Institut de radiophysique

Rapport concernant l'intercomparaison 2011 en spectrométrie gamma sur des échantillons de l'environnement

Destinataire : Aux laboratoires de mesure de la radioactivité

Version du :	17.11.11	*Auteurs :*	Claude Bailat, François Bochud, Thierry Buchillier, Frédéric Juget, Youcef Nedjadi et Sandrine Zufferey, IRA Sybille Estier et Philipp Steinmann, OFSP

Introduction

L'Institut de radiophysique (IRA) est mandaté par l'Office fédéral de métrologie (METAS) pour la détermination, le maintien et la diffusion de l'unité d'activité, le becquerel. La Section de la radioactivité de l'environnement (URA) de l'Office fédéral de la santé publique (OFSP) est responsable de la surveillance de la radioactivité dans l'environnement. Comme de coutume maintenant, l'IRA et l'URA ont invité l'ensemble des laboratoires effectuant des mesures d'activité dans l'environnement et les produits de consommation à participer à l'intercomparaison annuelle de spectrométrie gamma.

L'organisation et l'analyse des données de l'intercomparaison suivent autant que possible les prescriptions des normes suivantes :

1. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, 1995.
2. ILAC, ILAC Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes, ILAC G13, 2007.
3. ISO/IEC, Proficiency testing by interlaboratory comparisons. International Standard Organization, ISO Guide 43, 1997.
4. ISO/IEC, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. International Standard Organization, ISO 13528, 2005.

Cette année des échantillons de lait en poudre collecté en 1987 ont été distribués. Sur les 24 laboratoires suisses concernés par ce type de mesure, 20 ont participé. La liste des participants est présentée dans le Tableau 1 et le Tableau 2 résume les équipements utilisés par ces participants.

Tableau 1 : Participants à l'intercomparaison 2011.

NOM	Adresse	NOM	Adresse
Monsieur Marco Jermini	Laboratorio cantonale Via Mirasole 22 6500 Bellinzona	Herr Erich Nyfeler	Kantonales Laboratorium BE Muesmattstrasse 19 3012 Bern
Herr Jost Eikenberg	Paul Scherrer Institut Abteilung für Strahlenschutz und Sicherheit 5232 Villigen - PSI	Frau Lisa Pedrazzi	SUVA Sektion Physik Rösslimattstrasse 39 6005 Luzern
Herr Stefan Röllin	Bundesamt für Bevölkerungsschutz des VBS Labor Spiez 3700 Spiez	Monsieur Eric Poitevin	Centre de Recherche Nestlé Vers-chez-les-Blanc Case postale 44 1000 Lausanne 26
Monsieur Phillipp Steinmann	OFSP Section Radioactivité de l'environnement Schwartzenburgstr. 165 3097 Bern-Liebfeld	Herr Patrick Franz	Kernkraftwerk Beznau Chemielabor 5312 Döttingen
Herr Erich Schmutz	BKW FMB Energie AG Kernkraftwerk Mühleberg Ressort Chemie 3203 Mühleberg	Herr Marian Fujak	EAWAG SURF Ueberlandstrasse 133 Postfach 611 8600 Dübendorf
Herr Markus Zehringer	Kantonales Laboratorium BS Kannenfeldstrasse 2 Postfach 4012 Basel	Monsieur Pavol Vojtyla	CERN Health Safety Environment 1211 Genève 23
Frau Claudine Bajo	Kanton Aargau Amt für Verbraucherschutz Obere Vorstadt 14 5000 Aarau	Monsieur Pascal Froidevaux	Institut de radiophysique GRE Rue du Grand-Pré 1 1007 Lausanne
Herr Thomas Kaufmann	Dienststelle Lebensmittelkontrolle und Verbraucherschutz (DLV) Vonmattstrasse 16 Postfach 6002 Luzern	Herr Dietmar Baumann	Amt für Lebensmittelsicherheit und Tiergesundheit GR Planaterrastrasse 11 Postfach 7001 Chur

NOM	Adresse	NOM	Adresse
Monsieur Gilles Triscone	hepia haute école du paysage, d'ingénierie et d'architecture Laboratoire de Physique Nucléaire Rue de la Prairie 4 1202 Genève	Herr Stephan Reber	Kantonales Labor ZH Fehrenstrasse 15 Postfach 8032 Zürich
Herr Peter Abegglen	Zwischenlager Würenlingen AG Industriestrasse Beznau 1 5303 Würenlingen		

Tableau 2 : Résumé des équipements des différents laboratoires.

Laboratoires	Détecteur	Mise en fonction	Eff. [%]	Logiciel	Étalonnage, type	Date
Abteilung für Strahlenschutz und Sicherheit, PSI	HPGe type p Eurisys IGPC20	1989	38	InterWinner ver. 5.0	PTB	2010
EAWAG, SURF, Dübendorf	HPGe type p Canberra GCW 3523	1991	35	InterWinner ver. 5.0	Isotrac	2009
Kantonales Laboratorium BS	HPGe type p Eurisys EGPC28-185r	1994	25	Winner ver. 6.0	-	-
SUVA, Sektion Physik	HPGe type n Intertechnique EGC 20R	1989	20	Winner ver. 6.0	Czech Metrological Institute	2006
Labor Spiez	HPGe type n Canberra GR 2519	2010	31	Apex ver. 1.2	Labsocs	2010
hepia, Laboratoire de physique nucléaire	HPGe à puits type p Eurisys EGPC 155 P15	1999	32	InterWinner ver. 5.0	IRA et DAMRI	2000
CERN	HPGe type p Canberra GX 5019	2003	50	Genie 2000 Ver. 2 .1	LabSOCS	2011
Kanton Aargau, Amt für Verbrauchschutz	HPGe type p PGT IGC27	1989	27.7	Winner ver. 6.0	IRA	2009
Amt für Lebensmittel-kontrolle und Verbraucherschutz, Luzern	HPGe type n Intertechnique EGPC25	1990	25.8	InterWinner ver. 5.05	IRA	2000
OFSP, Section Radioactivité de l'environnement	HPGe type n Ortec GEMX 30P4	2004	30	Winner 7.0	Czech Metrological Institute	2008
Amt für Lebensmittelsicherheit und Tiergesundheit GR	HPGe type p Ortec GEM-25P4	2005	25	InterWinner ver.5.05	Eu-152	2010

