2,39	1	2,38515507
08011M	26,4976052	2,66	1,02	2,71801137

3.2. Contrôle des qualités de résultats

3.2.1. Résultat du contrôle d'humidité atmosphérique

Après avoir analysé l'eau du robinet exposé à l'intérieur et à l'extérieur du laboratoire évaporée jusqu'à la moitié de son volume initiale, on a obtenu la valeur moyenne du teneur en tritium atmosphérique 1,25UT. Cette valeur n'est autre que la concentration moyenne du tritium atmosphérique dans la ville d'Antananarivo [16]. On pourra dire que l'hémisphère sud est moins pollué par le tritium par rapport à l'hémisphère nord à cause des plusieurs test nucléaires qui y a lieu au milieu des années 60.

3.2.2. Résultat du contrôle de contamination

L'activité d'eau morte enrichie donne une valeur de 0,13UT. Cette valeur est minime par rapport à la valeur de l'activité de chaque échantillon analysé. Donc, le risque de contamination est négligeable, on dirait que l'analyse se déroule dans les conditions normales.

3.2.3. Résultat du blanc laboratoire

La figure ci-dessous montre la variation de l'activité du bruit de fond de l'appareil en CPM.

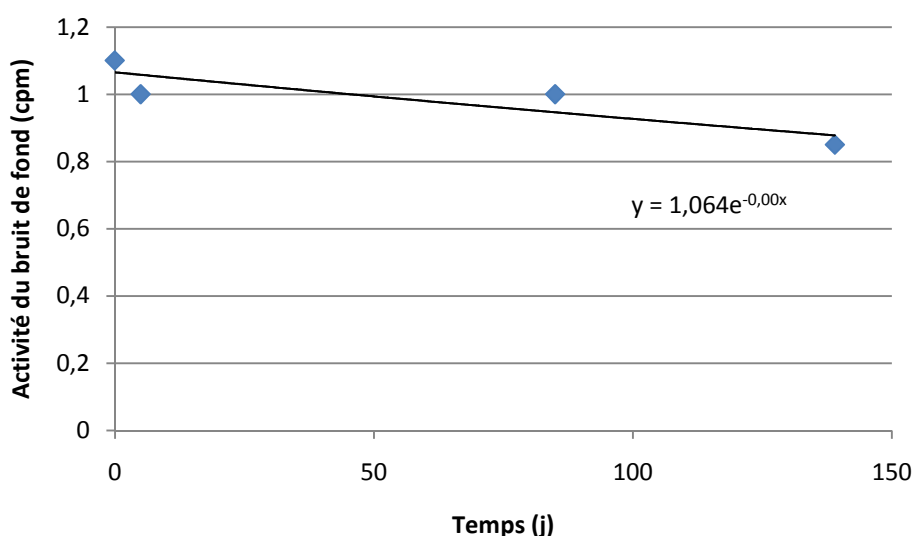


Figure 13: variation de bruit de fond

Cette courbe a tendance de se décroître de façon exponentielle jusqu'à obtenir le bruit de fond normal de appareil qui est de valeur à peu près 0,8cpm. Pour notre analyse, le bruit de fond de l'appareil détecté a été d'une valeur environ 1,1cpm. Cette valeur ne diffère pas trop de la valeur idéale de l'appareil, donc on peut l'accepter.

3.2.4. Résultat du contrôle de fonctionnement des cellules électrolytiques

La figure suivante montre la variation du facteur d'enrichissement Z de chaque cellule entre deux analyses différentes.

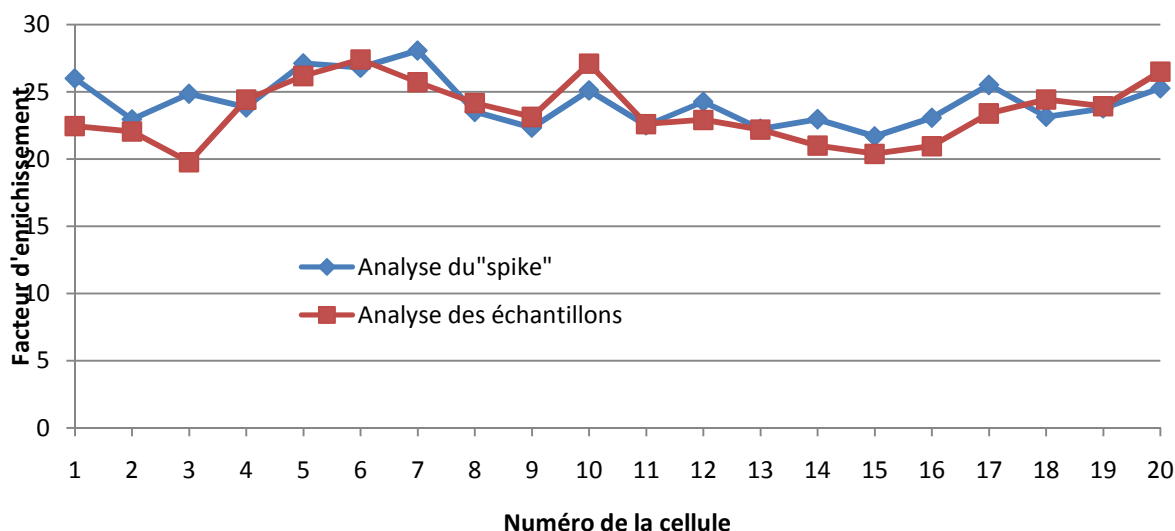


Figure 14: variation de facteur d'enrichissement

Dans la première analyse (bleu), les cellules sont remplies de «spike» seulement, en calculant le performance d'enrichissement P, on a trouvé une valeur moyenne de 0,89 et la valeur moyenne du facteur Z a été 24,24.

