

Rapport de l'exercice de mesure dans le cadre de l'intercomparaison 2015 en spectrométrie gamma

Destinataire : Aux laboratoires de mesure de la radioactivité

Version du : 09.12.2015

Auteurs : Claude Bailat, François Bochud, Thierry Buchillier, Frédéric Juget, Corinne Moratal, Youcef Nedjadi et Sandrine Zufferey, IRA
Sybille Estier et Philipp Steinmann, OFSP

Introduction

L'Institut de radiophysique (IRA) est mandaté par l'Institut 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, 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.

L'échantillon de l'intercomparaison gamma de cette année est un échantillon multinucléidique de référence.

Sur les 24 laboratoires suisses concernés par ce type de mesure, 19 ont participé. La liste des participants est présentée dans le Tableau 1. Le Tableau 2 résume les équipements utilisés par ces participants.

Tableau 1 : Participants à l'intercomparaison.

Herr	Dietmar	Baumann	Amt für Lebensmittelsicherheit und Tiergesundheit GR	Planaterrastrasse 11	Postfach	7001	Chur	081 257 26 24	dietmar.baumann@alt.gr.ch
Herr	Patrick	Franz	Axpo Power AG	KKW Beznau	KBU-C	5312	Döttingen	056 266 73 18	patrick.franz@axpo.com
Herr	Erich	Schmutz	BKW FMB Energie AG	Kernkraftwerk Mühleberg	Ressort Chemie	3203	Mühleberg	031 754 78 95	erich.schmutz@bkw-fmb.ch
Monsieur	Eric	Poitevin	Centre de Recherche Nestlé	Vers-chez-les-Blanc	Case postale 44	1000	Lausanne 26	021 785 95 45	eric.poitevin@rdls.nestle.com
Monsieur	Fabrice	Malacrida	CERN	DGS - SEE		1211	Genève 23	076 487 01 08	fabrice.malacrida@cern.ch
			Dienststelle						
Herr	Robert	Brogioli	Lebensmittelkontrolle und Veterinärwesen (DILV)	Analytik/Qualitätssicherung	Vonmattstrasse 16	6003	Luzern	041 248 84 05	robert.brogioli@lu.ch
Herr	Alfred	Lück	EAWAG	SURF	Ueberlandstrasse 133	8600	Dübendorf	058 765 55 29	alfred.lueck@eawag.ch
Herr	Andreas	Leupin	ENSI	Bereich Strahlenschutz		5200	Brugg	056 460 86 32	andreas.leupin@ensi.ch
Monsieur	Gilles	Triscone	hepia haute école du paysage, d'ingénierie et d'architecture	Laboratoire de Physique Nucléaire	Rue de la Prairie 4	1202	Genève	022 546 25 26	gilles.triscone@hesge.ch
Monsieur	Pascal	Froidevaux	Institut de radiophysique	GRE	Rue du Grand-Pré 1	1007	Lausanne	021 314 81 85	pascal.froidevaux@chuv.ch
Frau	Claudine	Bajo	Kanton Aargau	Amt für Verbraucherschutz	Obere Vorstadt 14	5000	Aarau	062 835 30 22	claudine.bajo@ag.ch
Herr	Stephan	Reber	Kantones Labor ZH	Fehrenstrasse 15	Postfach	8032	Zürich	043 244 71 93	stephan.reber@klzh.ch
Herr	Erich	Nyfeler	Kantones Laboratorium BE	Muesmattstrasse 19		3012	Bern	031 633 11 11	erich.nyfeler@gef.be.ch
Herr	Markus	Zehringer	Kantones Laboratorium BS	Kannenfeldstrasse 2	Postfach	4012	Basel	061 385 25 17	markus.zehringer@bs.ch
Herr	Rolf	Althaus	Kernkraftwerk Leibstadt AG	Kalteslabor UCK		5325	Leibstadt	056 267 83 43	rolf.althaus@kkk.ch
Herr	Stefan	Röllin	Labor Spiez	Austrasse	Gruppe Radioaktivität	3700	Spiez	033 228 16 16	stefan.roellin@babs.admin.ch
Monsieur	Marco	Jermini	Laboratorio cantonale	Via Mirasole 22	Chimico	6500	Bellinzona	091 814 61 64	marco.jermini@ti.ch
Herr	Jost	Eikenberg	Paul Scherrer Institut	Abteilung für Strahlenschutz und Sicherheit		5232	Villigen - PSI	056 310 23 40	jost.eikenberg@psi.ch
Frau	Lisa	Pedrazzi	SUVA	Bereich Physik	Rösslimattstrasse 39	6002	Luzern	041 419 61 46	lisa.pedrazzi@suva.ch

Tableau 2 : Résumé des équipements des différents laboratoires.

Participants	Détecteur	Mise en fonction	Eff. [%]	Logiciel	Étalonnage, type	Date
Kanton Aargau Amt für Verbraucherschutz	HPGe type p PGT IGC27	1989	27.7	Winner ver. 6.0	Eu-152	2012
Amt für Lebensmittelsicherheit und Tiergesundheit GR	HPGe type p Ortec GEM-25P4	2005	25.6	InterWinner ver.5.05	-	-
EAWAG SURF	PGT GeWell	1984	26.6	Genie 2000	-	-
	Canberra GCW3022	1988	30			
	Canberra GR2719	1990	-			
	Canberra GCW 3523	1991	35			
	Canberra GCW 3523	1996	30			
Kantonaes Labor ZH	HPGe type p PGT Ge-IGC 25	1989	25.3	Interwinner 7.1	Mix 565	1999
Laboratorio cantonale	HPGe type p Ortec GEM30	2003	30	Interwinner ver. 5.0		2013
BKW FMB Energie AG Kernkraftwerk Mühleberg	Ortec GEM 20P4	2009	24.3	Interwinner 7.0	IRA	2010
DILV Analytik/Qualitätssicherung	Ortec GMX30P4	2006	32.8	InterWinner ver. 7.0	-	2012
SUVA Bereich Physik	HPGe type p Ortec GEM20-70	2012	23	Winner ver. 6.0	CMI	2012