Axpo, Kernkraftwerk Beznau	HPGe type p Canberra GC3518	2009	20	Winner 6.0	Eu-152/Ba-133	2009
BKW FMB Energie AG **Kernkraftwerk Mühleberg**	HPGe type p Ortec GEM 20P4	2009	20	Winner ver. 6.0	IRA	2010
Laboratorio cantonale **Bellinzona**	HPGe type p Ortec GEM30	2003	30	Interwinner ver. 5.0	Czech Metrological Institute	2010
Centre de Recherche Nestlé	HPGe type p Ortec GEM 40P	2004	30	Interwinner ver. 5.0	ISOTRAK	2004
Zwischenlager Würenlingen AG	HPGe type p Ortec GEM30P4	2005	30	Winner 6.0	Winner Track	2011
Kantonales Labor ZH	HPGe type p PGT Ge-IGC 25	1989	25.3	Interwinner ver. 5.05	Mix 565	2000
Institut de radiophysique	HPGe type p Ortec GEM 23185 Canberra GCW4523	1986 2001	23 45	Genie 2000	IRA	2009
Kantonales Laboratorium BE	HPGe type p Enertec EGPC20	1986	21	Winner 6.0	Spiez ACZ	1987

Composition et confection des sources de référence

Les échantillons de cette intercomparaison ont été préparés par les soins du laboratoire primaire et secondaire de l'IRA. Du lait en poudre datant de 1987 et conditionné par Nestec attendait dans les réserves de l'IRA. Ces tonneaux de poudre de lait ont été mélangés, car leur volume respectif ne suffisait pas pour le nombre d'échantillons de l'intercomparaison. Les deux poudres étaient de consistance comparable, mais leur concentration radioactive n'était pas compatible. L'homogénéisation de la poudre de lait a été réalisée par agitation automatique avec des billes d'acier et brassage manuel. La poudre a ensuite été distribuée gravimétriquement dans des flacons Semadeni 250 ml. Le

Tableau 3 présente les valeurs de masse mesurées. Les flacons Semadeni ont été tarés séparément. L'incertitude-type (k = 1) sur la pesée dans cette gamme de mesure est de 0.01 %. L'écart-type de la masse des flacons pleins a été calculé sur la moyenne des mesures répétées. La masse de poudre de lait a donc été déduite et son incertitude-type associées a été calculée par adition quadratique des incertitudes type absolues sur la tare et la moyenne. L'incertitude-type absolue sur la masse moyenne des flacons pleins prend en compte l'écart-type sur les pesées et l'incertitude-type sur la pesée.

Tableau 3 : Masses des Semadeni et de la poudre de lait envoyés aux participants.

N° de flacon	Tare [g]	Incertitude-type relative [%]	Masse moyenne du flacon plein [g]	Ecart-type relatif [%]	Masse de poudre de lait [g]	Incertitude-type relative [%]
1	47.13	0.01	212.15	0.0027	165.02	0.0136
2	47.34	0.01	212.32	0.0027	164.98	0.0136
3	47.38	0.01	212.41	0.0027	165.03	0.0136
4	47.05	0.01	212.07	0.0000	165.02	0.0132
5	47.02	0.01	212.04	0.0027	165.02	0.0136
6	47.06	0.01	212.06	0.0027	165.00	0.0136
7	47.43	0.01	212.43	0.0027	165.00	0.0136
8	47.21	0.01	212.23	0.0000	165.02	0.0132
9	46.95	0.01	211.97	0.0027	165.02	0.0136
10	47.29	0.01	212.31	0.0027	165.02	0.0136
11	47.51	0.01	212.51	0.0027	165.00	0.0137
12	47.11	0.01	212.15	0.0027	165.04	0.0136
13	47.41	0.01	212.43	0.0027	165.02	0.0136
14	47.21	0.01	212.23	0.0000	165.02	0.0132
15	47.57	0.01	212.58	0.0000	165.01	0.0132
16	47.36	0.01	212.38	0.0000	165.02	0.0132
17	47.21	0.01	212.22	0.0000	165.01	0.0132
18	47.17	0.01	212.19	0.0000	165.02	0.0132
19	47.37	0.01	212.39	0.0027	165.02	0.0136
20	47.28	0.01	212.30	0.0027	165.02	0.0136
21	47.24	0.01	212.25	0.0027	165.01	0.0136
22	47.37	0.01	212.39	0.0000	165.02	0.0132
23	47.00	0.01	212.00	0.0000	165.00	0.0132
24	47.10	0.01	212.12	0.0027	165.02	0.0136
25	46.66	0.01	211.67	0.0000	165.01	0.0131