Pour notre analyse, trois cellules seulement ont été remplies de "spike", la valeur moyenne de la performance P obtenue a été 0,88. La valeur moyenne du facteur Z pour chaque cellule est de 23,89.

En comparant ces différentes valeurs, on constate que les deux analyses sont à peu près identiques, c'est-à-dire les valeurs obtenues ne varient pas trop. Donc, la préparation des échantillons a été faite dans la durée normale.

3.2.5. Résultat du fonctionnement de l'appareil de comptage LSC

La figure ci-dessous montre la variation de l'activité du «spike » au cours de quatre analyses consécutives faites dans le laboratoire de tritium à l'INSTN.

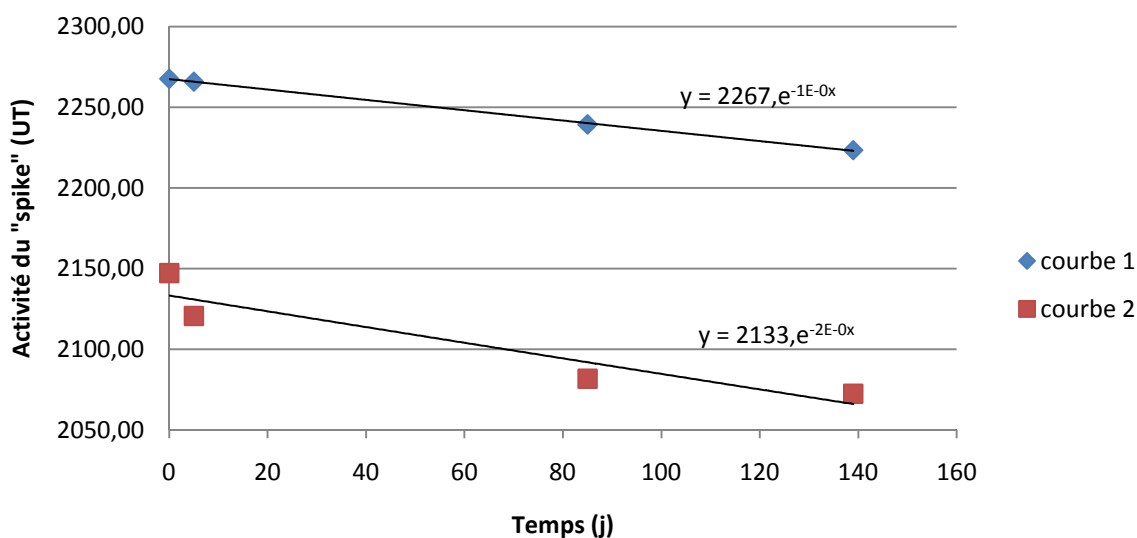


Figure 15: variation de l'activité du «spike»

La courbe 1 est la variation de l'activité calculée à partir de la formule de décroissance radioactive (valeurs théoriques).

La courbe 2 donne la variation de l'activité du «spike» pendant les quatre analyses faites au laboratoire, donc ce sont des valeurs expérimentales.

En analysant ces deux courbes, on peut conclure qu'elles ont la même structure mais la différence demeure sur la qualité ou la faiblesse de la quantité de nombre des coups enregistrés par l'appareil. Cette incertitude pourrait être due à la dilution avec de l'eau distillée lors de la préparation du «spike».

3.3. Interprétation des résultats

3.3.1. Distillation

D'après le tableau 3 montrant les résultats de la distillation, nous pouvons en déduire les constatations suivantes:

- Tous les échantillons distillés ont des conductivités inférieures à $50\mu\text{S}/\text{cm}$ après la première distillation, sauf l'échantillon B16bis/08012M à cause de sa forte conductivité au départ.
- Le volume nécessaire pour l'électrolyse est atteint.
- Aucun risque d'accident ne s'est passé pendant l'opération (court circuit, verre caché), ni intervention des bouteilles.

- Tous les échantillons ont commencé à bouillir presque à même temps (15mn après le changement du générateur à la position 7).

En effet, on peut confirmer que la distillation s'est déroulée normalement et sans risque de contamination. Donc, on peut assurer la fiabilité des résultats obtenus.

On n'a pas arrêté la neutralisation qu'après le séchage complète du réfrigérant, on n'a pas de souci pour la perte de tritium.

3.3.2. Electrolyse

La valeur moyenne (écart type) de la masse des échantillons avant l'électrolyse, c'est-à-dire durant l'addition du peroxyde de sodium, est respectivement $(498,91 \pm 0,415)$ g. La valeur de l'écart type montre que tous les échantillons ont été préparés en même temps.

D'après le tableau 4 contenant les résultats des masses des échantillons après l'électrolyse, la valeur moyenne des échantillons est de l'ordre de 12,84 avec une variance de 1,31. Ceci signifie que le risque d'évaporation par effet joule pendant l'enrichissement est négligeable, donc la méthode appliquée était favorable, c'est-à-dire le réglage de l'appareil d'enrichissement suivant le mode opératoire est respecté (voir tableau n°4 de l'électrolyse).

Le volume des échantillons ne s'écarte pas trop du volume de l'échantillon contenant le peroxyde de sodium. Ce qui veut dire que le temps de préparation juste avant de les verser dans les cellules est très court, car le volume du gaz dégagé est acceptable (environ 1g).

Aucune observation particulière n'a pas eu constaté durant l'enrichissement électrolytique. Le temps estimé pour faire l'électrolyse est environ 7jours, donc dans les normes. Ce qui marque le bon déroulement de l'enrichissement électrolytique.

Durant l'électrolyse, la température à l'intérieur du congélateur est toujours maintenue entre -3 à 3°C . Ce qui veut dire qu'il n'y a aucun risque d'évaporation par effet joule se produisant à l'intérieur de chaque cellule.