Participants	Détecteur	Mise en fonction	Eff. [%]	Logiciel	Étalonnage, type	Date
Labor Spiez	HPGe type n Canberra GR 2519	2010	31	Genie 2000 Ver. 3.3	Labsocs	2013
Axpo Power AG KKW Beznau	Canberra type p BE 6530	2015	60	Interwinner 7.1	Labsocs	2015
HEPIA Laboratoire de Physique Nucléaire	HPGe type p Canberra GC1018	2010	10	Interwinner 5.0	ISOCS/LABSOCS	-
Centre de Recherche Nestlé Vers-chez-les-Blanc	HPGe type p Ortec GEM 40P	2004	40	LVIS Version 2.3.1.0	Eckert & Ziegler	2015
Kantonaes Laboratorium BS	Ortec type p	2009	50	Interwinner 7.1	CMI	2013
Paul Scherrer Institut Abteilung für Strahlenschutz und Sicherheit	Ortec GEM35P4-70	2012	35	Winner ver. 6.0	PTB	2012
Institut de radiophysique GRE	HPGe type p Canberra GCW4523	2001	40	Apex Gamma	IRA	2010
Kernkraftwerk Leibstadt AG Kalteslabor UCK	Canberra GC4518, p-type, Cryocycle II	2012	45	Interwinner 7.1	-	-
ENSI	Canberra GC5019, p-type	2008	50	Interwinner 7.1	Labsocs	2010
KL BE	Canberra GC2018	2014	20	Genie 2000	AE-4846	2014
CERN SE	Canberra GC 5019	-	50	G2K 3.3 Apex 1.3	LabSOCS	-

Echantillon et valeurs de référence

Cette année, l'OFSP a acheté un échantillon de référence à Eurostandard. Celui-ci est traçable au laboratoire de métrologie tchèque, CMI. Le certificat est reproduit dans les Figure 1 et Figure 2. Les valeurs d'activité de référence sont reproduites dans le Tableau 3. L'échantillon consiste en une résine radioactive de 539.0 g, de densité 0.98 ± 0.01 g/cm³ pour un volume de 550.0 ± 5.5 cm³. L'échantillon possède moins de 0.1 % d'impureté. L'homogénéité est annoncée en dessous de 1 %.

Tableau 3 : Valeurs d'activité de référence pour chaque radionucléide reproduit du certificat 1035–SE–40293–15. Date de référence : 1.5.2015.

Radionucléides	Activité [kBq]	Incertitude ($k=1$) [%]
Am-241	1.033	1.1
Cd-109	4.383	1.5
Ce-139	0.2436	1.2
Co-57	0.2202	1.1
Co-60	0.6277	1.1
Cs-137	0.5707	1.3
Sn-113	1.742	2.2
Sr-85	2.195	1.2
Y-88	2.188	1.5
Pb-210	10.66	1.5



Czech Metrology Institute

Okružní 31, 638 00 Brno

Phone: +420 545 555 111, Fax: +420 545 222 728, www.cmi.cz

Workplace: Regional Branch Prague, Radiová 1136/3, 102 00 Praha 10
Ionizing Radiation Building, Radiová 1288/1a
Phone: +420 266 020 497, Fax: +420 266 020 466

CERTIFICATE

Certificate No.: 1035 - SE - 40293-15

Type: CBSS 2

Serial No.: 030215-1503033

Radionuclide	Half life, days	Activity, kBq	Combined standard uncertainty, %
Am-241	157800	1,033	1,1
Cd-109	462,6	4,383	1,5
Ce-139	137,5	0,2436	1,2
Co-57	271,26	0,2202	1,1
Co-60	1925,4	0,6277	1,1
Cs-137	11019	0,5707	1,3
Sn-113	115,1	1,742	2,2
Sr-85	64,78	2,195	1,2
Y-88	106,6	2,188	1,5
Pb-210	8108	10,66	1,5

Mass: 539,0 g

Density: 0,98 \pm 0,01 g/cm³

Volume: 550,0 \pm 5,5 cm³

Radionuclide impurities: gamma < 0,1 %

Reference date: 1.5.2015

Homogeneity better than: 1 %

Description:

Radioactive material is homogeneously dispersed in silicone resin. Composition of the matrix: C - 0,324 H - 0,0816 O - 0,216 Si - 0,379 (mass ratio).

Measuring method:

Preparation issues from standard ER solutions whose activities were determined by suitable absolute method. Final control is based on gamma spectrometry on HPGe detector.

Note:

As the criterion of homogeneity standard deviation of the activity value of 1 cm³ element was chosen (n=10). The volume is calculated from the mass and the density. Pb-210 is in the radioactive equilibrium with Po-210.

Date of the certificate issue: 10.4.2015

Certificate validity: 3 years

Customer:

Office fédéral de la santé publique OFSP

3003 Bern
SWITZERLAND

Control: Ing. Vlasta Zdychová, RNDr. Pavel Dryák, CSc.



Ing. Jiří Šuráň, MBA

Deputy director of RB Prague

Figure 1 : Certificats accompagnant l'échantillon de référence page 1/2

Appendix

Uncertainty of declared quantity is processed in accordance with recommendation ISO 1993 „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“.

Uncertainty of the result, described by a combined standard uncertainty on confidence level $P = 68,3 \%$, is expressed as a square root of the sum of the second power of type A and type B standard uncertainties.

