



Journées Utilisateurs LNHB



16 et 17 mars 2017



TESTS INTERLABORATOIRES DU LNHB : ORGANISATION – RÉALISATION - RETRAITEMENT



Margot Corbel, Valérie Lourenço,
Sophie Morelli & Didier Lacour



TESTS INTERLABORATOIRES DU LNHB

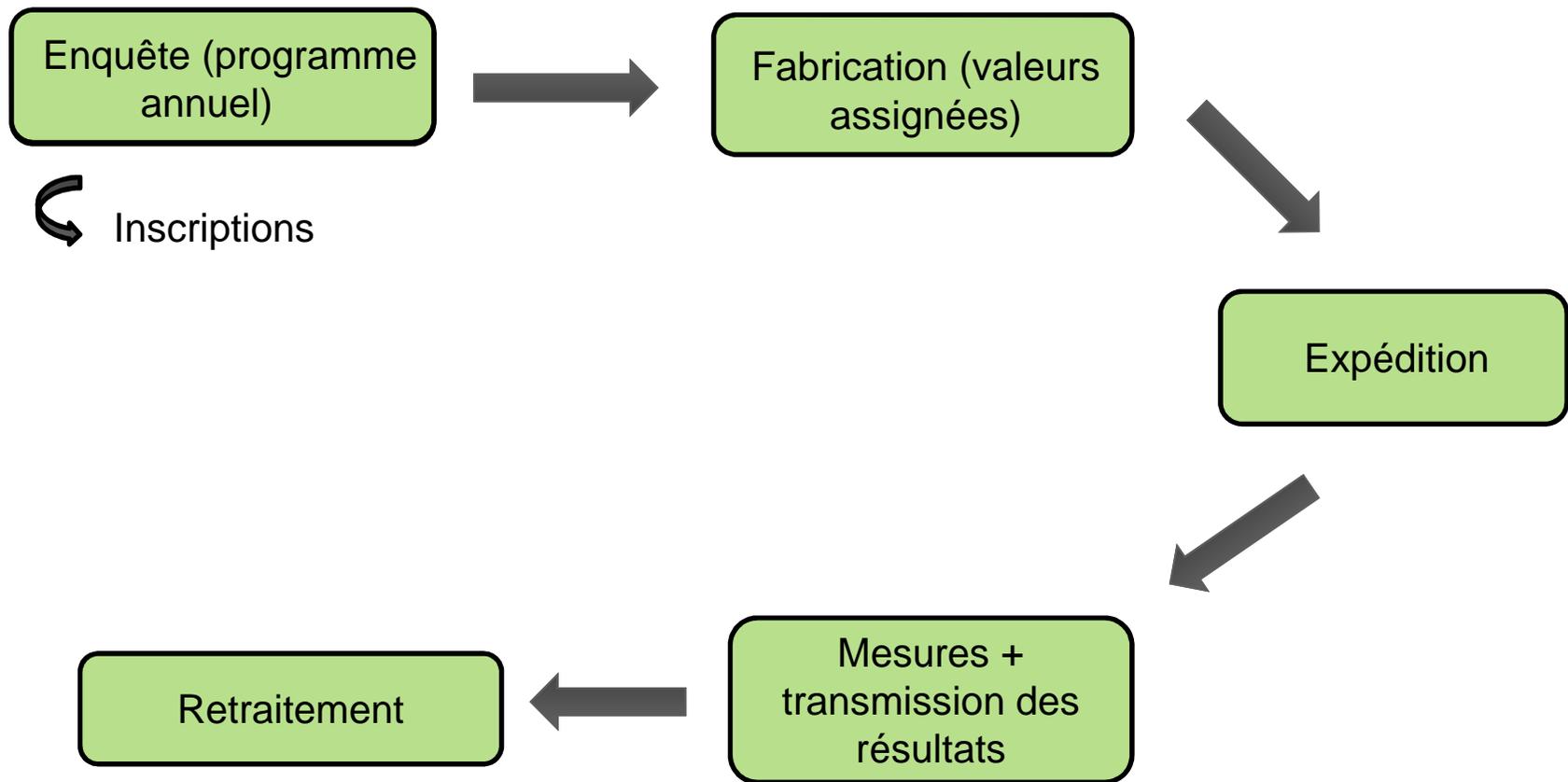
- LNHB : dissémination du Bq
- Transfert des références aux utilisateurs
- Tests interlaboratoires : tester capacité de mesure des laboratoires de radioactivité
- Depuis plus de 40 ans, plus de 200 tests

Les types de tests

- ^3H , émetteurs β (avec ou sans interférent)
- Mélanges multi-gamma à différents niveaux : matrice aqueuse synthétique ou matrice environnementale
- Gaz
- Filtres marqués



