



PROfil

Incertitudes de mesure

**Applications concrètes
pour les essais - Tome 2**

**Abdérafi Charki, Patrick Gerasimo,
Mohamed El Mouftari, Yvon Mori
et Christian Sauvageot**

Incertitudes de mesure

**Applications concrètes
pour les essais - Tome 2**

Abdérafi Charki, Patrick Gerasimo,
Mohamed El Mouftari, Yvon Mori,
et Christian Sauvageot

Légendes des illustrations de
couverture (de gauche à droite) :

1. *Vitruvian man* (© HP_Photo/fotolia).
2. *Mesures*.
3. *Le serpent de poids* (© SYLVIE.PERUZZI/fotolia).
4. *Research* (© Enisu/fotolia).
5. *Chimie*.

Imprimé en France
ISBN : 978-2-7598-0593-8

Tous droits de traduction, d'adaptation et de reproduction par tous procédés, réservés pour tous pays. La loi du 11 mars 1957 n'autorisant, aux termes des alinéas 2 et 3 de l'article 41, d'une part, que les « copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé du copiste et non destinées à une utilisation collective », et d'autre part, que les analyses et les courtes citations dans un but d'exemple et d'illustration, « toute représentation intégrale, ou partielle, faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite » (alinéa 1^{er} de l'article 40). Cette représentation ou reproduction, par quelque procédé que ce soit, constituerait donc une contrefaçon sanctionnée par les articles 425 et suivants du code pénal.

© EDP Sciences 2012



Préface

La traçabilité métrologique et l'évaluation des incertitudes de mesure constituent les deux concepts de base de la métrologie.

Pour que les mesures soient porteuses de sens, il faut qu'elles soient à la fois traçables à des références, telles que des unités de mesure, des procédures de mesure ou bien encore à un matériau de référence ; il faut également en apprécier la fiabilité afin que ceux qui utilisent ces résultats puissent estimer la confiance qu'on peut leur accorder.

Les métrologues ont développé le concept d'incertitude de mesure, dont la définition est proposée dans le Vocabulaire International de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM). Cette définition, qui est peut-être difficile à comprendre « *paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées à un mesurande, à partir des informations utilisées* » montre que l'on va quantifier le doute que l'on a sur un résultat de mesure par un paramètre de dispersion. C'est la dispersion des valeurs que l'on peut attribuer à la grandeur que l'on veut mesurer.

Un consensus international a été obtenu avec la publication du Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure aussi connu sous son acronyme GUM. Ce document présente les concepts de base et une méthode que l'on pourrait qualifier de méthode de référence pour l'évaluation des incertitudes. Des méthodes

complémentaires, notamment pour évaluer la reproductibilité et la répétabilité sont également utilisées.

Dans cet ouvrage, Messieurs Abdérafi Charki, Patrick Gerasimo, Mohamed El Mouftari, Yvon Mori, et Christian Sauvageot présentent des exemples d'évaluation d'incertitude de mesure dans des domaines très divers qui vont des mesures de radionucléides émetteurs alpha, la vérification d'antennes en CEM, et d'hydrophones jusqu'à la microbiologie alimentaire.

Le mérite de cet ouvrage est de montrer que même dans des situations fort complexes on est maintenant en mesure d'évaluer les incertitudes. Pour chacun des exemples, des solutions pertinentes sont proposées et le lecteur pourra très certainement en extraire des idées pour les transposer et les appliquer à sa propre problématique.

Enfin, il faut saluer la parution d'un ouvrage francophone qui montre que la métrologie est une science vivante avec des échanges et des débats d'idées. Souhaitons à cet ouvrage un grand succès.

Marc Priel
Directeur honoraire de la métrologie
Laboratoire national de métrologie et d'essais

Biographie des auteurs

Abdérafi Charki est enseignant-chercheur à l'Institut des Sciences et Techniques de l'Ingénieur d'Angers (ISTIA) (école d'ingénieurs de l'Université d'Angers). Il y enseigne la métrologie et la qualité. Sa recherche au sein du LASQUO (Laboratoire de Sécurité de fonctionnement, Qualité et Organisation) est axée sur la fiabilité de systèmes complexes. Il intervient également en tant qu'expert et évaluateur dans les laboratoires d'essais, d'analyses et d'étalonnages. Il est président du CAFMET (Comité Africain de Métrologie, <http://www.ac-metrology.com>). Il est par ailleurs éditeur en chef du journal « International Journal of Metrology and Quality Engineering » (<http://www.metrology-journal.org>).