Type A standard uncertainty is experimental standard deviation of the mean $s_{\bar{x}}$ of a set of values of measured quantity influencing immediately to the activity (number of counts, ionizing current etc.)

$$s_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_1^n (x_i - \bar{x})^2} \quad \bar{x} = \frac{1}{n} \sum_1^n x_i$$

n - number of repeated measurements

x_i - measured values

\bar{x} - average of measured values

Type B standard uncertainty is usually determined by methods another than statistical ones. It is evaluated as a square root of sum of second power of standard uncertainties of quantity values which influence results of measurements, e.g. uncertainties of half-live, weight, dead time of the device, geometrical factor, higher standard etc. Standard uncertainties are in the most cases determined by a qualified estimation (for instance on a basic of a long time observation, from a description of used measuring devices etc.).

Figure 2 : Certificats accompagnant l'échantillon de référence page 2/2

L'échantillon présente deux caractéristiques notables : le niveau de remplissage est au-dessus de 500 ml et l'activité contenue est élevée pour un transport excepté. Le Tableau 4 résume les valeurs d'activité du certificat, ainsi que les valeurs d'exemption dictée par l'Accord européen relatif au transport international des marchandises dangereuses par route (ADR). On remarque que l'indice de transport total dépasse 1, ce qui nous impose un transport Classe 7.

Tableau 4 : ADR volume 1, p 220.

Radionucléides	Limite d'exemption selon ADR [kBq]	Activité [kBq]	Indice de transport
Am-241	10	1.033	0.103
Cd-109	1000	4.383	0.0044
Ce-139	1000	0.2436	0.00024
Co-57	1000	0.2202	0.00022
Co-60	100	0.6277	0.0063
Cs-137	10	0.5707	0.057
Sn-113	10000	1.742	0.00017
Sr-85	1000	2.195	0.0022
Y-88	1000	2.188	0.0022
Pb-210	10	10.66	1.07
Total			1.24

L'organisation du transport a été réalisée en collaboration avec l'entreprise SAR-Transporte AG, Mattenstrasse 1, 5200 Brugg AG. Après une inscription réalisée par un doodle, un planning de livraison a pu être établi et communiqué à l'entreprise de transport. Le Tableau 5 détaille l'itinéraire que la source a suivi. Aucun incident n'est à déplorer et l'entreprise de transport a parfaitement réalisé son mandat.

Tableau 5 : Itinéraire de livraison de la source.

Date Livraison	Date Ramassage	Adresse
	13.07	IRA
14.07	16.07	Kantonaies Laboratorium BS
17.07	21.07	CERN DGS – SEE
22.07	24.07	Kanton Aargau Amt für Verbraucherschutz
27.07	29.07	SUVA
30.07	03.08	Kantonaies Labor ZH
04.08	06.08	EAWAG SURF
12.08	14.08	Labor Spiez
20.08	24.08	Kernkraftwerk Mühleberg
25.08	27.08	Kantonaies Laboratorium BE
28.08	01.09	hepia haute école du paysage, d'ingénierie et d'architecture
02.09	04.09	Paul Scherrer Institut
07.09	09.09	KKW Beznau
10.09	14.09	KKW Leibstadt Kalteslabor UCK
15.09	17.09	Laboratorio cantonale
19.10	21.10	Dienststelle Lebensmittelkontrolle und Veterinärwesen (DILV)
22.10	26.10	Centre de Recherche Nestlé
27.10	29.10	ENSI
02.11	05.11	Amt für Lebensmittelsicherheit und Tiergesundheit GR
		OFSP

Résultats et discussion

Les participants ont principalement utilisé la feuille distribuée avec les échantillons pour communiquer leurs résultats. Le Tableau 6 présente l'ensemble des valeurs brutes rapportées par les laboratoires.

Les participants 0, 6 et 14 ont fourni des résultats en Bq/échantillon, ce qui a été corrigé dans l'analyse en divisant par la masse de 0.539 kg. Fournir les résultats en Bq par échantillon est assez commun quand la masse n'est pas connue. Dans le formulaire de remise des résultats, nous avons demandé les valeurs en Bq/kg, ce qui n'est pas tout à fait standard. Dans le cas de résultats avec plusieurs détecteurs, la moyenne a été reportée. Les participants 1 et 9 ont certainement reporté les incertitudes absolues au lieu des incertitudes relatives, ce qui a été corrigé pour l'analyse des résultats. La date de référence a été fixée par défaut au 1er août 2015 dans la lettre d'accompagnement. Nous avons omis de mettre un champ dans le tableau de remise des résultats pour la date de référence, ce qui a conduit à quelques erreurs. Le participant 12 a donné une autre date de référence et ses valeurs ont été corrigées pour l'analyse et nous soupçonnons que la date de référence est différente pour le participant 1, mais nous devons élucider cela.

Les Tableau 7 et Tableau 8 présentent le biais relatif et son incertitude associée par radionucléide et par participant. Les valeurs pour le participant 1 sont corrélées avec la période du radionucléide, ce qui nous indique que la date de référence est certainement fausse. Ces valeurs sont présentées graphiquement dans les Figure 3 et Figure 4. Les valeurs détaillées pour chaque participant sont reportées en annexe 3. On voit que pour les radionucléides standards (Co-60, Cs-137), les biais relatifs sont principalement en dessous de 10 %. Les valeurs pour les radionucléides plus difficiles, comme l'Am-241, ont rapidement un biais relatif deux fois plus grand. On ne remarque pas de tendance systématique sauf pour Pb-210 et Am-241 pour lesquels on observe nettement une sous-estimation. Ceci pourrait provenir du niveau de remplissage de l'échantillon, qui est différent des valeurs de référence de certains participants (550 ml au lieu de 500 ml). Le fait que la source soit constituée de résine silicone et non pas d'eau provoque aussi un effet sur l'autoatténuation des gammas dans la source, en particulier pour Pb-210 et Am-241 dont les énergies des gamma sont assez basses. En principe, il faut donc corriger les valeurs mesurées pour tenir compte de ces 2 effets. Nous avons fait une estimation des corrections nécessaires, et pour les 2 effets combinés, il faut corriger les résultats des mesures d'un facteur 1.07 de 122 keV à 1836 keV, d'un facteur 1.10 à 88 keV (Cd-109), 1.18 à 60 keV (Am-241) et 1.27 à 47 keV (Pb-210). Ces estimations que nous réalisons dans ce genre de situation sont décrites à l'annexe 1..