TESTS INTERLABORATOIRES DU LNHB

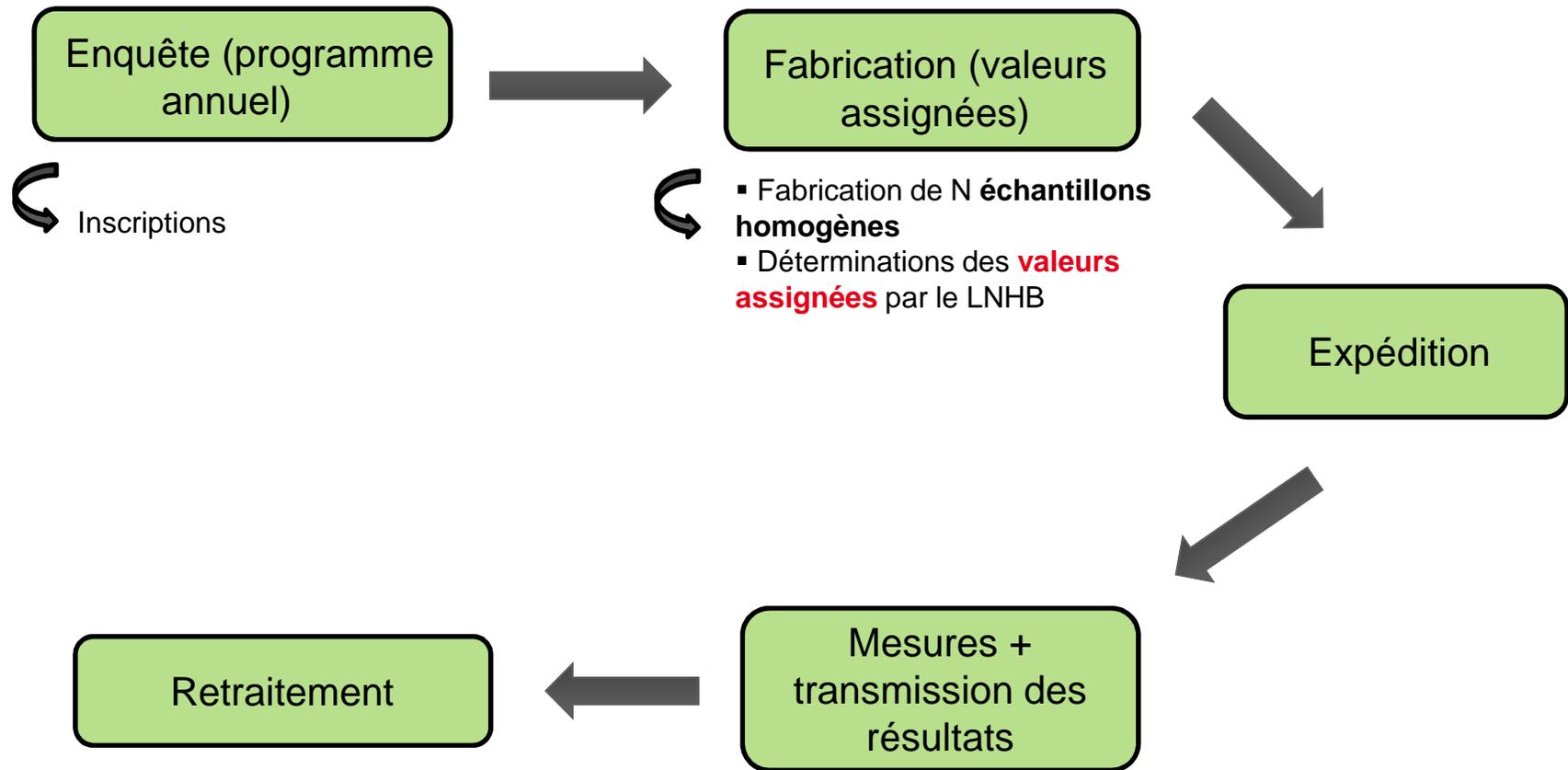




ORGANISATION DES TESTS

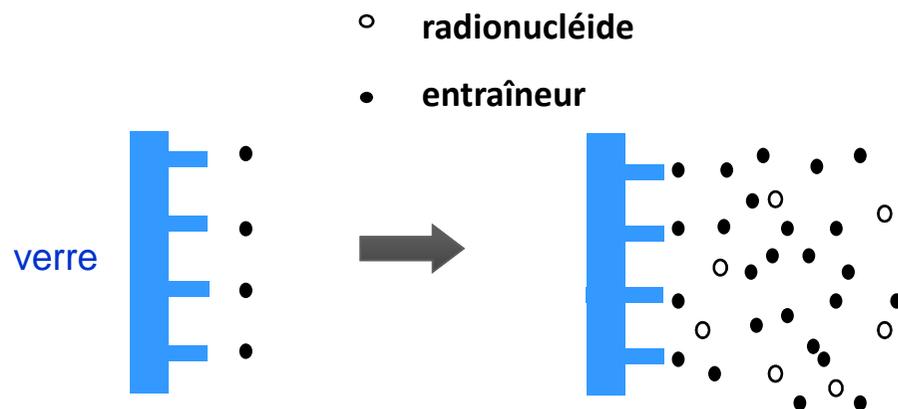
- Cibles : industriels du nucléaire et laboratoires de mesure de radioactivité (AREVA, CEA, EDF, IRSN, ...)
- Objectifs :
 - Vérifier la capacité des laboratoires à mesurer le Bq
 - Permettre une traçabilité au niveau national
- Non accrédité mais suivi des prescriptions de la norme 17043
- Année n-1 :
 - Novembre : sondage des besoins auprès des laboratoires
 - Détermination des tests à venir (LNHB)
 - Décembre : édition du programme des tests et diffusion
- Inscription au test

TESTS INTERLABORATOIRES DU LNHB



PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS (1/6)