Patrick Gerasimo est directeur médical du Laboratoire d'Analyse Médicale d'Électricité de France. Il est évaluateur technique au Comité Français d'Accréditation (COFRAC) et membre de la Commission Technique d'Accréditation du COFRAC Electricité Rayonnement. Auteur de 53 publications et éditions scientifiques, il a participé à la mise en place des systèmes de management de la qualité et préparé à l'accréditation les différents laboratoires qu'il a dirigés comme le Laboratoire de Contrôle Radiotoxicologique du Service de Protection Radiologique des Armées. En juillet 2000, dans le cadre du Service de Santé des Armées, il a élaboré le Dossier Technique sur l'Uranium Appauvri remis au ministre de la Défense Alain Richard.

Mohamed El Mouftari est ingénieur radiochimiste au Laboratoire d'Analyses Médicales d'EDF.

Yvon Mori a été responsable d'un laboratoire d'essais et d'évaluation à Thales Underwater Systems à Sophia Antipolis. Il a enseigné au CNAM de Nice en électronique B3 pendant quinze ans et à l'IUT Génie Télécoms Réseaux de Nice Sophia Antipolis pendant huit ans. Il forme aujourd'hui les ingénieurs des grandes sociétés en mécanique des vibrations et des chocs, ainsi qu'en compatibilité électromagnétique. Il est auditeur expert auprès du Cofrac pour le programme 38 et président du Groupe Régional de la Cote d'Azur de la SEE.

Christian Sauvageot est responsable technique de l'unité Microbiologie du Laboratoire du Commissariat des Armées. Il a réalisé deux rapports remis au Ministère de la Défense concernant la métrologie des balances et la fertilité d'un milieu microbiologique.

Table des matières

Préface	iii
Biographie des auteurs	v
Chapitre 1 • Incertitude de mesure des radionucléides émetteurs alpha par spectrométrie	
1.1 Introduction	1
1.2 Pratique de la spectrométrie alpha	2
1.3 Inventaires des causes d'incertitudes – budget d'incertitudes : approche GUM	6
1.4 Répétabilité et reproductibilité, paramètres dérivés : approche ISO 5725	29
1.5 Discussion et conclusion	37
1.6 Documents de référence	38
Chapitre 2 • Vérification d'antennes en CEM	
2.1 Introduction	39
2.2 Besoin et problématique	39
2.3 Explications sur les facteurs d'antennes	40

2.4 Méthodes normées de mesure du facteur d'antenne	43
2.5 Vérification manuelle des antennes « biconiques »	48
2.6 Vérification manuelle des antennes « log-spirales »	52
2.7 Estimation des incertitudes	54
2.8 Exploitation des résultats de la procédure de vérification	58
2.9 Conclusions et bénéfices	60
2.10 Documents de référence	61
2.11 Annexes	62

Chapitre 3 • Vérification d'un capteur hydrophonique

3.1 Introduction	73
3.2 Position du problème	73
3.3 Configuration de mesure en cuve acoustique	74
3.4 Détermination des facteurs d'influences	75
3.5 Méthode utilisée ou principe de mesure par réciprocité	78
3.6 Détermination des composantes d'incertitudes associées	80
3.7 Conditions de validité	87
3.8 Confirmation statistique à partir de mesures réelles	88
3.9 Détermination de l'amplitude de tolérance acceptable	89
3.10 Détermination de l'étendue des mesures acceptables	89
3.11 Documents de référence	92

Chapitre 4 • Incertitude de mesure en microbiologie alimentaire

4.1 Introduction	93
4.2 Estimation de l'incertitude de mesure selon la méthode GUM	94
4.3 Mode de calcul général des incertitudes en laboratoire de microbiologie	108
4.4 Estimation de l'incertitude selon les documents XP ISO/TS 19036 et XP 19036/A1	118
4.5 Conclusion générale	131
4.6 Documents de référence	131
4.7 Annexes	133