En calculant le facteur d'enrichissement Z, on trouve une valeur moyenne de 23,89. Cette valeur est proche de la valeur de référence de chaque cellule. La valeur moyenne de la performance d'enrichissement P est de l'ordre de 0,88, on peut donc dire que les performances des cellules sont relativement uniformes.

Finalement, on peut conclure que les échantillons sont bien préparés et la méthode indiquée dans le mode opératoire est respectée.

3.3.3. Neutralisation

Les résultats enregistrés dans le log book présentant les valeurs de pH après la distillation finale donnent des valeurs comprises entre 5 à 7. Cette valeur est acceptable pour le comptage.

Le volume exigé (8mL ou 10mL) pour le mélange scintillant à introduire dans le compteur à scintillation liquide est obtenu, cela veut dire que la neutralisation a été bien faite. La dilution des échantillons après la neutralisation n'est plus nécessaire, donc il n'y a pas de risque de contamination avec l'eau distillée.

L'enregistrement de chaque résultat est toujours respecté, cela veut dire que la fiabilité des résultats est maintenue.

3.3.4. Comptage à scintillation liquide

D'après le tableau des résultats des comptages, nous pouvons conclure:

- La valeur moyenne du comptage de coups détectés des eaux mortes non enrichies (position 21 et 24) est 1,10cpm, ce qui est équivalent au bruit de fond du compteur à scintillateur liquide.
- La valeur moyenne du comptage de coups détectés des eaux mortes enrichies (position 4 et 5) est 1,20cpm (0,24UT), cette valeur nous confirme qu'elles sont exactement idéales à notre analyse. La contamination est donc négligeable.
- La valeur moyenne du nombre de coups détectés de l'étalon N°1 est 418,60cpm lorsque son activité était 24000,18UT à la date de préparation (22/06/2008). On en déduit l'efficacité de l'appareil qui est de 24,38% lors de cette analyse. Ce résultat permet de calculer les activités des autres échantillons.
- Les activités de l'eau de contrôle de contamination à l'intérieur et à l'extérieur du laboratoire (position 27 et 28) sont respectivement 0,7cpm (0,13UT) et 0,9cpm (0,15UT), ces valeurs sont presque égales donc, il n'y a pas de contamination à l'intérieur du laboratoire. Cette valeur est l'activité atmosphérique du tritium à Antananarivo.
- L'écart type de 10 cycles de comptage pour chaque échantillon à forte activité standard et «spike» est en moyenne 2,85 et 0,41 pour les échantillons à faible activité, ce qui nous permet de déduire que les comptages pour chaque échantillon sont stables.

3.4. Validation des résultats des analyses

Comme on a mentionné que la validation des résultats d'analyse dépend de plusieurs paramètres tels que:

- le temps de comptage
- la limite de détection
- l'activité minimale détectable
- l'énergie de chaque région d'intérêt.

On pourra déduire les conclusions suivantes:

Le tritium direct a pour limite de détection (LLD) de 6UT, avec une précision de ± 7 à 8UT, dépendant le temps de comptage et le tritium contenu actuel. Pour le tritium enrichi, la limite de détection est 0,8UT avec une erreur de $\pm 0,8$ UT.

Pour notre analyse, nous avons trouvé en appliquant la formule (19) calculant la limite de détection, le résultat suivant: $LLD = 0,818 \pm 0,8$ UT et à partir de la formule (21), on a efficacité = 24,38%. Ce qui signifie que le choix du temps de comptage est convenable à notre mesure.

Le tableau 9 montrant les résultats finaux des échantillons donnent de valeur minimale d'activité du tritium évaluée à 0,27UT. Cette valeur est relativement supérieure à la valeur de la limite de détection, donc on peut dire que les résultats sont fiables et acceptables.

Concernant la déviation standard pour chaque comptage, il varie de 0 à 0,52 pour les échantillons. Quand on applique la réjection de procédure, toutes les analyses des échantillons dont la différence entre le taux de comptage individuel N_i et la valeur moyenne du taux de comptage N en valeur absolue est inférieure à $2,8u_x$ seront rejetés. Or, la valeur maximale de cette différence ne dépasse pas $2,8u_x$ pour tous les comptages, d'après le tableau ci-dessous. Cela veut dire que tous les résultats des comptages sont tous acceptables.

Tableau 11: Comparaison entre la valeur maximale de $N-N_i$ pour chaque comptageavec la valeur de $2.8 \cdot u_x$

Abs($N-N_i$)	$2.8 \cdot u_x$
208,80	320,395267
20,40	43,6017533
15,00	28,6154581
0,80	1,18058366
0,80	1,18058366
0,70	1,3525285
0,70	1,3525285
0,40	1,44591378
0,20	1,18058366
0,40	1,44591378
0,40	1,44591378
0,60	1,44591378
0,80	1,18058366
1,40	2,36116732
0,00	0
0,00	0
0,00	0
0,80	1,18058366
0,80	1,18058366
0,60	1,44591378
0,90	0,88543774
1,20	2,89182757
2,40	7,60537821
0,90	0,88543774
1,20	2,20866979
2,40	7,60537821
0,10	0,8854265
0,30	1,3525285

CONCLUSION

La présente étude effectuée à l'Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires au département d'hydrologie Isotopique, a pu montrer la fiabilité de la technique utilisée et la sûreté des résultats obtenus à la fin des analyses suivant les procédures d'enrichissement électrolytique du tritium,

Ces techniques sont basées sur l'assurance et le contrôle de qualité des mesures et le savoir-faire,

D'après l'analyse des «spike», nous avons constaté que la valeur moyenne du facteur d'enrichissement est de 23,55 et celle du paramètre d'enrichissement est de 0,88 pour notre analyse, Ces valeurs montrent le bon fonctionnement des cellules, Les écarts types sont respectivement 2,16 et 0,02, ce qui veut dire que les cellules ont la même performance, Par conséquent, on peut confirmer la bonne préparation de nos échantillons et la bonne manipulation de l'appareil d'enrichissement électrolytique,