Traitement de la verrerie à l'entraîneur



- Entraîneur = isotope stable du RN (sel)
- Rinçage préalable des récipients pour saturer les sites
- Milieu de dilution des solutions radioactives
- Mélange multi-gamma : autant d'entraîneurs stables que de RN

Cas des filiations radioactives : Ajout de l'entraîneur du descendant radioactif

Ex : dosage du ^{90}Sr ($T_{1/2} = 28 \text{ a}$) à partir de son descendant ^{90}Y ($T_{1/2} = 2,7 \text{ j}$)



Solution d'entraîneurs à partir SrCl_2 et YCl_3
 $[\text{Sr}^{2+}]$ et $[\text{Y}^{3+}] \sim 10^{-5} \text{ mol.L}^{-1}$

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS (2/6)

Milieu de dilution

Échelle	« indicateurs »		μ-traces	Traces	Chimie « classique »
Nb atomes	6	6×10^{15}	6×10^{18}	6×10^{20}	6×10^{23}
[Atomes] en mol/L	10^{-23}	10^{-8}	10^{-5}	10^{-3}	1

- Exemple : 1 kBq/g de ^{137}Cs dans HCl 0,1 mol/L, dans un SG 15
 - Pour les physiciens
 - $2 \cdot 10^{13}$ atomes de ^{137}Cs
 - ~ 4 atomes d'intérêt pour 200 000 000 molécules de solvant



- Pour les chimistes
 - $2 \cdot 10^{-9}$ mol/L de ^{137}Cs
 - [entraîneur] = 10^{-4} – 10^{-5} mol/L
 - Isotope stable du ^{137}Cs : CsCl (10 μg/g en Cs)
- Large excès**
 1 atome de ^{137}Cs pour 33 000 atomes de Cs stable

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS (3/6)

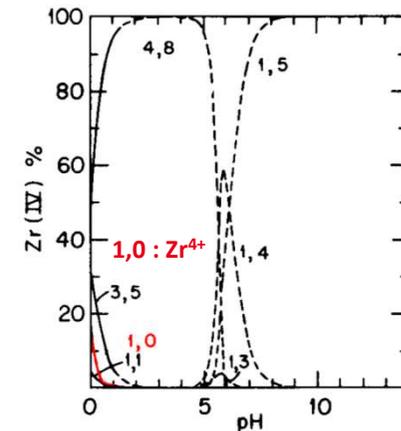
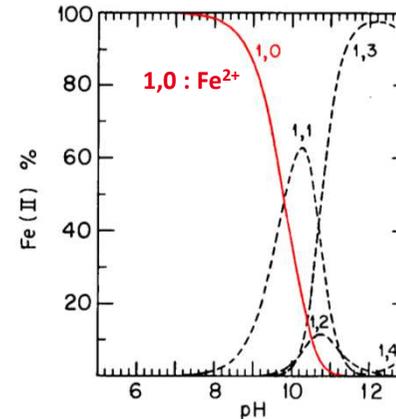
Milieu de dilution

- Pour la stabilité de nombreux RN :
 - $[\text{HNO}_3]$ ou $[\text{HCl}]$ entre 0,1 et 1 mol/L
 - $\text{pH} \leq 1$



Eviter l'hydrolyse

- Ajout d'un agent complexant
 - Ex : acide oxalique pour complexer Zr(IV)
- Ajout d'un agent réducteur
 - Ex : thiosulfate dans I^- pour éviter de former I_2 (volatil)



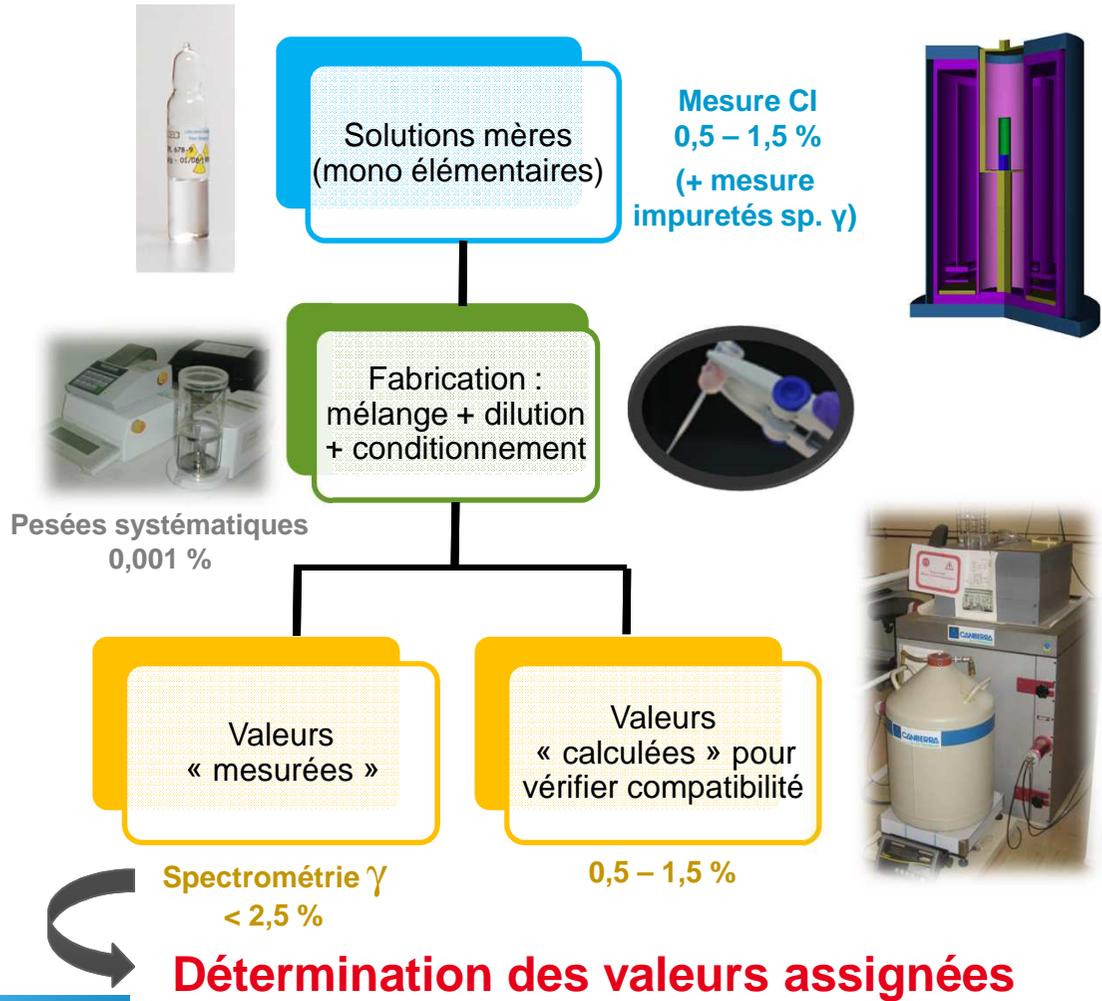
PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS (4/6)