Un autre effet qui doit en principe être pris en compte est celui des pertes par sommations. Il s'agit des détections simultanées de 2 gammas émis en coïncidence par la source. Ces événements engendrent un pic somme et un manque de coups dans le pic d'intérêt. Là aussi, des corrections devraient être appliquées, sauf bien-sûr si l'étalonnage a été exécuté avec les mêmes radionucléides que ceux de la présente intercomparaison et qu'on n'a pas tenu compte de ces effets à ce moment-là ! Les corrections typiques calculées à l'IRA sont décrites à l'annexe 2.

Tableau 6 : Résultats bruts communiqués par chaque laboratoire avec la date de remise des résultats (date), l'incertitude standard relative élargie à ($k = 2$) (U). Les participants 0 et 14 ont fourni des résultats en Bq/échantillon, ce qui a été corrigé dans l'analyse. Dans le cas de résultats avec plusieurs détecteurs, la moyenne a été reportée. Le participant 1 a certainement reporté les incertitudes absolues au lieu des incertitudes relatives, ainsi que le participant 9, ce qui a été corrigé pour l'analyse des résultats, et nous soupçonnons que la date de référence est différente. Le participant 6 a certainement donné ses valeurs par échantillon, mais sans le préciser, nous avons corrigé. La date de référence a été fixée par défaut au 1^{er} août 2015. Le participant 12 a donné une autre date de référence et ses valeurs ont été corrigées pour l'analyse.

Participants	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Date	06.12.2015	14.08.2015	06.08.2015	13.08.2015	30.07.2015	01.09.2015	27.10.2015	03.12.2015	29.09.2015
Co-57									
A [Bq/kg]	216.3	395	300	309	300.4	308	177	332	346
U [%]	5	13.9	20	10	5.5	5	9	14	2.0
Co-60									
A [Bq/kg]	626.3	1140	1130	1100	1086	1070	604	1130	1104
U [%]	5	39.5	9	15	3.9	5	4	8	1.0
Sr-85									
A [Bq/kg]	2212	3990	1550	1490	1479	1510	842	1570	1508
U [%]	5	142	16	15	4.3	5	10	14	1.0
Y-88									
A [Bq/kg]	2209	4007	2270	2170	2225	2130	1186	2270	2164
U [%]	5	161	9	15	3.9	5	7	8	1.0
Cd-109									
A [Bq/kg]	4505	8046	6250	6590	6292	6800	3579	7150	7646
U [%]	8	257	20	10	6.6	5	12	21	3.0
Sn-113									
A [Bq/kg]	1708	3093	1860	1780	1836	1800	959	1840	1879
U [%]	5	115	16	10	4.5	5	7	12	1.5

Participants	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Cs-137									
A [Bq/kg]	562.2	1018	1050	1010	990.6	1020	547	1030	1015
U [%]	5	34.8	12	10	4.2	5	5	12	1.5
Ce-139									
A [Bq/kg]	248.4	438	270	275	284.5	279	155	283	315
U [%]	5	17.8	20	10	5.3	5	8	19	2.0
Pb-210									
A [Bq/kg]	10410	22710	12600	17560	17210	-	10200	16000	-
U [%]	8	1540	30	25	8.5	-	26	29	-
Am-241									
A [Bq/kg]	1115	1749	1460	1820	1910	1680	912	1780	2354
U [%]	10	60.0	20	25	6.4	20	14	20	2.5

Participants	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Date	22.10.2015	08.11.2015	27.10.2015	01.12.2015	05.11.2015	30.10.2015	03.11.2015	29.10.2015	06.11.2015	
Co-57										
A [Bq/kg]	303	270	428.8	340	207	281	312	3.892E+02	244.9	
U [%]	6.83	20	9.7	1.9	17	12	6.5	19.3	5	
Co-60										
A [Bq/kg]	1060	977	1082	800	621	1129	1115	1.083E+03	1523	
U [%]	20.6	9	4.6	1.6	10	11	6.2	16.1	5	
Sr-85										
A [Bq/kg]	1450	1446	4174	3030	2248	1500	1577	3.785E+03	781.5	
U [%]	25.5	12	6.2	1.8	10	11	6.1	15.8	5	
Y-88										
A [Bq/kg]	2098	1937	3854	2690	2227	2072	2189	3.755E+03	1699	

Participants	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
U [%]	49.1	8		5.2	1.5	10	11	6.6	16.3	5
Cd-109										
A [Bq/kg]	6680	6977		8439	7510	3889	6313	6738	8.358E+03	4556
U [%]	292	20		10.8	2.3	17	12	7.8	21.9	5
Sn-113										
A [Bq/kg]	1730	1665		3305	2400	1860	1743	1787	3.028E+03	1397
U [%]	34.9	15		6.8	1.7	12	11	6.2	15.9	20
Cs-137										
A [Bq/kg]	990	942		1070	760	561	1035	1035	9.892E+02	1440
U [%]	17.9	11		5.7	1.8	10	11	6.2	15.8	5
Ce-139										
A [Bq/kg]	269	264		452.8	370	269	261	284	4.248E+02	197.8
U [%]	5.6	18		8.8	1.9	17	12	6.4	17.8	5
Pb-210										
A [Bq/kg]	-	-		-	1000- 20000	10255	17470	-	1.206E+04	2366
U [%]	-	-		-	?	25	12	-	30.5	10
Am-241										
A [Bq/kg]	1795	1228		1835	500-5000	962	1691	615	1.630E+03	653.3
U [%]	54.1	24		12.0	?	14	12	10.7	26.3	5