Le comptage des eaux mortes a donné un bruit de fond assez faible, étant égal à 1,10cpm, Donc, on a bien choisi la référence exigée, L'analyse des eaux de contamination à l'intérieur et à l'extérieur du laboratoire donnent des valeurs respectives de 0,7 et 0,9cpm, Ces valeurs correspondent à la teneur en tritium atmosphérique dans notre hémisphère, Cela signifie qu'il n'y a pas de contamination à l'intérieure de laboratoire durant les séquences d'analyse ou la ligne du tritium,

Cette étude liée à la mise en place d'un système d'assurance qualité pour l'analyse de tritium nous a permis d'assurer la sûreté de la technique utilisée pour accomplir les étapes de la détection du tritium dans les eaux souterraines, Nous espérons que l'élaboration du présent mémoire servira de base à des études plus approfondies et puisse contribuer à l'amélioration de la qualité des résultats obtenus lors d'une analyse qui est la base des paramètres physico-chimiques utilisés en hydrogéologie,

En général, les eaux souterraines dans le sud de Madagascar sont composées d'un mélange d'eaux récentes et anciennes si on observe les résultats obtenus, Concernant l'estimation de la recharge, elle dépend plusieurs paramètres tels que l'épaisseur des nappes aquifères, la porosité du sol et la teneur du tritium-interface, Une autre étude doit

être menée pour l'évaluer, Mais pour le moment, dans notre cas, on peut estimer que la recharge a eu lieu pour d'autres forages ayant une teneur en tritium supérieur à 2UT.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] K. BENDAM, Assurance Qualité. Cours Régionale Supérieure de Formation sur la Sûreté Radiologique et le Contrôle des Sources de Rayonnement, Rabat-Maroc. chapitre 65
- [2] W. G. MOOK, Isotopes de l'environnement dans le cycle hydrologique Volume I, Chapitre 10 IAEA. UNESCO.
- [3] G. MOOK, Isotopes de l'environnement dans le cycle hydrologique, Volume I, Chapitre 11 IAEA. UNESCO (version française)
- [4] K. ROZANSKI, R. GONFIANTINI, L. ARAGUAS, Tritium in the global atmosphere: distribution patterns and recent. J. Phys. G: Nucl. Part. Phys. 17(1991) S523-S536.
- [5] A. RICHARD HEEMSKERK and J. JOHNSON, Tritium Analysis, university of Waterloo, 1998, page 27
- [6] W. G. MOOK, isotopes de l'environnement dans le cycle hydrologique, Volume I, Chapitre 8
- [7] K. ROZANSKI, M. GRONING, Quantifying uncertainties of tritium assay in water samples using electrolytic enrichment and liquid scintillation spectrometry
- [8] ISO Guide on Expression of Uncertainty Measurement, 1992
- [9] EURACHEM, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement English Edition (1995).
- [10] J. RAJAOBELISON, Contribution à l'optimisation du traçage des isotopes de l'environnement en hydrogéologie, Cas du Sud de Madagascar. Thèse de Doctorat d'état ès Sciences, Université d'Antananarivo 2003.
- [11] K. ROZANSKI, M. GRONING, Quantifying uncertainty in nuclear analytical measurements IAEA-TECDOC-1401 Vienne (2004)
- [12] D. J. GROENEVELD, Tritium analysis of environmental waters. PhD Thesis, Univ. Groningen, 1977.
- [13] G. ANDRIAMIARINTSOA, Installation et mise en marche d'une chaîne de détection du tritium pour la datation des eaux souterraines au Madagascar – INSTN. Mémoire de Diplôme d'Etudes Approfondues (DEA), Université d'Antananarivo, Madagascar. Mars 2008.
- [14] M. F. LANNUNZIATA ED., Academic Press N.Y. 1995 . pp.358-365.
- [15] G. SAUZAY and W.R. SCHELL, Analysis of low level tritium concentration by electrolytic enrichment and liquid scintillation counting. Int.J.Appl.Radiat.Isotopes 23,(1966)25.

- [16] C. B. TAYLOR, Tritium enrichment of environmental waters by electrolysis: development of cathodes exhibiting high isotopic separation and precise measurement of tritium enrichment factors. Proc. Int. Conf. on Low-level radioactivity measurements and applications. High Tatras, oct,1977. pp.131-140.
- [17] P. K. ZUTSHI and J. SAS-HUBICKY, A new cathode treatment for the reproducible enrichment of tritium. Int.J.Appl.Radiat.Isotopes 17(12). (1966) 670.
- [18] W. PLASTINO, L. KAIHOLA, P. BARTOLOMEI and F. BELLA, Cosmic background reduction in the radiocarbon measurements by liquid scintillation spectrometry at underground laboratory of Gran Sasso. Radiocarbon 43(2-3), (2001) 157-161.
- [19] W. G. MOOK, isotopes de l'environnement dans le cycle hydrologique, Volume I, Chapitre 5, page : 68 et 74 IAEA. UNESCO (version française)
- [20] W. PLASTINO, L. KAIHOLA, Radiocarbon measurements by liquid scintillation spectrometry at the Gran Sasso National Laboratory. Journal of Environmental Radioactivity. (2005) in press.
- [21] C. ARPESELLA, Background measurements at Gran Sasso Laboratory, Nuclear Physics
- [22] RAMSES, Démarche qualité, Paris 2000. page 83
- [23] T. EL LKHOUKHI, Mesure de tritium à l'aide du comptage à scintillation liquide. Cours Régionale Supérieure de Formation sur la Sûreté Radiologique et le Contrôle des Sources de Rayonnement. Rabat-Maroc. chapitre 14
- [24] C.B, TAYLOR, « Tritium enrichment of environmental waters by electrolysis » Proceeding of international conference of Low radioactivity Measurement and applications Brasuslava. p131-145 (1977)
- [25] www.suretenucleaire.gc.ca. exigence technique et d'assurance de la qualité pour les services de dosimétrie. Canada. mai 2006