Valeurs de référence / Traçabilité (ex : test ^3H)



PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS (5/6)

Valeurs de référence / Traçabilité (ex : test multi-gamma)



Exemple :

- SG500, 9 participants, 6 RN
 - 6 mesures en CI
- 15 échantillons préparés (\sqrt{N} échantillons conservés)
- ~ 100 opérations de pesée
- Plusieurs semaines de mesure en sp. γ
 - 12 mesures (valeur assignée + homogénéité + stabilité)
- Mesures via instruments de transfert (étalonné via instruments primaires)

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS (6/6)

Matrices marquées



Séchage



Broyage



Matrice avant
tamisage



Tamisage

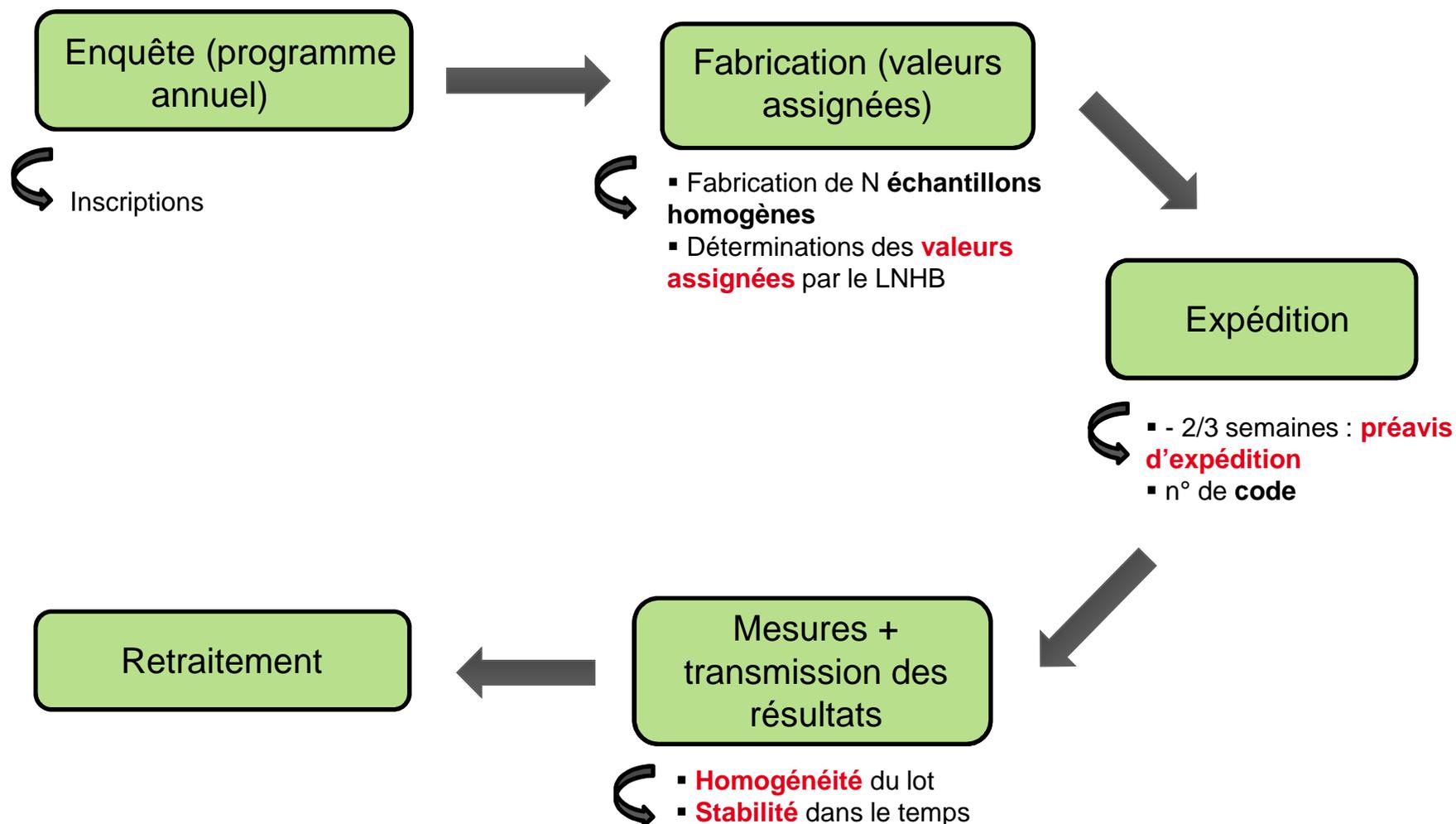


Marquage



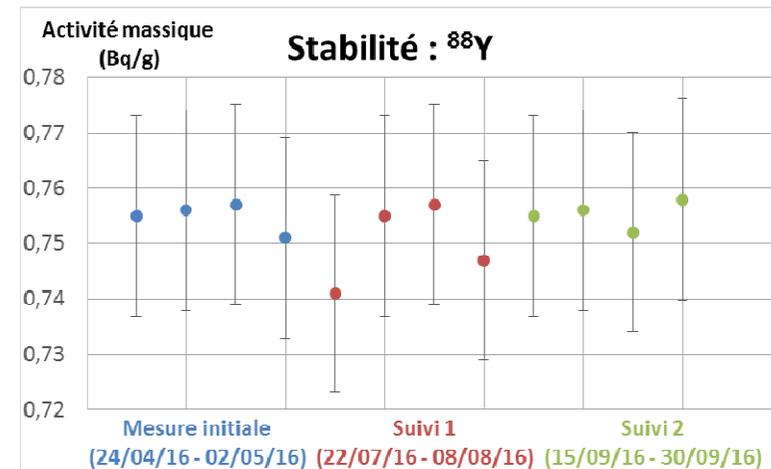
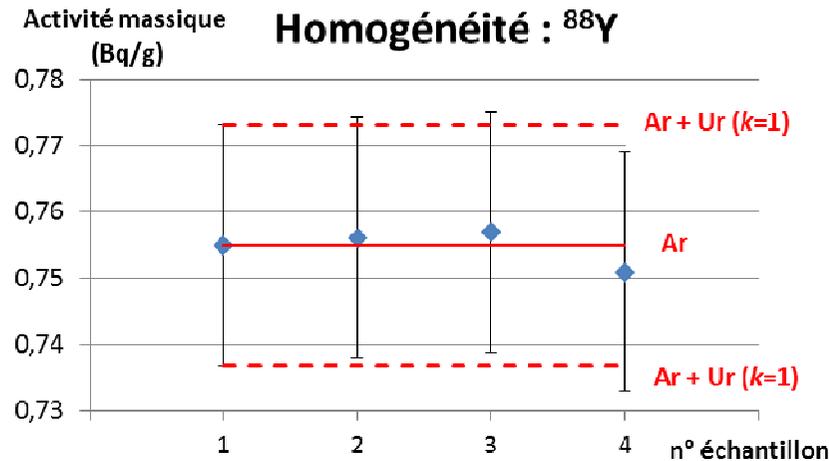
Conditionnement