Tableau 7 : Biais relatifs par radionucléide et participant

Radionuc.	Act réf. au 1.8.15	U	Biais relatif [%]																		
	Bq/kg	[%]	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Co-57	323	2.2	-1.8	22.3	-7.1	-4.3	-7.0	-4.6	1.7	2.8	7.1	-6.2	-16.4		4.9	5.3	18.9	-13.0	-3.4	20.5	-24.2
Co-60	1127	3	-0.3	1.2	0.3	-2.4	-3.6	-5.1	-0.6	0.3	-2.0	-5.9	-13.3		-7.1	-29.0	2.2	0.2	-1.1	-3.9	35.1
Sr-85	1522	2.4	0.8	162.2	1.8	-2.1	-2.8	-0.8	2.6	3.2	-0.9	-4.7	-5.0		2.5	99.1	174.0	-1.4	3.6	148.7	-48.7
Y-88	2232	2.2	1.0	79.5	1.7	-2.8	-0.3	-4.6	-1.4	1.7	-3.0	-6.0	-13.2		-5.1	20.5	85.1	-7.2	-1.9	68.2	-23.9
Cd-109	7085	2.2	2.8	13.6	-11.8	-7.0	-11.2	-4.0	-6.3	0.9	7.9	-5.7	-1.5		3.8	6.0	1.8	-10.9	-4.9	18.0	-35.7
Sn-113	1857	2.6	-1.9	66.6	0.2	-4.1	-1.1	-3.1	-4.2	-0.9	1.2	-6.8	-10.3		2.3	29.2	85.8	-6.1	-3.8	63.1	-24.8
Cs-137	1053	4.4	-1.5	-3.3	-0.3	-4.1	-5.9	-3.1	-3.6	-2.2	-3.6	-6.0	-10.5		1.0	-27.8	-1.2	-1.7	-1.7	-6.1	36.8
Ce-139	284	2.4	2.1	54.2	-4.9	-3.2	0.2	-1.8	1.3	-0.4	10.9	-5.3	-7.0		0.3	30.3	75.7	-8.1	0.0	49.6	-30.4
Pb-210	19622	3	-2.3	15.7	-35.8	-10.5	-12.3		-3.6	-18.5							-3.0	-11.0		-38.5	-87.9
Am-241	1916	3	7.9	-8.7	-23.8	-5.0	-0.3	-12.3	-11.7	-7.1	22.9	-6.3	-35.9		-4.3		-6.8	-11.7	-67.9	-14.9	-65.9

Tableau 8 : Incertitude absolue sur les biais relatifs par radionucléide et par participant

	Inc. absolue du biais relatif [%]																		
Radionuc.	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Co-57	0.03	0.04	0.20	0.10	0.06	0.05	0.09	0.14	0.02	0.03	0.20		0.10	0.02	0.17	0.12	0.07	0.19	0.05
Co-60	0.03	0.04	0.09	0.15	0.04	0.05	0.04	0.08	0.01	0.04	0.09		0.05	0.02	0.10	0.11	0.06	0.16	0.05
Sr-85	0.02	0.04	0.16	0.15	0.04	0.05	0.10	0.14	0.02	0.03	0.12		0.06	0.02	0.10	0.11	0.06	0.16	0.05
Y-88	0.02	0.04	0.09	0.15	0.04	0.05	0.07	0.08	0.02	0.03	0.08		0.05	0.02	0.10	0.11	0.07	0.16	0.05
Cd-109	0.02	0.04	0.20	0.10	0.07	0.05	0.12	0.21	0.03	0.05	0.20		0.11	0.03	0.17	0.12	0.08	0.22	0.05
Sn-113	0.03	0.04	0.16	0.10	0.05	0.05	0.07	0.12	0.03	0.03	0.15		0.07	0.03	0.12	0.11	0.07	0.16	0.20
Cs-137	0.04	0.04	0.12	0.10	0.04	0.05	0.05	0.12	0.02	0.05	0.11		0.06	0.02	0.10	0.11	0.06	0.16	0.05
Ce-139	0.03	0.04	0.20	0.10	0.05	0.05	0.08	0.19	0.02	0.03	0.18		0.09	0.02	0.17	0.12	0.07	0.18	0.05
Pb-210	0.03	0.07	0.30	0.25	0.09		0.26	0.29							0.25	0.12		0.31	0.10
Am-241	0.03	0.04	0.20	0.25	0.06	0.20	0.14	0.20	0.03	0.04	0.24		0.12		0.14	0.12	0.11	0.26	0.05

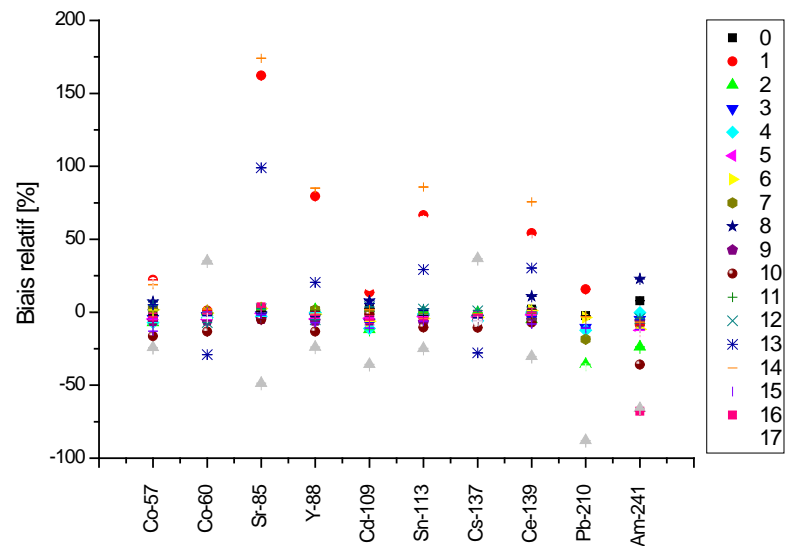


Figure 3 : biais relatif par radionucléide et par participant.