Chaque flacon a été mesuré par spectrométrie gamma en utilisant un instrument de référence. Le Tableau 4 résume les valeurs d'activité relative à la moyenne obtenue. L'incertitude sur la moyenne a été calculée par adition quadratique des incertitudes type de chaque mesure. L'écart-type relatif du rapport à la moyenne est de 0.8 % pour le Cs-137 et 3 % pour le K-40. Ces valeurs indiquent une bonne homogénéité des échantillons. La Figure 1 représente graphiquement ces résultats. Elle montre les valeurs obtenues et leurs incertitudes associées ainsi que les zones indiquant deux fois l'écart-type robuste. Les mesures de K-40 sont toujours plus fluctuantes et nous avons donc pris les valeurs mesurées pour le Cs-137 afin d'éliminer des échantillons

suspects. Selon ce critère, l'échantillon 6 a été retiré de l'intercomparaison. Pour simplifier la nomenclature de ce rapport, le numéro du participant est celui de l'échantillon et la liste des participants ne sera donc pas continue.

Tableau 4 : Masses des Semadeni, de la poudre de lait envoyés aux participants et rapport de la concentration radioactive à la moyenne.

N° de flacon	Masse de poudre de lait [g]	Incertitude-type relative [%]	Activité relative à la moyenne du Cs-137	Incertitude-type relative [%]	Activité relative à la moyenne du K-40	Incertitude-type relative [%]
1	165.02	0.0136	0.995	1.1	1.004	4.4
2	164.98	0.0136	0.998	0.9	0.998	2.8
3	165.03	0.0136	1.007	1.1	0.960	4.7
4	165.02	0.0132	0.986	1.2	1.025	4.9
5	165.02	0.0136	0.993	0.9	1.009	2.8
6	165.00	0.0136	1.016	1.1	1.034	4.1
7	165.00	0.0136	1.004	0.9	0.975	2.9
8	165.02	0.0132	1.000	1.2	0.971	4.9
9	165.02	0.0136	0.987	1.1	0.997	4.5
10	165.02	0.0136	1.001	0.9	0.989	3.0
11	165.00	0.0137	0.991	1.2	0.970	5.1
12	165.04	0.0136	1.001	1.1	1.014	4.1
13	165.02	0.0136	1.000	0.9	1.000	1.8
14	165.02	0.0132	1.009	1.2	1.069	4.9
15	165.01	0.0132	0.990	1.1	1.029	4.2
16	165.02	0.0132	1.009	1.2	0.925	5.7
17	165.01	0.0132	0.991	1.1	0.981	4.4
18	165.02	0.0132	1.007	0.9	0.978	2.9
19	165.02	0.0136	0.996	1.1	0.999	4.2
20	165.02	0.0136	1.006	0.9	0.970	2.9
21	165.01	0.0136	0.997	1.0	1.026	3.5
22	165.02	0.0132	0.990	0.9	0.999	2.8
23	165.00	0.0132	1.010	1.0	1.027	3.6
24	165.02	0.0136	1.001	0.9	1.006	1.7
25	165.01	0.0131	1.012	0.9	1.044	1.9

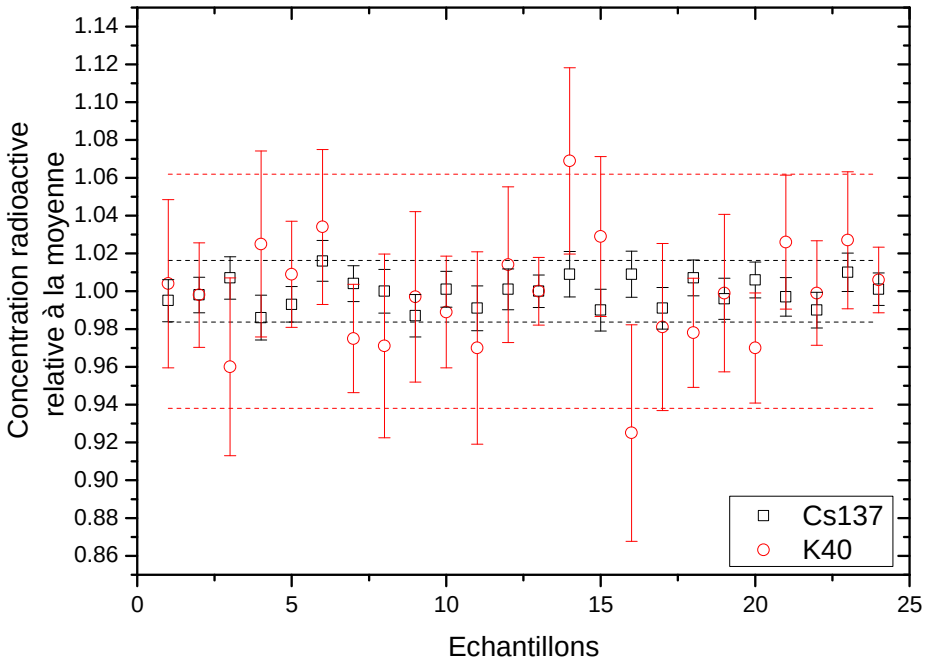

Figure 1 : Concentration radioactive relative à la moyenne des échantillons mesurés avant envoi. Les lignes noires et rouges représentent deux fois l'écart-type sur la moyenne.

Résultats et discussion

Les participants ont utilisé leur rapport courant de présentation des résultats et aussi fréquemment la feuille distribuée avec les échantillons. Les rapports de mesure ajoutés au formulaire sont clairement rédigés et présentent les données utiles. Certains ne communiquent que le rapport provenant du logiciel d'analyse, ce qui implique une sous estimation des incertitudes.