TESTS INTERLABORATOIRES DU LNHB



HOMOGÉNÉITÉ - STABILITÉ

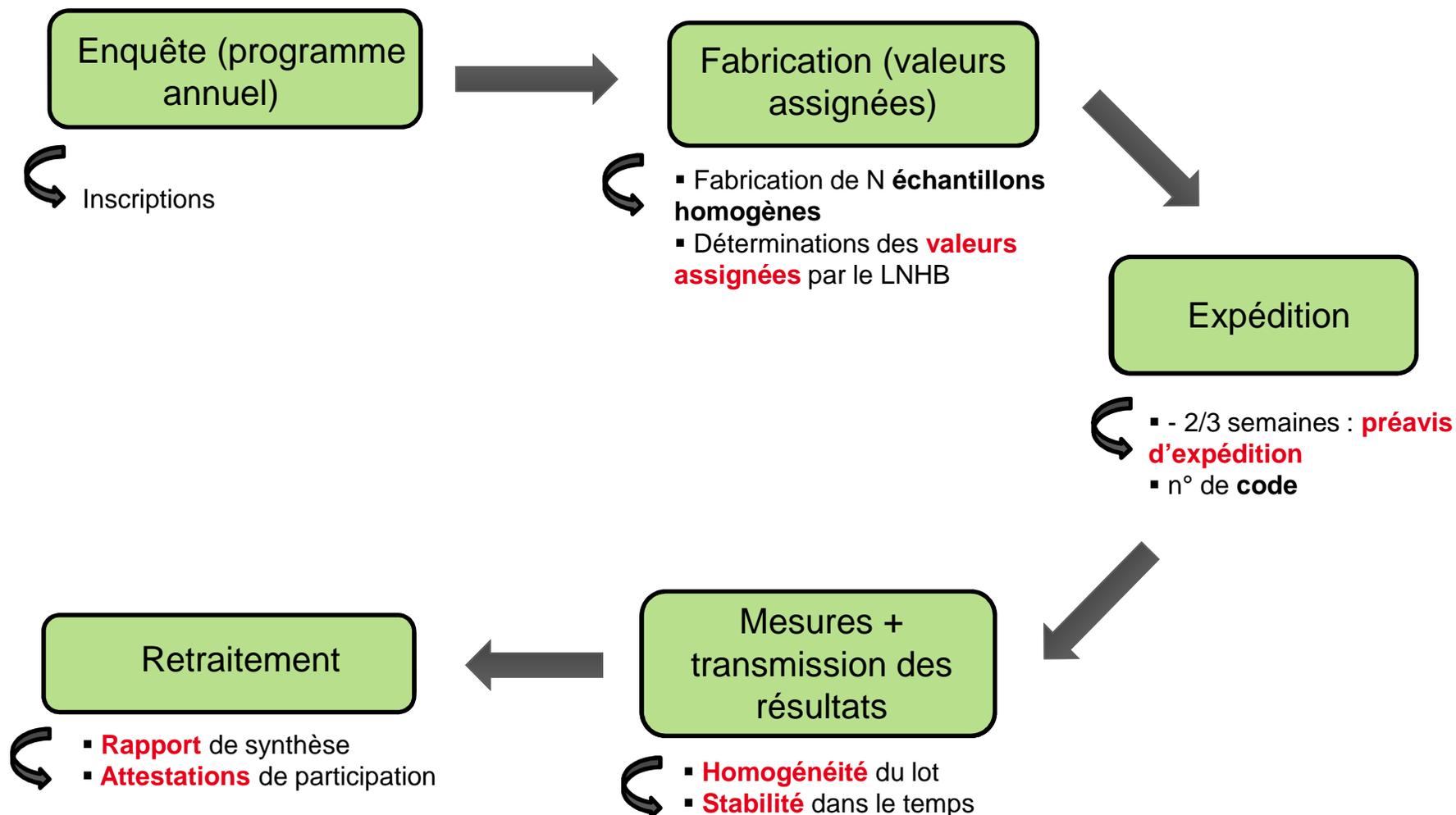
- Homogénéité du lot :
 - Mesures d'*a minima* \sqrt{N} échantillons (ex : 4 sur les 15)
 - Dispersion incluse dans l'incertitude de la valeur assignée



- Stabilité dans le temps :
 - Conservation de plusieurs échantillons pour suivi
 - Mesure avant expédition (valeurs assignées)
 - 1^{er} suivi : pendant les mesures chez les participants
 - 2^e suivi : après retour des résultats

Variation relative
moyenne ^{88}Y :
0,1 % < $U_{r(^{88}\text{Y})}$

TESTS INTERLABORATOIRES DU LNHB



TRAITEMENT DES RÉSULTATS (1/3)

- Identification des valeurs aberrantes : Test de Grubbs (NF ISO 5725-2)
- Traitement des résultats selon les critères des tests réglementaires de l'IRSN :

- **Ecart relatif** entre A_p et A_r : $|e_p| = \frac{|A_p - A_r|}{A_r} \cdot 100$

- **Ecart normalisé** (prend en compte les incertitudes élargies à $k=2$) :