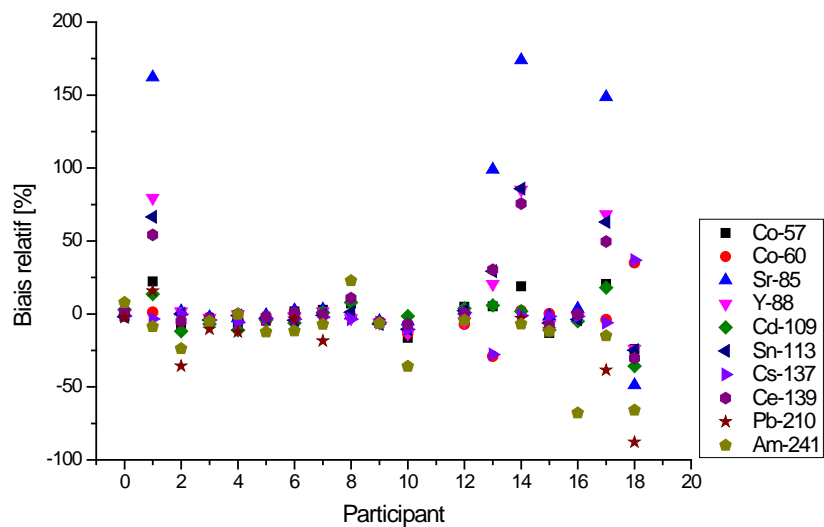


Figure 4 : biais relatif par participant et par radionucléide.

Afin de juger des résultats et des incertitudes associées, on a utilisé l'outil statistique du test ζ , qui est défini par la relation :

$$\zeta = \frac{A_{mes} - A_{ref}}{\sqrt{u(A_{mes})^2 + u(A_{ref})^2}}$$

où A_{mes} est la concentration radioactive mesurée par le participant, A_{ref} est la concentration radioactive de référence, la valeur de u est l'incertitude communiquée par les participants et σ_{ref} est la valeur d'écart-type de l'intercomparaison. Cette dernière est une valeur de tolérance et a été calculée en combinant l'incertitude sur les valeurs de référence et un écart-type typique des mesures par spectrométrie de 5 %. Ceci donne une valeur pour l'écart-type de l'intercomparaison de 6 %.

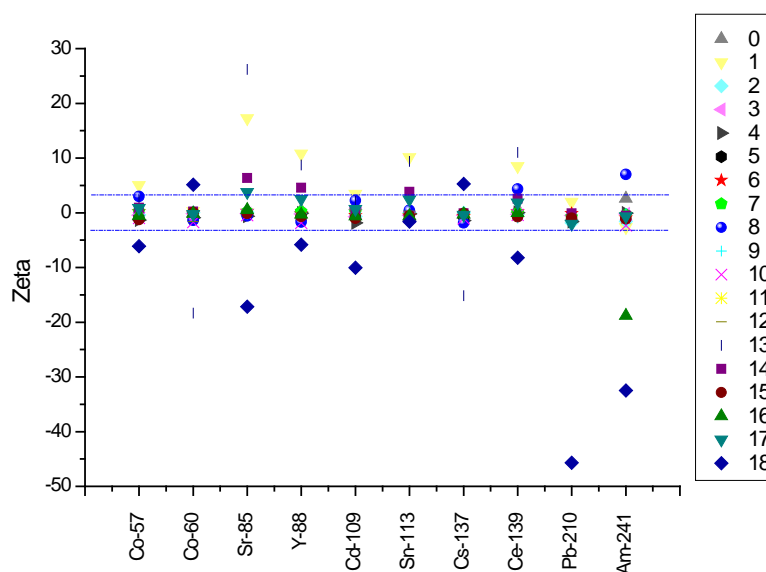
La valeur de ζ s'interprète de la manière suivante :

- 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).

Tableau 9 présente les valeurs calculées par radionucléide et par participant. Celles-ci sont reportées dans la Figure 5. On remarque que certains participants ont pu répondre à l'exigence de rester en dessous de 2. Cependant, pour certains radionucléides et pour certains participants, les résultats ne sont pas aussi bons. Il faut cependant noter que cet échantillon n'est pas standard et que les incertitudes associées à cette mesure sont plus importantes que celles reportées dans le certificat de la source. La majorité des participants ont tout de même obtenus des résultats satisfaisants. Une meilleure estimation des incertitudes aurait permis à de nombreux participants d'obtenir de meilleurs scores ζ .