Le logiciel d'analyse des spectres le plus usité est InterWinner/Winner et seuls trois participants utilisent un autre produit, voir Tableau 2. Quatre participants utilisent un logiciel de calcul de l'efficacité pour l'étalonnage de leur détecteur à la place d'une solution radioactive de référence.

Le Tableau 5 présente les géométries et méthodes d'analyse utilisées par les participants. La majorité des participants ont mesuré directement le flacon de transport de type Semadeni. Personne n'a procédé à des corrections de sommation et la moitié des participants ont procédé à des corrections d'autoatténuation.

Tableau 5 : Résumé des méthodes d'analyse des différents laboratoires.

Laboratoires	Volume [ml]	Type de récipient	Distance [mm]	Corr de somm.	Corr d'autoatténuation
Abteilung für Strahlenschutz und Sicherheit, PSI	50	Cyl.	0	non	non
EAWAG, SURF, Dübendorf	250	Semadeni	0	non	non
Kantonales Laboratorium BS	250	Semadeni	0	non	oui
SUVA, Sektion Physik	250	Semadeni	0	non	non
Labor Spiez	250	Semadeni	0	non	oui Apex
hepia, Laboratoire de physique nucléaire	50	CEA	6	non	oui
CERN	250	Semadeni	3.14	non	oui Labsocs
Kanton Aargau, Amt für Verbrauchschutz	250	Semadeni	0	non	oui méthode Surbeck
Amt für Lebensmittel-kontrolle und Verbraucherschutz, Luzern					
OFSP, Section Radioactivité de l'environnement	40 80	Cyl. 64 mm x 12 mm Cyl. 64 mm x 24 mm	0	non	oui Gespecor
Amt für Lebensmittelsicherheit und Tiergesundheit GR	250	Semadeni	0	non	non
Axpo, Kernkraftwerk Beznau		Cyl. 45 mm x 30 mm	6	non	non
BKW FMB Energie AG Kernkraftwerk Mühleberg	100	Penicilline	0	non	non
Laboratorio cantonale Bellinzona	250	Semadeni	0	non	non
Centre de Recherche Nestlé	250	Semadeni	0	non	non
Zwischenlager Würenlingen AG	100	Cyl. 55 mm x 50 mm	13.5	non	non
Kantonales Labor ZH	250	Semadeni	0	non	oui
Institut de radiophysique	250	Semadeni	0	non	oui MC-Geant 4
Kantonales Laboratorium BE	250	Semadeni	0	non	non

Le Tableau 6 présente l'ensemble des valeurs telles qu'elles ont été rapportées par les laboratoires. La date de référence ayant été fixée par l'organisation, il est compréhensible que certains laboratoires ne l'aient pas reportée. Le participant 18 souffre de problèmes techniques et espère pouvoir fournir ses résultats ultérieurement. Les valeurs reportées pour 9 et 11 sont une moyenne respectivement sur 3 et 2 mesures. Il semble peu cohérent de reporter des valeurs d'incertitudes avec 4 chiffres significatifs.

Tableau 6 : Ensemble des résultats bruts communiqués par chaque laboratoire pour le K-40 et le Cs-137.

N° éch. IRA	Date & heure de référence (CH)	K-40	inc.	Cs-137	inc.	unités	Type d'incertitude
1	01.08.2011	420	80	780	11	Bq/kg	*k* = 2
2	non précisé	438	16	787	11	Bq/kg	non précisé
3	01.08.2011 02:00	430	30	810	60	Bq/kg	*k* = 2
4	01.08.2011 02:00	398	18	733	45	Bq/kg	*k* = 1
5	01.08.2011 02:00						
7	01.08.2011 02:00	-	-	751	79	Bq/kg	*k* = 2
8	01.08.2011 02:00	414	16	761	25	Bq/kg	*k* = 2
9	01.08.2011 02:00	-	-	0.6597	0.0581	Bq/g	*k* = 3
10	01.08.2011 02:00	453.2	29.7	799.8	66.4	Bq/kg	*k* = 2
11	01.08.2011 02:00	419	45	728	75	Bq/kg	*k* = 2
12	01.08.2011 02:00	1045	49.54	807.9	11.28	Bq/kg	*k* = 1
13	01.08.2011	435	20	785	30	Bq/kg	*k* = 2
14	01.08.2011	430	24	800	38	Bq/kg	*k* = 2
15	01.08.2011 02:00	491.2	30.91	837.1	35.08	Bq/kg	*k* = 3
16	non précisé	623.8	52.4	1160	48.7	Bq/kg	non précisé
17	non précisé	343	-	674	-	Bq/kg	non précisé
18	Problèmes	techniques					
19	01.08.2011	460	46	815	40.75	Bq/kg	*k* = 2
20	01.08.2011 02:00	408.9	26.93	918.9	18.47	Bq/kg	*k* = 1

Les résultats bruts ont été ensuite homogénéisés afin de permettre la comparaison, Tableau 7. La Figure 2 montre graphiquement les résultats. On peut remarquer que les valeurs des différents participants ne sont pas compatibles. La moyenne est de 477 Bq/kg pour le K-40 et de 798 Bq/kg pour le Cs-137 et l'écart-type de respectivement 34 % et 14 %. En comparaison, la médiane est de 430 Bq/kg pour le K-40 et de 786 Bq/kg pour le Cs-137. La différence entre la médiane et la moyenne signale également un problème de compatibilité des résultats. Ces résultats ne se prêtent donc pas de manière adéquate à l'utilisation de la moyenne comme valeur de référence. Dans ce cas, les normes ISO proposent l'utilisation d'algorithmes robustes de calcul de la moyenne et de l'écart-type plutôt que d'éliminer des valeurs par des tests statistiques. Nous avons utilisé un algorithme itératif que l'on peut trouver en annexe C de la norme ISO 13528. Ces algorithmes permettent de manière itérative d'optimiser la recherche d'une valeur de consensus. L'avantage sur l'utilisation de la médiane est que ces méthodes fournissent une estimation d'un écart-type de consensus.