$$E_n = \frac{|A_p - A_r|}{\sqrt{U_p^2 + U_r^2}}$$

Si $U_p > 2 \cdot \sigma_{lab}$
Application critère 2bis



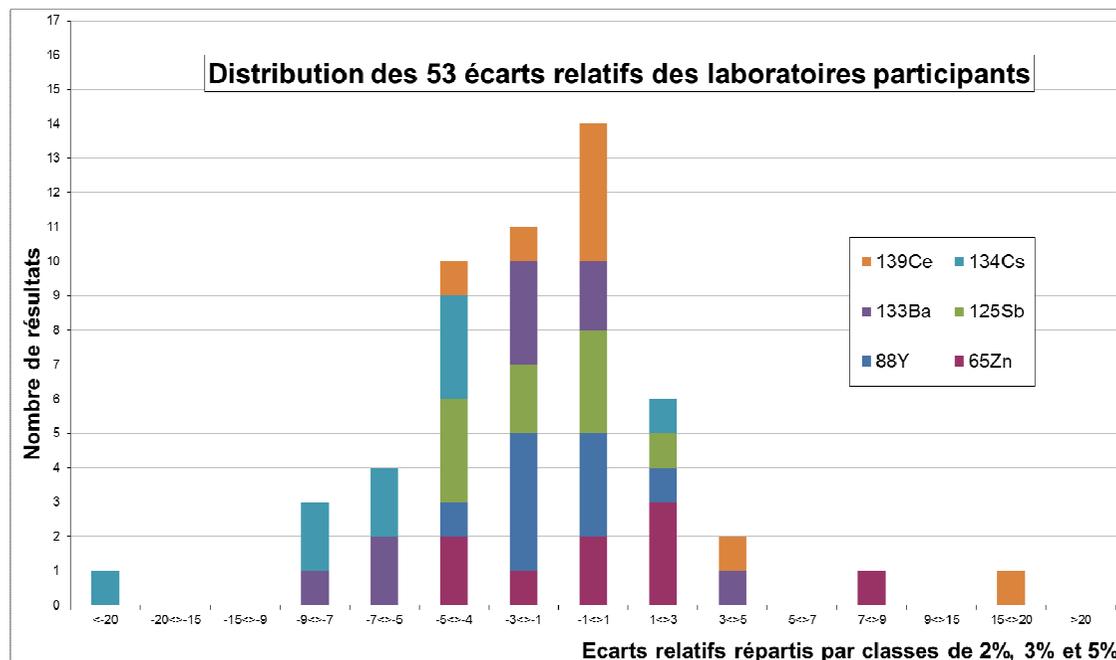
$$U_p = 2 \cdot \sigma_{lab}$$

- **Score z** (tolérance sur l'écart par rapport à σ_{lab}) : $z = \frac{|A_p - A_r|}{\sigma_{lab}}$

- Classification des résultats :

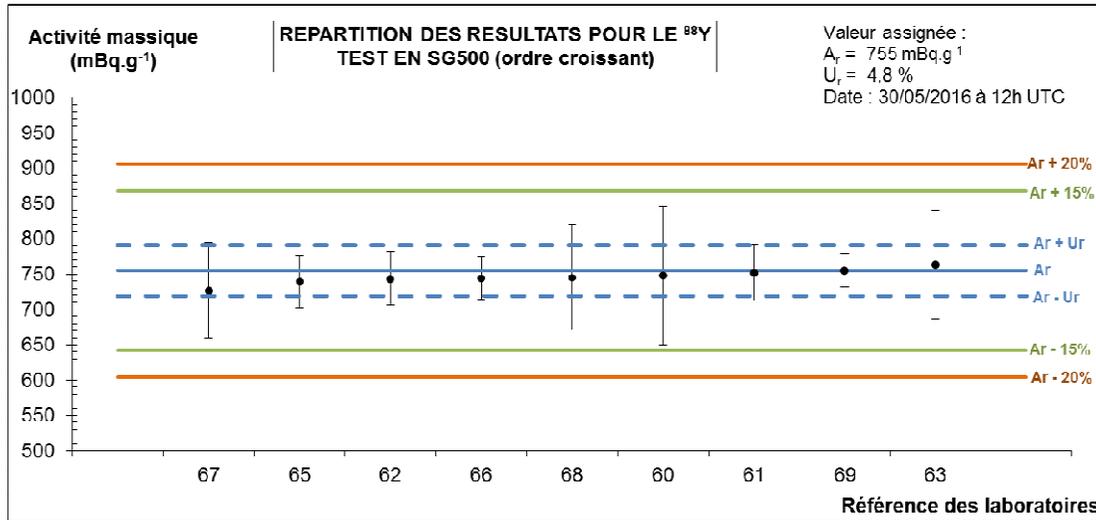
Classification	Satisfaisant	Discutable	Non Satisfaisant