ANNEXES

ANNEXE I: comparaison entre ISO 9000 et ISO/CEI 17025

ISO 9000/94	ISO/CEI 17025	COMPARAISON
1. DOMAINE D'APPLICATION	1. DOMAINE D'APPLICATION	-L'ISO 9000 traite le fournisseur d'une manière générale, l'ISO/CEI 17025 spécifie les domaines suivantes: essais, étalonnage et échantillonnage et traite en plus l'exigence en matière de compétence technique.
2. REFERENCE NORMATIVE	2. REFERENCE NORMATIVE	
3. DEFINITIONS	3. TERMES ET DEFINITIONS	-ISO 9000 fait référence à la norme ISO 8402 -ISO / CEI 17025 fait référence à ISO / CEI 2 et le VIM
4.1.1. POLITIQUE QUALITE	4.2. SYSTEME QUALITE**4.2.2**	-La politique qualité est détaillée, doit avoir contenir les éléments suivants: engagement de la direction à assurer de bonne pratiques professionnelles, les objectifs qualités, engagement de la direction à se conformer à la présente norme internationale.
4.1.2.1. RESPONSABILITE ET AUT ORITE	4.1 ORGANISATION**4.1.5,A),F),H), 4.2.4, 4.9.1 A), 4.10.1 ET 5.2.5**	Identique
4.1.2.2 MOYENS	4.1 ORGANISATION**4.1.5 A), G),H) ** 5.5 EQUIPEMENT** 5.5.5**	Identique, sauf que la fonction moyenne est plus spécifiée et détaillée dans l'ISO / CEI 17025

4.1.2.3 REPRESENTANT DE LA DIRECTION	4.1 ORGANISATION** 4.1.5, I) **	Identique
4.1.3 REVUES DE DIRECTION	4.14. REVUES DE DIRECTION	ISO / CEI 17025 spécifie ce que doit contenir une revue de direction : *pertinence des politiques et procédures, rapport du personnel d'encadrement, résultats d'audits internes récents, actions correctives et préventives, audits externes, résultats d'essais inter laboratoire, réclamations*
4.2. SYSTÈME QUALITÉ 4.2.1. GÉNÉRALITÉ 4.2.2. PROCEDURES DU SYSTEME QUALITE	4.2. SYSTEME QUALITE 4.2.1, 4.2.2 ET 4.2.3	ISO / CEI 17025 spécifie ce que doit contenir une politique qualité: * engagement de la direction à assurer de bonnes pratiques professionnelles et à se conformer à la présente norme internationale, les objectifs du système qualité. ** (référence normale)
4.2. SYSTEME QUALITE 4.2.3. PLANIFICATION DE LA QUALITE	4.2. SYSTEME QUALITE**4.2.1, 4.2.2**	
4.3. REVUE DE CONTRAT	4.4. REVUE DES DEMANDES. APPELS D'OFFRES ET CONTRATS	Identique sauf quelques spécifications dans ISO / CEI 17025, * La revue doit également porter sur tout travail sous-traité, le client doit être informé de tout écart par rapport au contrat...*
4.4. MAITRISE DE LA CONCEPTION	5.4. METHODES D'ESSAI ET D'ETALONNAGE ET VALIDATION DES METHODES	Conception spécifiée au laboratoire

	5.4.1. GENERALITES 5.4.2. SELECTION DES METHODES 5.4.3. METHODES DEVELOPPES PAR LE LABORATOIRE 5.4.4. METHODES NON NORMALISEES	
4.5. MAITRISE DES DOCUMENTS ET DONNEES.	4.3. MAITRISE DE LA DOCUMENTATION 5.4.7. MAITRISE DES DONNEES	Identique
4.6 ACHATS 4.6.1 GENERALITES	4.6. ACHATS DE SERVICE ET DE FOURNITURES	Identique
4.6. ACHATS 4.6.2. EVALUATIONS DES SOUS – CONTRACTANTS	4.6. ACHATS DE SERVICE ET DE FOURNITURES 4.5. SOUSTRAITANCE DES ESSAIS ET ETALONNAGES	Identique
4.6. ACHATS 4.6.3. DONNEES D’ACHAT	4.6. ACHATS DE SERVICE ET DE FOURNITURES	Identique
4.6. ACHATS 4.6.4. VERIFICATION DU PRODUIT ACHETE	4.5. SOUS-TRAITANCE DES ESSAIS ET ETALONNAGES 4.6. ACHATS DE SERVICE ET DE FOURNITURES **4.6.4**	Identique

	4.7. SERVICES A LA CLIENTELE 5.5. EQUIPEMENT ** 5.5.2**	
4.7. MAITRISE DU PRODUIT FOURNI PAR LE CLIENT.	5.8. MANUTENTION DES OBJETS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE. 5.10.6. RESULTATS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE OBTENUS AUPRES DES SOUS TRAITANTS	Identique. sauf quelques spécifications dans l'ISO / CEI 17025* étalonnage et échantillonnage*
4.8 IDENTIFICATION ET TRAÇABILITE DU PRODUIT	5.5. EQUIPEMENT **5.5.4** 5.8. MANUTENTION DES OBJETS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE.	La procédure d'identification du produit de la réception jusqu'à l'installation est une exigence des deux normes, sauf que l'ISO/CEI 17025 met plus l'accent sur l'enregistrement de l'identification.
4.9. MAITRISE DES PROCESSUS	4.12. MAITRISES DES ENREGISTREMENTS 5.3. INSTALLATIONS ET CONDITIONS AMBIANTES 5.4. METHODES D'ESSAI ET D'ETALONNAGE ET VALIDATION DES METHODES 5.5. EQUIPEMENT 5.8. MANUTENTION DES OBJETS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE 5.9. ASSURER LA QUALITE DES	-La norme ISO 9000 exige l'identification des processus de production, d'installation et les processus relatifs aux prestations associées, Elle exige que ces processus comprennent des procédures écrites définissant les pratiques de production, d'installations et les pratiques relatives aux prestations associées, elle exige aussi l'utilisation d'équipement adéquate pour la production. -ISO / CEI 17025 exige : * L'établissement et la mise à jour des procédures d'identification, de collecte, d'indexation, d'accès, de stockage, de