En utilisant cet algorithme, on trouve que la moyenne robuste pour le K-40 est de 433 Bq/kg et l'écart-type associé est de 30 Bq/kg. La moyenne robuste pour le Cs-137 est de 783 Bq/kg et l'écart-type associé est de 51 Bq/kg. Ces valeurs sont considérées comme valeurs de référence de l'intercomparaison dans la suite de l'analyse.

Les fluctuations en dessous de 10 % peuvent être partiellement expliquées par l'homogénéité des échantillons. Par contre, au-delà, un problème est à redouter.

Nous avons superposé les valeurs mesurées avant l'envoi et les valeurs mesurées par les participants afin de voir si l'homogénéité des échantillons peut être mise en cause, Figure 3. Si on compare l'étendue de l'inhomogénéité et l'écart-type relatif sur la moyenne robuste, qui est d'environ 7 %, on remarque que les écarts à la valeur de référence ne peuvent s'expliquer par l'inhomogénéité des échantillons. En se guidant des lignes qui connectent les points, on remarque également que nos valeurs d'envoi sont confirmées par les participants les plus proches de la valeur de référence.

Tableau 7 : Ensemble des concentrations radioactives en Bq/kg pour le K-40 et le Cs-137.
L'incertitude est donnée à $k = 2$

N° éch.	Conc. K-40 [Bq/kg]	inc. ($k = 2$)	Conc. Cs-137 [Bq/kg]	inc. ($k = 2$)
1	420	80	780	11
2	438	32	787	22
3	430	30	810	60
4	398	36	733	90
5	-	-	-	-
7	-	-	751	79
8	414	16	761	25
9	-	-	660	38
10	453	30	800	66
11	419	45	728	75
12	1045	99	808	44
13	435	20	785	30
14	430	24	800	38
15	491	21	837	23
16	624	52	1160	49
17	343	-	674	-
18	-	-	-	-
19	460	46	815	41
20	408.9	54	919	37

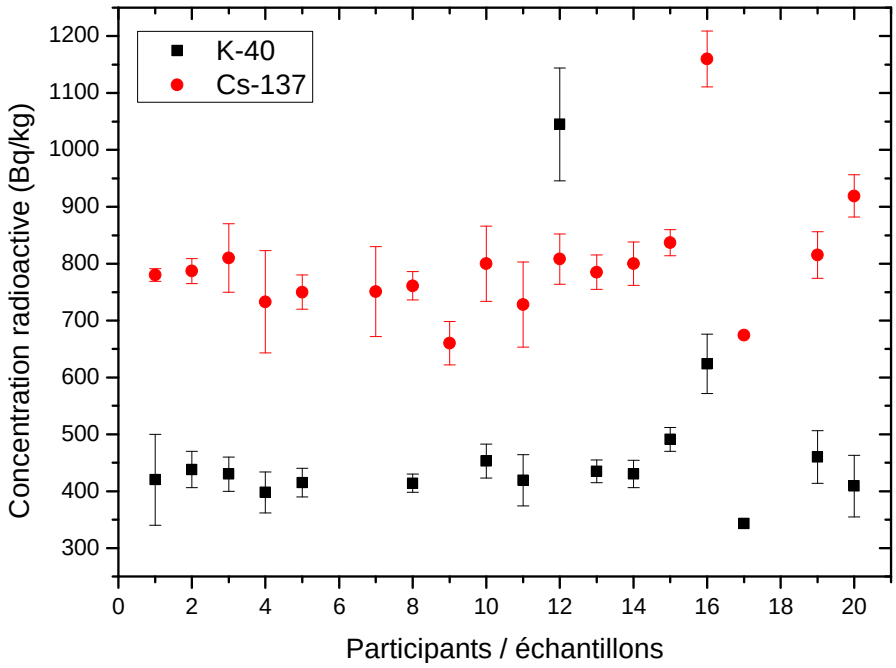

Figure 2 : Concentrations radioactives et incertitudes associées communiquées par les participants