Tableau 9 : Score ζ par radionucléide et par participant

Act réf. U			Valeur de ζ																		
Radionuc.	Bq/kg	[%]	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Co-57	323	2.2	-0.7	4.6	-0.4	-0.4	-1.3	-0.9	0.2	0.2	2.3	-2.0	-1.0		0.5	1.8	0.9	-1.2	-0.5	0.9	-5.5
Co-60	1127	3	-0.1	0.3	0.0	-0.2	-0.8	-0.9	-0.1	0.0	-0.6	-1.7	-1.6		-1.4	-9.0	0.2	0.0	-0.2	-0.2	4.8
Sr-85	1522	2.4	0.3	16.8	0.1	-0.1	-0.6	-0.1	0.3	0.2	-0.4	-1.6	-0.4		0.4	23.0	6.3	-0.1	0.5	3.8	-13.8
Y-88	2232	2.2	0.4	10.5	0.2	-0.2	-0.1	-0.9	-0.2	0.2	-1.3	-1.9	-1.8		-0.9	7.2	4.6	-0.7	-0.3	2.5	-5.4
Cd-109	7085	2.2	1.3	3.2	-0.7	-0.7	-1.8	-0.8	-0.5	0.0	2.0	-1.2	-0.1		0.3	1.8	0.1	-1.0	-0.6	0.7	-9.2
Sn-113	1857	2.6	-0.7	9.9	0.0	-0.4	-0.2	-0.6	-0.6	-0.1	0.4	-2.1	-0.8		0.3	8.6	3.8	-0.6	-0.6	2.4	-1.6
Cs-137	1053	4.4	-0.3	-0.6	0.0	-0.4	-1.0	-0.5	-0.6	-0.2	-0.8	-1.3	-1.0		0.1	-6.1	-0.1	-0.1	-0.2	-0.4	4.5
Ce-139	284	2.4	0.7	8.1	-0.3	-0.3	0.0	-0.3	0.1	0.0	3.3	-1.7	-0.4		0.0	8.8	2.5	-0.7	0.0	1.9	-7.2
Pb-210	19622	3	-0.8	1.9	-1.8	-0.5	-1.5		-0.1	-0.8							-0.1	-1.0		-2.0	-27.2
Am-241	1916	3	2.6	-2.0	-1.5	-0.2	0.0	-0.7	-0.9	-0.4	5.3	-1.5	-2.3		-0.4		-0.5	-1.1	-14.9	-0.7	-19.1

Figure 5 : valeur de ζ par radionucléide et par participant

Conclusions

19 laboratoires ont participé à l'intercomparaison 2015. Les participants ont démontré une maîtrise de la mesure en spectrométrie gamma. Par contre, une sous-estimation des incertitudes associées a été remarquée pour plusieurs laboratoires, ce qui a comme conséquence d'obtenir des résultats incompatibles.

Remerciements

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

Annexe 1 : corrections de géométrie et de matrice de l'échantillon

L'échantillon étalon de cette intercomparaison avait des caractéristiques qui pouvaient être différentes des solutions utilisées lors de l'étalonnage des détecteurs de certains participants.

1. Au lieu d'une solution aqueuse, l'échantillon étalon était composé de résine silicone de composition massique suivante : C : 0.324, H : 0.0816, O : 0.216, Si : 0.379 (proportions en masse). Masse volumique : 0.98 g/cm^3
2. Le volume de remplissage était de 550 ml et non pas 500 ml.

La résine silicone donne lieu à une différence d'autoatténuation du rayonnement gamma dans la source elle-même par rapport à l'eau. Il faut en tenir compte à basse énergie en particulier.

La différence de hauteur de remplissage du flacon Semadeni (type 1742) induit une position de la source en moyenne plus éloignée du détecteur avec 550 ml qu'avec 500 ml. Si l'étalonnage a été exécuté avec 500 ml, il faut appliquer une correction au résultat obtenu pour une source de 550 ml.

Ces deux types de corrections ont été estimées à l'IRA.

Les facteurs de correction f_{corr} sont définis de la façon suivante :

$$A_{\text{corrigée}} = A_{\text{non corrigée}} \times f_{\text{corr}}$$

où $A_{\text{corrigée}}$ est l'activité corrigée pour un effet donné, $A_{\text{non corrigée}}$ est l'activité rapportée par le logiciel d'analyse sans correction de cet effet et f_{corr} est le facteur de correction multiplicatif correspondant à l'énergie gamma considérée.

Ces corrections ont été déterminées au moyen du logiciel ETNA (Efficiency Transfer for Nuclide Activity measurements). Il s'agit d'un logiciel développé par le Laboratoire National Henri Becquerel qui permet de calculer le transfert de rendement d'une géométrie étalonnée à une autre géométrie non étalonnée.

Les corrections ont été déterminées pour 2 détecteurs de tailles différentes.

Le détecteur 1 est un HPGe ORTEC GMX-23190 de type n, 23% d'efficacité relative, dimensions du cristal : 52 mm de diamètre x 53 mm de hauteur. La fenêtre de béryllium est couverte par un capuchon de protection en polyéthylène de 3.3 mm d'épaisseur. La distance du cristal à la surface externe du capuchon est de 9.4 mm.

Le détecteur 2 est un HPGe ORTEC GMX-35P4-76 de type n, 35% d'efficacité relative, dimensions du cristal : 57 mm de diamètre x 72 mm de hauteur. La fenêtre de béryllium est couverte par un capuchon de protection en polyéthylène de 3 mm d'épaisseur. La distance du cristal à la surface externe du capuchon est de 8 mm.

Les résultats des calculs ont montré les points suivants :

- Les corrections sont identiques pour les deux tailles de détecteurs
- La résine silicone à la place de l'eau a peu d'effet en dessus de 70 keV environ. Par contre, au-dessous de cette énergie, la correction devient indispensable.
- Le remplissage à 550 ml au lieu de 500 ml demande une correction de 7% à 9% selon l'énergie.
- Pour les 2 effets combinés, il faut corriger d'un facteur 1.07 de 122 keV à 1836 keV, d'un facteur 1.10 à 88 keV (Cd-109), 1.18 à 60 keV (Am-241) et 1.27 à 47 keV (Pb-210).