	RESULTATS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE	conservation et d'élimination d'enregistrement technique et relatifs à la qualité * Que le laboratoire surveille, maîtrise, enregistre les conditions ambiantes *
4.10. CONTRÔLE ET ESSAIS 4.10.1 GENERALITES	5.4. METHODES D'ESSAI ET D'ETALONNAGE ET VALIDATION DES METHODES	Identique
4.10. CONTRÔLE ET ESSAIS 4.10.2. CONTRÔLE ET ESSAIS A LA RECEPTION	4.5. SOUSTRAITANCE DES ESSAIS ET ETALONNAGES 4.6. ACHATS DE SERVICE ET DE FOURNITURES 5.5. EQUIPEMENT **5.5.2.** 5.8. MANUTENTION DES OBJETS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE	Identique
4.10. CONTRÔLE ET ESSAIS 4.10.3. CONTRÔLE ET ESSAIS EN COURS DE REALISATION	4.9. MAITRISE DES TRAVAUX D'ESSAI ET /OU D'ETALONNAGE NON CONFORMES 5.5. EQUIPEMENT ** 5 5.9.** 5.8. MANUTENTION DES OBJETS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE **5.8.3.** 5.9. ASSURER LA QUALITE DES	Identique

	RESULTATS D'ESSAIS ET D'ETALONNAGE	
4.10. CONTRÔLE ET ESSAIS 4.10.4. CONTRÔLE ET ESSAIS FINAUX	5.4.7. MAITRISES DES DONNEES 5.9. ASSURER LA QUALITE DES RESULTATS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE 5.10. RAPPORT SUR LES RESULTATS**5.10.1**	Identique
4.10. CONTRÔLE ET ESSAIS 4.10.5. ENREGISTREMENTS DES CONTRÔLES ET ESSAIS.	4.12.2. ENREGISTREMENTS TECHNIQUES	Identique
4.11. MAITRISE DES EQUIPEMENTS DE CONTRÔLE, DE MESURE ET D'ESSAI 4.11.1. GENERALITES 4.11.2. PROCEDURES DE MAITRISES	5.5. EQUIPEMENTS 5.6. TRAÇABILITE DU MESURAGE 5.4. METHODE D'ESSAI ET D'ETALONNAGE ET VALIDATION DES METHODES 5.3. INSTALLATIONS ET CONDITIONS AMBIANTES	-La norme ISO 9000 exige l'établissement des procédures écrites pour maîtriser, étalonner et maintenir en état les équipements de contrôle, de mesure et d'essai, Elle insiste que les équipements de mesure doivent être utilisés de façon à assurer que l'incertitude de mesure soit connue. - ISO / CEI 17025 exige : *l'application des méthodes et procédures appropriées pour tout les essais et /ou les étalonnages relevant de son domaine de compétences ;

		<p>*Utilisation des méthodes d 'essai et /ou d'étalonnage, y compris les méthodes d'échantillonnage répondant aux besoins du client ;</p> <p>*La sélection des méthodes à utiliser ;</p> <p>*L'utilisation de méthode non normalisé doit faire l'objet d'un accord préalable avec le client ;</p> <p>Cette rubrique est très développée dans ISO / CEI 17025 mais le contenu est toujours existe dans ISO 9000....</p> <p>Un article plus spécifique aux laboratoires (étalonnage, échantillonnage, essai)</p>
4.12. ETAT DES CONTRÔLES ET DES ESSAIS	<p>5.5. EQUIPEMENTS **5.5.12**</p> <p>5.8. MANUTENTION DES OBJETS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE</p> <p>5.9. ASSURER LA QUALITE DES RESULTATS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE.**5.9.2**</p>	-Le contenu est le même.

4.13. MAITRISES DE PRODUIT NON CONFORME	5.9. ASSURER LA QUALITE DES RESULTATS D'ESSAI ETD'ETALONNAGE	<p>-La norme ISO 9000 exige l'établissement des procédures écrites afin d'assurer que tout produit non conforme aux exigences spécifiés ne puisse être utilisé de façon intentionnelle, Cette maîtrise doit comprendre l'identification, la documentation, l'évaluation et la notification aux fonctions concernées.</p> <p>-ISO / CEI 17025 exige l'établissement des procédures de maîtrise de la qualité pour surveiller la validité des essais et des étalonnages entrepris.</p> <p>D'après les deux textes ISO 9000 est plus détaillé mais le contenu est le même.</p>
4.14. ACTION CORRECTIVES ET PREVENTIVES	4.10. ACTION CORRECTIVES 4.11. ACTION PREVENTIVES	-Identique, sauf que l'ISO/CEI 17025 exige en plus un audit complémentaire suite à un écart par rapport aux objectives du laboratoire et à la politique qualité définies.
4.15. MANUTENTION, STOCKAGE, CONDITIONNEMENT, PRESERVATION ET LIVRAISON	5.9. ASSURER LA QUALITE DES RESULTATS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE,	<p>-La norme ISO 9000 exige l'établissement des procédures écrites pour la manutention, le stockage, le conditionnement, la préservation et la livraison du produit, Elle insiste aussi sur la prévention d'un moyen de manutention, l'utilisation des aires de stockage et sur la maîtrise des procédures d'emballage.</p> <p>-ISO / CEI 17025 exige l'établissement des procédures de maîtrise de la qualité pour</p>