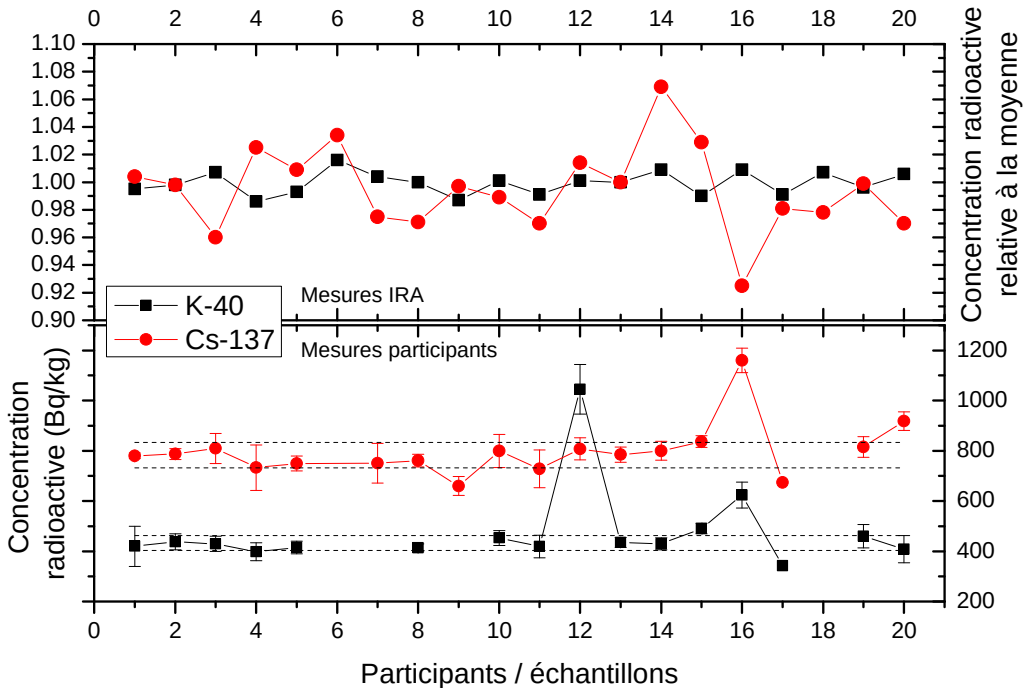

Figure 3 : Concentration radioactive relative à la moyenne des échantillons mesurés avant envoi par l'IRA et concentrations radioactives et incertitudes associées communiquées par les participants. La zone délimitée par les traits définit la valeur moyenne robuste plus et moins l'écart-type robuste.

L'écart relatif à la valeur de référence peut être maintenant calculé pour chaque mesure. Ces valeurs sont représentées graphiquement dans la Figure 4. On remarque que l'écart peut être très élevé dans certains cas, mais reste majoritairement en dessous de 10 %. Afin de cerner les causes possibles des écarts mesurés, nous avons indiqué dans la Figure 5 les laboratoires qui ont procédé à des corrections d'autoatténuation et ceux qui ont mesuré un prélèvement de la poudre de lait. On remarque que les laboratoires ayant corrigé pour l'autoatténuation sont proches de la valeur de référence et contribuent beaucoup à son calcul. Ceci implique que si ces laboratoires n'avaient pas fait de correction, on pourrait s'attendre à une valeur de moyenne robuste de quelques pourcent de plus. Les valeurs non corrigées ne sont pas systématiquement en dessus de la valeur de référence, mais les valeurs des échantillons 10, 15 et 19 seraient certainement plus compatibles avec la valeur de référence. Les laboratoires ayant mesuré un volume partiel de poudre ne montrent pas d'erreurs systématiques, ce qui confirme une bonne homogénéité des échantillons. Les valeurs s'écartant de plus de 10 % de la valeur de référence restent non expliquées et semblent indiquer un problème.

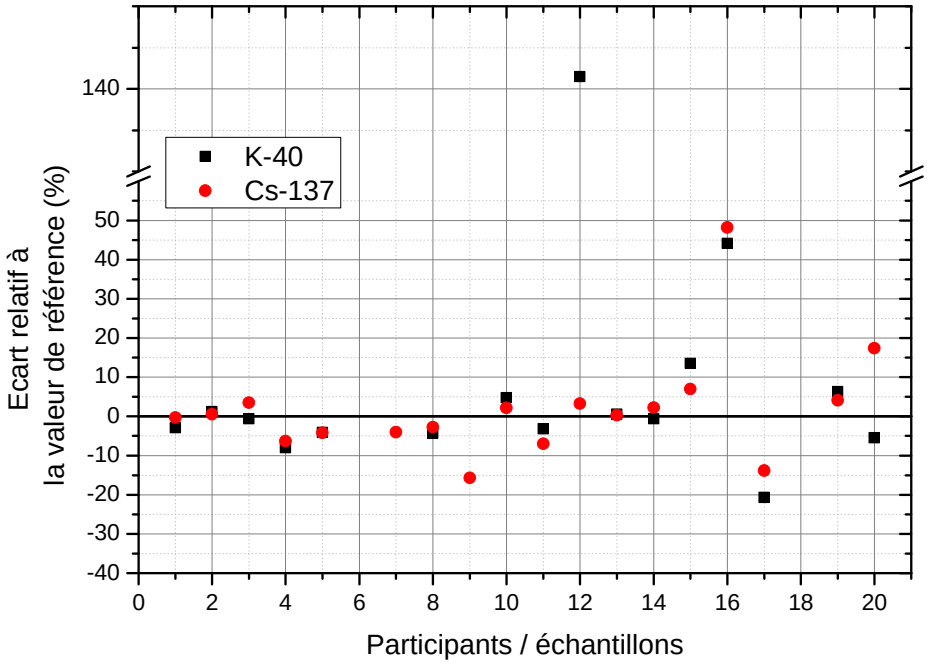

Figure 4 : Ecart relatif à la valeur de référence.