Les facteurs de correction pour les deux effets et pour l'effet total sont indiqués dans la Figure 4.

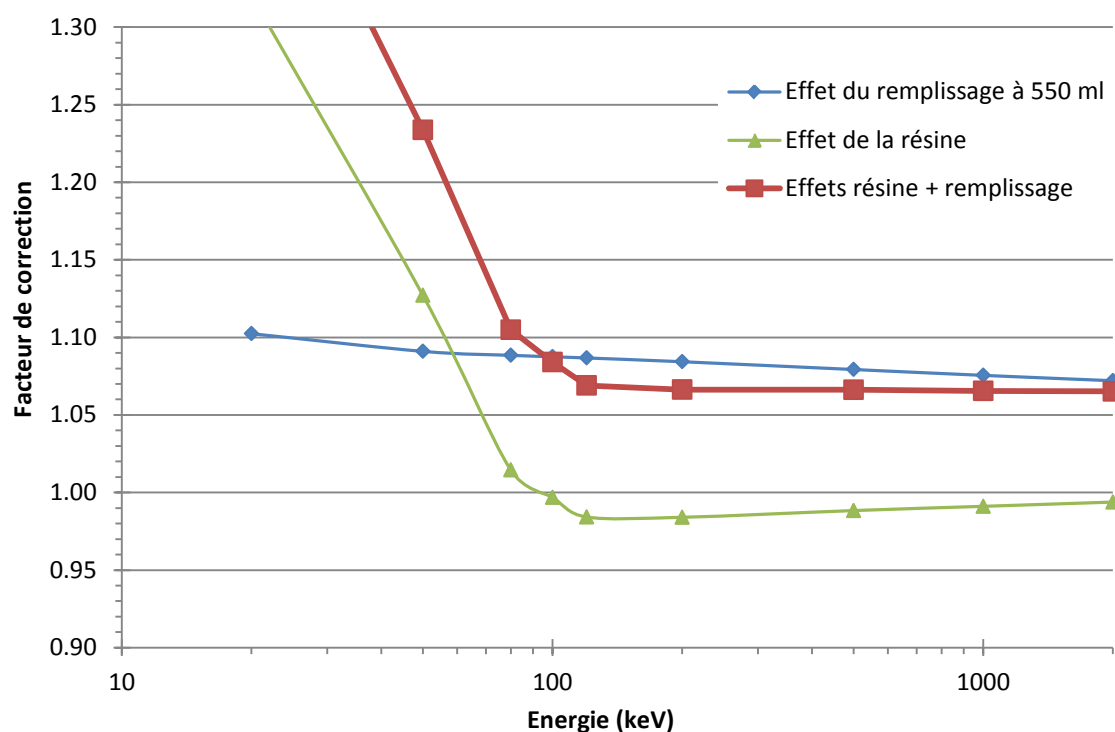


Figure 6. Facteurs de correction pour les différences de matrice et de géométrie de la source de l'intercomparaison (par rapport à un étalonnage effectué avec de l'eau et avec 500 ml)

Annexe 2 : corrections de sommations

On donne ci-dessous les facteurs de correction de sommations déterminés par simulation Monte Carlo pour 2 détecteurs HPGe de l'IRA et pour le récipient Semadeni 500 ml (type 1742) posé sur le détecteur.

Les facteurs de correction f_{corr} sont définis de la façon suivante :

$$A_{\text{corrigée}} = A_{\text{non corrigée}} \times f_{\text{corr}}$$

où $A_{\text{corrigée}}$ est l'activité corrigée pour les effets de sommations, $A_{\text{non corrigée}}$ est l'activité rapportée par le logiciel d'analyse sans correction de ces effets et f_{corr} est le facteur de correction multiplicatif correspondant à la ligne gamma considérée.

1.1. HPGe de type n de 23% d'efficacité relative

Le détecteur est un HPGe ORTEC GMX-23190 de type n, 23% d'efficacité relative, dimensions du cristal : 52 mm de diamètre x 53 mm de hauteur. La fenêtre de béryllium est couverte par un capuchon de protection en polyéthylène de 3.3 mm d'épaisseur. La distance du cristal à la surface externe du capuchon est de 9.4 mm.

Tableau 10 : Facteurs de correction de sommations et incertitudes-types statistiques relatives de la simulation Monte Carlo (à $k=1$) pour le HPGe type n 23% et le Semadeni 500 ml

Radionucl.	E (keV)	Fcorr	u stat
Ce-139	165.9	1.037	0.2%
Sn-113	391.7	1.027	0.4%
Y-88	898.1	1.034	0.4%
Co-60	1173.2	1.041	0.5%
	1332.5	1.033	0.5%
Y-88	1836.1	1.029	0.6%

1.2. HPGe à puits de 45% d'efficacité relative

Le détecteur est un HPGe CANBERRA GCW 4523, 45% d'efficacité relative, dimensions du cristal : 64 mm de diamètre x 69 mm de hauteur. Capot en aluminium de 1.5 mm d'épaisseur. La distance du cristal à la surface externe du capot est de 10 mm. Le puits est de 16 mm de diamètre et 40 mm de profondeur (dimensions externes).

Tableau 11 : Facteurs de correction de sommations et incertitudes-types statistiques relatives de la simulation Monte Carlo (à $k=1$) pour le HPGe à puits 45% et le Semadeni 500 ml

Radionucl.	E (keV)	Fcorr	u stat
Ce-139	165.9	1.037	0.2%
Sn-113	391.7	1.020	0.3%
Y-88	898.0	1.052	0.4%
Co-60	1173.2	1.059	0.4%
	1332.5	1.059	0.4%
Y-88	1836.1	1.056	0.5%

Annexe 3 : Biais relatifs par radionucléide