		<p>surveiller la validité des essais et des étalonnages entrepris, Elle insiste aussi sur l'enregistrement des résultats ainsi que l'utilisation de techniques statistiques à l'examen des résultats.</p> <p>Ainsi, une première analyse de ces comparaisons montre que le but est identique, le 1^{er} est plus général, le 2^{ème} est spécifié aux laboratoires.</p>
4.16. MAITRISE DESENREGISTREMENTS RELATIFS A LA QUALITE	4.12. MAITRISE DES ENREGISTREMENTS	Identique
4.17. AUDIT QUALITE INTERNES	4.10.5. AUDIT COMPLEMENTAIRES 4.13. AUDIT INTERNES	<p>-Même exigence de la norme concernant la planification et la réalisation du plan d'audit et l'enregistrement des résultats d'audit.</p> <p>-ISO/CEI 17025 exige l'information du client, des actions correctives mise en place.</p>
4.18. FORMATION	5.2. PERSONNEL 5.5. EQUIPEMENTS **5.5.3**	<p>-La norme ISO 9000 exige l'établissement d'une procédure pour identifier le besoin en formation et exige l'enregistrement de celle-ci.</p> <p>-ISO / CEI 17025 exige une formulation des objectifs en ce qui concerne la formation.</p>
4.19. PRESTATIONS ASSOCIEES	4.7. SERVICES A LA CLIENTELE.	<p>Identique mais la formulation est différente :</p> <p>-La norme ISO 9000 exige l'établissement</p>

	5.10.5. AVIS ET INTERPRETATIONS	<p>de procédures écrites pour effectuer, vérifier et rendre compte que ces prestations sont conformes aux exigences spécifiées.</p> <p>-ISO / CEI 17025 exige de coopérer avec le client et donner des avis et interprétations.</p>
4.20. TECHNIQUES STATISTIQUES	5.9. ASSURER LA QUALITE DES RESULTATS D'ESSAI ETD'ETALONNAGE	<p>-La norme ISO 9000 exige l'identification du besoin en techniques statistique et la rédaction d'une procédure écrite pour la mise en place de celle-ci.</p> <p>- ISO / CEI 17025 exige l'établissement d'une procédure de maîtrise de la qualité pour surveiller la validité des essais et conseille l'utilisation des techniques statistiques tant que ca si possible.</p>

ANNEXE II: Définitions en norme ISO/CEI 17025

Assurance de la qualité : Ensemble des activités préétablies et systématiques mise en œuvre dans le cadre du système qualité et démontrées en tant que de besoin pour donner la confiance appropriée en ce qu'une entité satisfera aux exigences pour la qualité (ISO 8402)

Démarche qualité : Mise en œuvre de moyens de prévision, de prévention et de contrôle de manière progressive afin d'atteindre les objectifs fixés de qualité.

Enregistrement : Document qui fournit des preuves tangibles des activités effectuées ou des résultats obtenus.

ISO: International Organization for Standardization.

Fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation de quelques cent pays membres.

L'ISO est à l'origine de la publication d'un ensemble de normes qui font référence, au plan international, pour l'assurance qualité : la série des normes ISO 9000.

Manuel qualité : C'est «l'image écrite de la politique Qualité de l'entreprise». En effet, en matière de politique Qualité, il décrit l'organisation mise en place pour respecter cette politique. En interne, c'est le document de référence pour le management de la Qualité. Il atteste du niveau d'assurance de la qualité atteint et sert à gagner la confiance du client.

Méthode : Ensemble plus ou moins structuré de principes qui orientent les démarches et les techniques employées pour parvenir à un résultat.

Norme : Spécification technique établie en coopération et avec l'approbation générale de toutes les parties intéressées. Elle est fondée sur les résultats conjugués de la science, de la technologie et de l'expérience.

Objectif qualité : ce qui est recherché ou visé, relatif à la qualité

Outil qualité : Moyen conçu pour réaliser de façon efficace un certain type d'action. Il s'inscrit généralement dans le cadre d'une méthode.

Politique Qualité : orientations et intentions générales d'un organisme relative à la qualité telles qu'elles sont officiellement formulées par la direction

Procédure / Protocole : Manière spécifiée d'accomplir une activité par une description logique d'une suite d'actions.

Doit répondre aux questions : QUOI, QUI, OU, QUAND, COMMENT, POURQUOI

Processus : Ensemble des moyens et des activités liés qui transforment les éléments entrants en éléments sortants.

Toute activité qui génère un produit ou un service est un processus ou un enchaînement de processus.

Ces moyens peuvent inclure le personnel, les finances, les installations, les équipements, les techniques et les méthodes.

Qualité : Aptitude d'un ensemble de caractéristiques intrinsèques à satisfaire des exigences (ISO 9000 : 2000)

Aptitude d'un produit ou d'un service à satisfaire les besoins des utilisateurs (NF X 50-1979)

Ensembles des caractéristiques d'une entité qui lui confère l'aptitude à satisfaire des besoins exprimés ou implicites (ISO 8402)

QQOQCP : Outil qualité qui amène à répondre aux questions : Quoi, Qui, Où, Quand, Comment, Pourquoi

Référence : Enoncé d'une attente ou d'une exigence technique ou comportementale permettant de satisfaire la délivrance de soins ou de prestations de qualité.

Système de management : système permettant d'établir une politique et des objectifs et d'atteindre ces objectifs.

Traçabilité : Aptitude à retrouver l'historique, l'utilisation ou la localisation d'une entité au moyen d'identifications enregistrées.