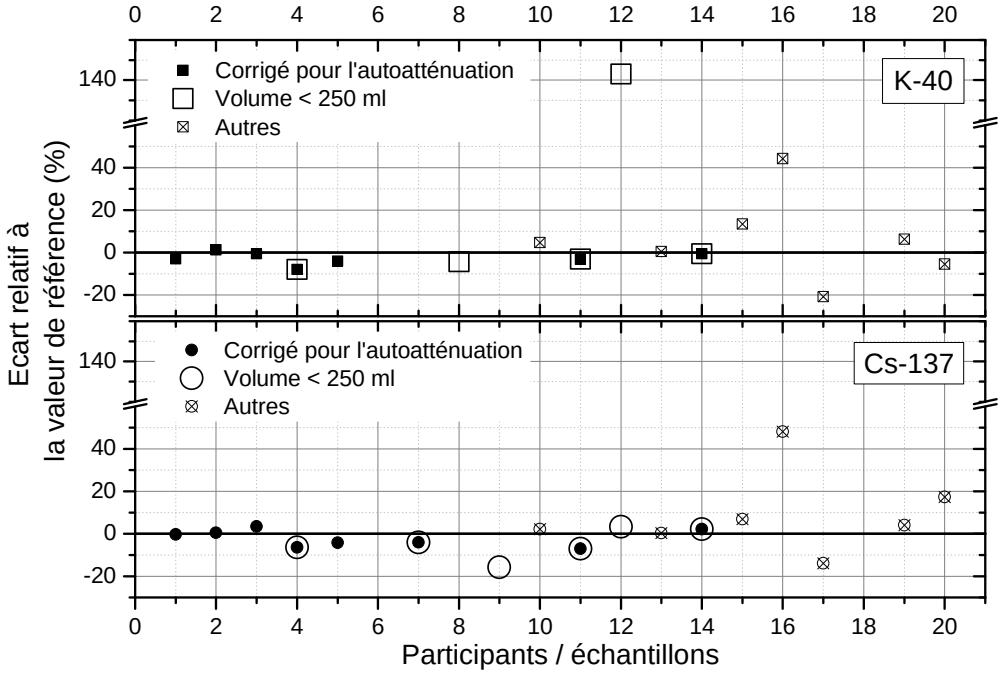

Figure 5 : Ecart relatif à la valeur de référence. Les valeurs corrigées pour l'autoatténuation sont en symboles pleins, les valeurs obtenues après un prélèvement sont en symboles ouverts et les autres en symboles ouverts marqués d'une croix.

Comme tous les participants n'ont pas fourni d'incertitude, afin de juger des résultats, on a utilisé l'outil statistique du test Z, qui est défini par la relation :

$$Z = \frac{A_{mes} - A_{ref}}{\sigma_{intercomp}}$$

où A_{mes} est la concentration radioactive mesurée par le participant, A_{ref} est la concentration radioactive de référence, la moyenne robuste dans notre cas, et $\sigma_{intercomp}$ est l'écart-type associé à l'intercomparaison, qui fournit en quelque sorte une tolérance. Nous l'avons estimé par l'écart-type robuste sur la moyenne robuste. Elle a été calculée par la combinaison de l'incertitude sur la référence et celle moyennée sur les valeurs fournies par tous les participants. $\sigma_{intercomp}$ est d'environ 7 %.

La valeur de Z s'interprète de la manière suivante :

- Quand le score est au-dessus de 2.0 ou en dessous de -2.0, cela signale un avertissement (WARNING).
- Quand le score est au-dessus de 3.0 ou en dessous de -3.0, cela signale qu'il faut procéder à une amélioration ou action corrective (ACTION).

Trois résultats de deux laboratoires s'écartent beaucoup de la valeur de référence et demande une action. Quatre résultats de trois laboratoires se situent dans la zone de warning et bénéficieraient à être réexaminés.

Le laboratoire 16 a identifié une erreur et a corrigé ses valeurs, celle-ci deviennent 425.6±57.5 Bq/kg pour le K-40 et 767±33.7 Bq/kg pour le Cs-137. Une mauvaise géométrie utilisée pour l'évaluation est la cause des valeurs surévaluées. Après correction, les deux valeurs sont compatibles avec leur moyenne robuste respective.

Tableau 8 : Valeurs obtenues de l'écart relatif à la valeur de référence et du test Z.

N° éch.	Z K-40	Z Cs-137
1	-0.4	-0.1
2	0.2	0.1
3	-0.1	0.5
4	-1.2	-1.0
5	-0.6	-0.6
7	-	-0.6
8	-0.6	-0.4
9	-	-2.4
10	0.7	0.3
11	-0.5	-1.1
12	20.4	0.5
13	0.1	0.0
14	-0.1	0.3
15	1.9	1.1
16	6.4	7.4
17	-3.0	-2.1
18	-	-
19	0.9	0.6
20	-0.8	2.7