$ e_p $	< 15 %	15 % - 20 %	> 20 %
E_n	≤ 1	1 - 1,3	$\geq 1,3$
Score z	≤ 2	2 - 3	≥ 3

TRAITEMENT DES RÉSULTATS (2/3)

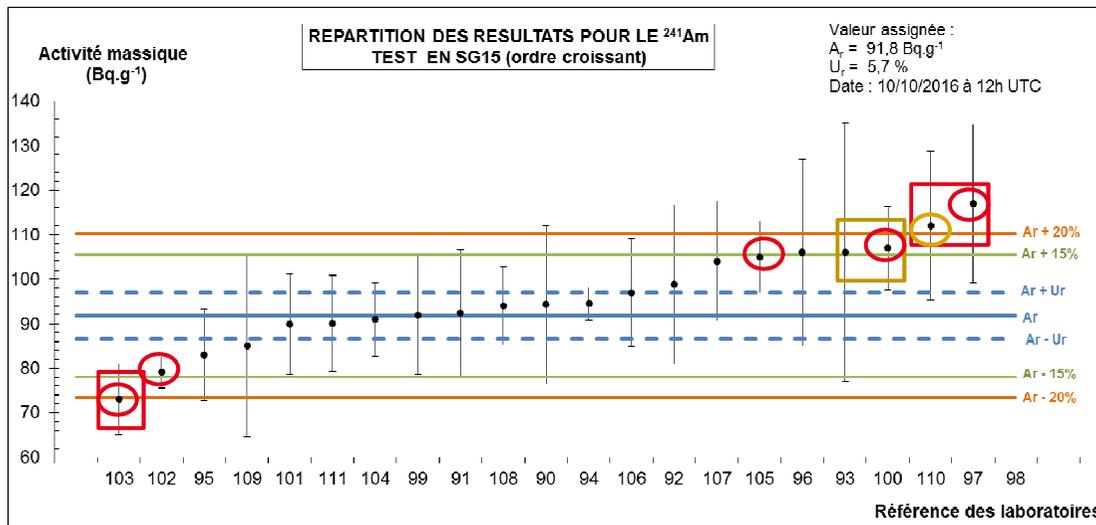


- Valeur moyenne de tous les écarts relatifs
- Valeur moyenne des écarts relatifs par RN
- Dispersion des écarts par RN
- Commentaires au cas par cas dans les attestations (y compris bilan des incertitudes)

TRAITEMENT DES RÉSULTATS (3/3)