ANNEXE III: Fiche des résultats de la distillation initiale des échantillons**TABLE N°1:****Distillation****date:**

Code échantillon	Code laboratoire	EC avant distillation ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	EC après 1 ^{ère} distillation ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	EC après 2 ^{ème} distillation ($\mu\text{S}/\text{cm}$)

ANNEXE IV: Fiche d'emplacement des échantillons dans les cellules**TABLE N°2:****Electrolyse N°:****date:**

N° Cellule	pH	Code échantillon	Observation
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			
17			
18			
19			
20			

ANNEXE V: Fiche de résultats des masses des échantillons avant et après électrolyse**TABLEAU N°3:****Electrolyse N°:****date:**

Cell N°	Masse de la cellule Vide	Masse de la cellule plus échantillon «avant électrolyse »	Masse de la cellule plus échantillon «après électrolyse »
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			
17			
18			
19			
20			

ANNEXE VI: Fiche de suivi du fonctionnement de l'appareil d'enrichissement électrolytique

TABLEAU N°4:

Electrolyse N°:

date:

De:.....

à

"Q" AH: 1420

Volume mL: 500

Date	Heure	"Q" /AH/		Courant en A	tension en V	Temp en C° therm	Thermomètre		Observation
		Charge restante	Charge passée				N°1	N°2	

ANNEXE VII: Fiche des résultats de la neutralisation**TABLEAU N°5:****Neutralisation:****Date:**

N° Cellule	pH	Code échantillon	Observation
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			
17			
18			
19			
20			

ANNEXE VIII: Fiche d'emplacement des flacons contenant le standard, les «spike», les eaux mortes et les échantillons dans l'appareil de comptage à scintillation liquide

TABLE N°6 :

Comptage par scintillation liquide

LSC mesure N° :

Electrolyse N° :

Préparation des échantillons le:

Cellule N°	Code labo	Position dans le rack (N° du flacon)	Masse du flacon vide (g)	Masse de l'échantillon (g)	Facteur de dilution *
1		1			
2		2			
3		3			
4		4			
5		5			
6		6			
7		7			
8		8			
9		9			
10		10			
11		11			
12		12			
13		13			
14		14			
15		15			
16		16			
17		17			
18		18			
19		19			
20		20			
	DW_BE	21			
	SPK_BE	22			
	STD	23			
	DW_BE	24			
	SPK_BE	25			
	STD	26			
	Hum_int	27			
	Hum_ext	28			

ANNEXE IX: Etalonnage du compteur à scintillation liquide

Le compteur à scintillation liquide doit être étalonné avec des standards d'activité connue.

L'étalonnage de l'appareil LSC est fait à partir d'une source mère «NIST» certifiée par l'AIEA dont leur préparation au laboratoire avant de l'utiliser, leur activité est déduite à partir de la formule suivante:

$$N_N * V_N = N_S * (V_N + V_S)$$

Avec :

N_N : Activité de l'étalon NIST

V_N : Volume de l'étalon NIST

N_S : Activité de l'eau distillée

V_S : Volume de l'eau distillée

Résumé

Après l'installation et la mise en marche de la chaîne de détection de tritium dans l'eau au Madagascar-INSTN, le Département d'hydrologie isotopique poursuit le développement de son laboratoire. Cette étude se propose de mettre en place d'un système d'assurance qualité en appliquant la norme ISO/CEI 17025 pour rendre acceptable les résultats obtenus et les rendre ainsi compétitifs par rapport aux autres laboratoires existant dans le monde.

L'application de cette norme s'est faite en analysant quinze échantillons d'eaux souterraines provenant des forages du Sud de Madagascar. Les résultats obtenus indiquent que le facteur et la performance d'enrichissement sont respectivement 24,38 et 0,88. Le teneur en tritium de ces échantillons varie de 0,27 UT à 2,97UT. Nous avons obtenu une valeur de la teneur en tritium atmosphérique égale à 1,25UT qui n'est autre que la teneur en tritium atmosphérique de la ville d'Antananarivo. La concentration du tritium enrichi et celle de non enrichi sont presque égales.

En général, l'objectif de la mise en place d'un système d'assurance qualité au laboratoire d'analyse de tritium au MADAGASCAR-INSTN est atteint car on a trouvé presque les valeurs attendues.

Mots clés : assurance qualité, contrôle qualité, laboratoire de tritium, norme ISO/CEI 17025, Madagascar-INSTN

Abstract

After installing and operating the MADAGASCAR-INSTN tritium line for tritium analysis in water , the isotope hydrology department continues with the development of its laboratory. The purpose of this study is to set up a quality assurance system using the ISO/CEI 17025 norm in order to get reliable results, which then become competitive among those of the other laboratories around the world.

The ISO/CEI 17025 norm was applied by analyzing fifteen (15) groundwater samples collected from different borehole in the South of Madagascar. The results showed that the enrichment factor and the performance factor are respectively 24,38 and 0,88. The tritium concentration of the different samples varies from 0,27TU to 2,97TU. The atmospheric tritium concentration is 1,25TU which is similar to that approximatively the same, indicating the use of a dead water of good quality.

The set up of the quality assurance system in the tritium laboratory at MADAGASCAR-INSTN was successful since all the exported results were obtained

Keywords: quality assurance, quality control, tritium laboratory, ISO/CEI 17025 norm, MADAGASCAR-INSTN

Encadreur: Professeur RAJAOBELISON Joel Docteur RAMAROSON Voahirana	Impétrant : FAREZE Lahimamy Paul Tél : 032 54 985 67 E-mail : mamypfarez@yahoo.fr adresse : Logt 1633 cité des 67 ha Nord-est ANTANANARIVO
---	--

Ce travail a été réalisé au MADAGASCAR-INSTN pendant l'année universitaire 2008-2009