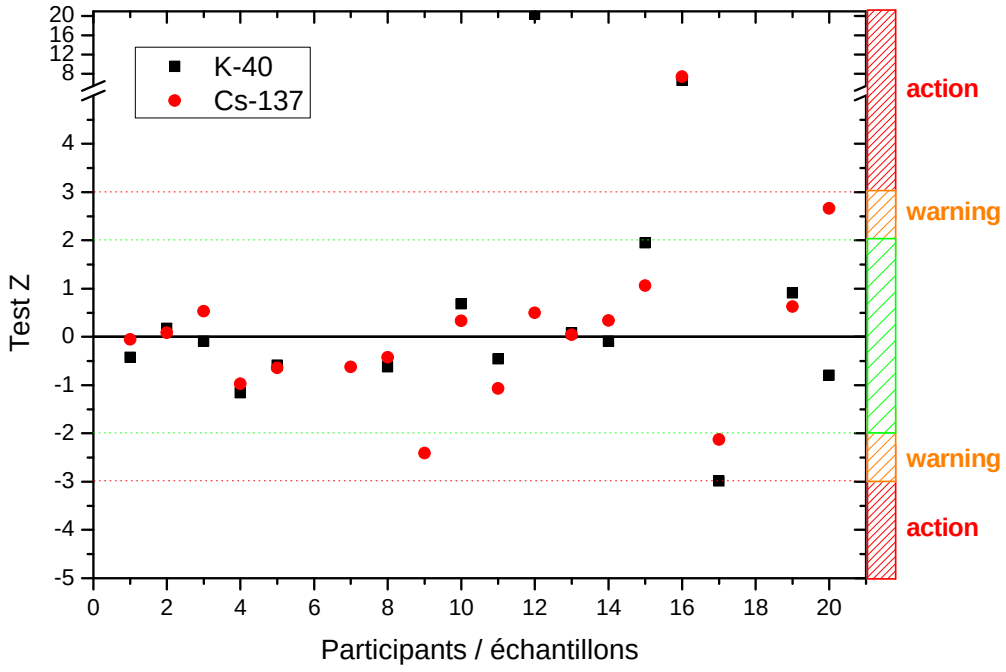

Figure 6 : Valeurs Z pour chaque laboratoire. Les limites d'avertissement (warning) et d'action corrective nécessaire (action) sont indiquées en vert et rouge.

Quatre participants ont également mesuré la concentration radioactive de Sr-90 des échantillons, voir Tableau 9 et Figure 7. La moyenne est de 2.7 Bq/kg et l'écart-type de 0.4 Bq/kg. Les résultats sont compatibles et l'écart-type relatif est de 15 %. Les participants n'ont pas indiqué systématiquement les détails expérimentaux de leurs procédures chimiques, mais les procédés diffèrent certainement. Ces résultats sont donc bons et indiquent une bonne compatibilité entre les laboratoires. La concentration en Sr-90 indique également que les échantillons sont homogènes.

Tableau 9 : Ensemble des concentrations radioactives en Bq/kg pour le Sr-90. L'incertitude est donnée à $k = 2$

N° éch.	**Conc. Sr-90 [Bq/kg]**	**Inc. (k = 2)**
4	2.21	0.31
5	2.66	0.15
14	2.7	0.5
19	3.2	0.96

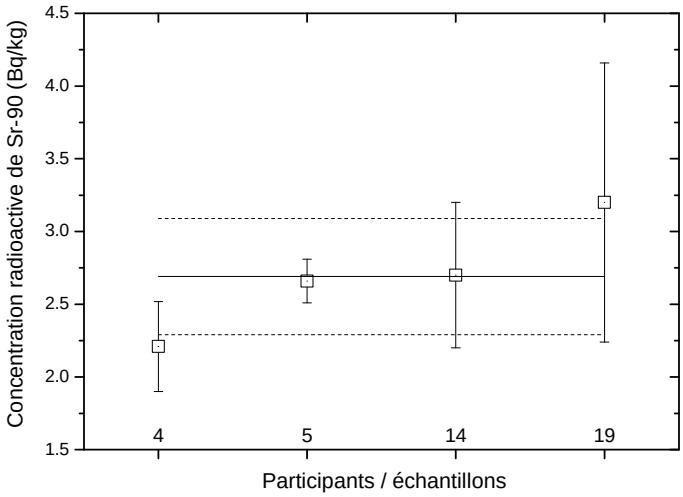

Figure 7 : Concentrations radioactives et incertitudes associées de Sr-90 communiquées par les participants

Conclusions

20 laboratoires ont participé à l'intercomparaison 2011, qui portait sur des échantillons de lait en poudre conditionné en 1987.

Le logiciel le plus usité est Interwinner/winner. Quatre participants se réfèrent à un logiciel de calcul pour leur étalonnage. La manière de reporter les valeurs n'est pas toujours adéquate et il semble peu cohérent de reporter des valeurs d'incertitudes avec 4 chiffres significatifs.

Les résultats pour le K-40 et Cs-137 n'étaient pas compatibles et requièrent l'utilisation d'outils statistiques robustes. La valeur de référence a été déterminée par calcul de la moyenne robuste et l'incertitude sur cette valeur a été déduite de l'écart-type robuste sur la moyenne robuste. La moyenne robuste pour le K-40 est de 433 Bq/kg et l'écart-type associé est de 30 Bq/kg. La moyenne robuste pour le Cs-137 est de 783 Bq/kg et l'écart-type associé est de 51 Bq/kg. L'écart à la valeur de référence se situe majoritairement dans un intervalle de 10 %. Ces résultats sont principalement bons, mais l'écart peut être très élevé dans certains cas. Le test Z sur les résultats indique trois valeurs dans la zone nécessitant une action corrective et quatre dans la zone de warning. Ces résultats n'ont pas pu être expliqués par le manque d'homogénéité des échantillons, les corrections d'autoatténuation ou la procédure de prélèvement des échantillons. Deux valeurs ont été corrigées suite à la découverte d’une erreur de géométrie durant l’évaluation et sont maintenant compatibles. Quatre participants ont mesuré la concentration radioactive de Sr-90. La moyenne est de 2.7 Bq/kg et l'écart-type de 0.4 Bq/kg. Les quatre résultats sont compatibles à moins de 15 %. Ces mesures ont ainsi confirmé l'homogénéité des échantillons.

Comme à l'accoutumé, la mesure d'échantillons de type naturels souffrent d'une plus grande incertitude que les solutions métrologiques, mais les participants mesurent majoritairement de manière adéquate ces échantillons.

Remerciements

Les organisateurs tiennent à remercier chaleureusement les participants pour le soin qu'ils ont apporté au bon déroulement de cette campagne de mesure.