- 898 + 1836 keV
- |E_p| et E_n : Satisfaisants pour tous



- 59 keV
- Dispersion des résultats plus importante
- |E_p| : Discutable pour 2, Non Satisfaisant pour 3
- E_n : Discutable pour 1, Non Satisfaisant pour 5

BILAN DES RÉSULTATS

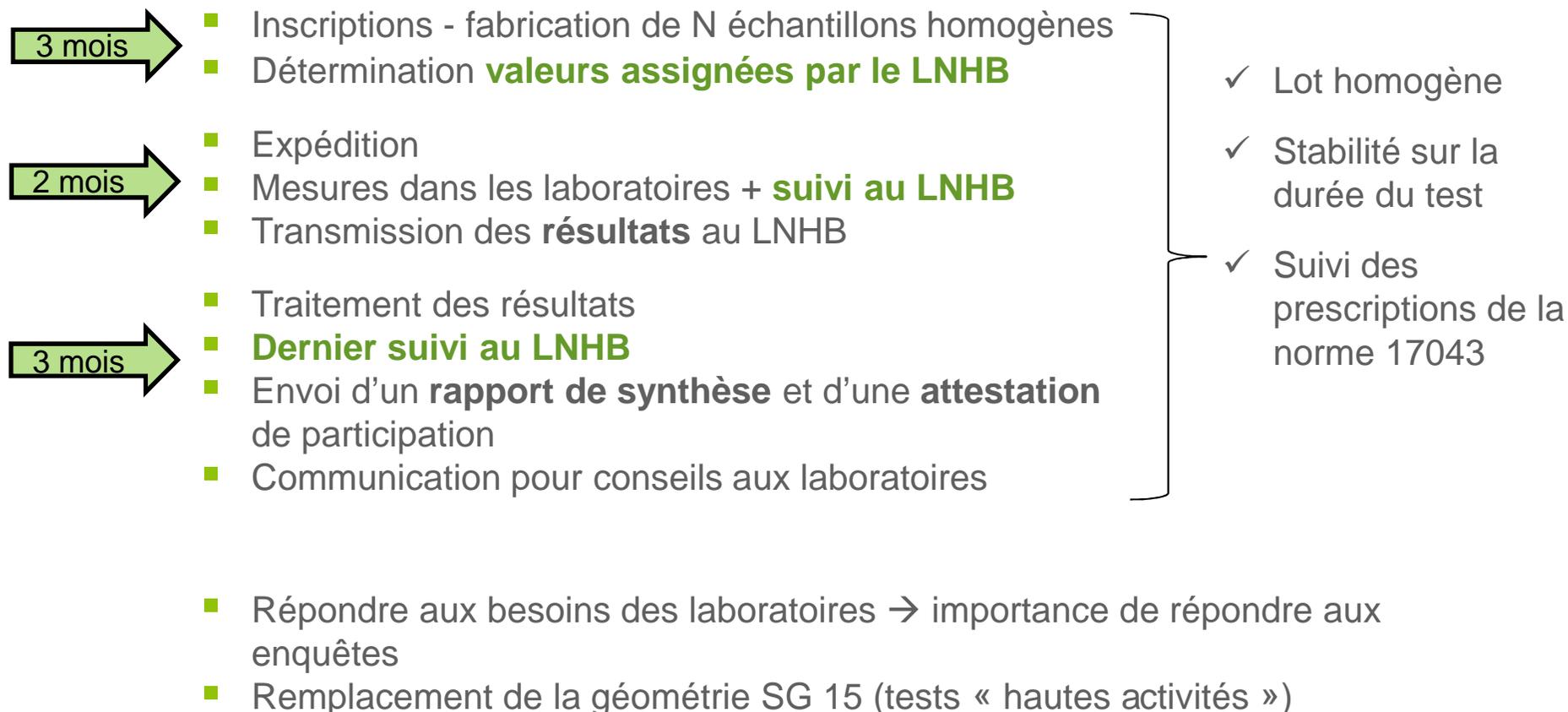
- Bilan des résultats (ex. LNHB-R60B)

Classification	Satisfaisant	Discutable	Non Satisfaisant
$ e_p $	96 %	2 %	2 %
E_n	89 %	6 %	6 %
Score z	83 %	15 %	2 %

- Incertitudes surestimées (54 % : critère 2 bis !)
- 24 % surestimation A_p
- 74 % sous-estimation A_p

CONCLUSIONS - PERSPECTIVES

■ Déroulement d'un test :



Le pôle « préparation de sources » :

- Sophie Morelli
- Didier Lacour
- Valérie Lourenço
- Margot Corbel

Les mesures en spectrométrie gamma :

- Marie-Christine Lepy
- Sylvie Pierre
- Laurine Brondeau
- Benoit Sabot

Les mesures en scintillation liquide :

- Philippe Casette
- Isabelle Tartès

Les mesures en chambre d'ionisation :

- Vanessa Chiste
- Mikaël Cardot-Martin

Les relecteurs :

- Carole Frechou
- Thierry Branger
- Loic De Carlan

Merci de votre attention

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
Institut List | CEA SACLAY NANO-INNOV | BAT. 861 – PC142
91191 Gif-sur-Yvette Cedex - FRANCE
www-list.cea.fr

Établissement public à caractère industriel et commercial | RCS Paris B 775 685 019