Incertitude de mesure des radionucléides émetteurs alpha par spectrométrie

1.1 Introduction

La mesure des émetteurs alpha par spectrométrie alpha se situe au carrefour de deux sciences, la chimie et la physique nucléaire. La chimie est celle des radionucléides lourds qu'il faut purifier pour qu'ils puissent être détectés. Quant à la physique nucléaire, elle est appliquée à la détection des particules alpha, le phénomène fondamental étant l'interaction de la particule avec la « matière sensible » du détecteur. De l'une et l'autre de ces sciences, la spectrométrie alpha a hérité des méthodes de travail, mais aussi la façon d'établir les incertitudes. Le but de ce chapitre est de faire le point sur les incertitudes en spectrométrie alpha. Mais qu'est ce que l'incertitude ?

L'incertitude permet de fournir une indication quantitative sur la variabilité du produit ou du résultat. Cette information est essentielle pour que ceux qui utilisent ce résultat puissent en estimer sa fiabilité, c'est-à-dire la probabilité de représenter la valeur supposée vraie. L'incertitude s'exprime sous la forme d'une étendue de valeurs dans laquelle se situe la valeur vraie de la grandeur mesurée. Sans incertitude, les résultats de mesure ne peuvent plus être comparés entre eux, ou à des valeurs de référence.

Il est important de faire la distinction entre erreur et incertitude. L'incertitude se rapporte au concept de doute, elle caractérise la dispersion des valeurs et la forme

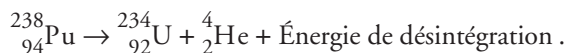
d'un intervalle qui est établi avec un niveau de confiance défini (en général 95 %). L'erreur, quant à elle, est définie comme la différence entre les valeurs obtenues et la valeur supposée vraie. Souvent les erreurs ne sont pas connues exactement et, de ce fait, elles ne peuvent pas servir à corriger le résultat final. Il en résulte que l'on a toujours intérêt à ce qu'elles restent négligeables. Il est donc utile d'utiliser des cartes de contrôles et d'étalonner régulièrement nos appareils de mesure.

Au travers de ce chapitre, on montre la possibilité d'évaluer l'incertitude en spectrométrie alpha selon deux approches :

- à partir des différentes composantes d'incertitude selon la démarche du GUM (Guide to the expression of Uncertainty in Measurement) décrite dans la norme NF ENV 13005 [1.1] ;
- et à partir des performances établies au laboratoire au moyen d'un matériau de référence selon la méthode indiquée dans la norme NF ISO 5725-3 [1.2].

1.2 Pratique de la spectrométrie alpha

Quand Ernest Rutherford découvrit les particules alpha et la distance que peut parcourir une particule alpha, les tests montrèrent qu'il s'agissait de noyaux d'hélium. Lors de la désintégration alpha d'un radionucléide, le numéro atomique décroît de deux unités, du fait qu'une charge +2 est transférée à la particule alpha, comme le montre l'exemple ci-dessous :



L'émission alpha est un mode de désintégration caractérisé par un spectre de raies monoénergétiques. Ces raies étant d'énergies constantes et distinctes, elles permettent l'identification des radionucléides émetteurs alpha. Elles apparaissent sous forme de pics sur l'enregistrement des signaux en spectrométrie alpha. La position du pic sur l'axe d'énergie est caractéristique du radionucléide émetteur alpha et permet son identification. L'aire sous le pic est proportionnelle à l'activité du radionucléide.

La charge positive d'une particule alpha nous permet de comprendre son comportement particulier, car à la différence d'un photon, elle a une portée limitée. Le terme *portée* correspond à la distance qu'elle peut parcourir dans l'échantillon avant de perdre toute son énergie.

La distance que peut parcourir une particule alpha est faible. Cette dernière est complètement absorbée par l'échantillon et ne peut pas être détectée. Dans ces conditions, il ne peut être question de faire une mesure directe. C'est la raison pour laquelle tous les échantillons doivent subir un traitement avant d'être mesurés en spectrométrie alpha. Ce traitement est long (environ une semaine) et nécessite un savoir-faire important. Il comporte cinq phases :

- une préparation ;
- une séparation chimique ;

- un dépôt sur support ;
- une évaluation du rendement chimique ;
- une maîtrise de la détection alpha.

1.2.1 Préparation de l'échantillon

La préparation est différente pour chaque type de prélèvements. Dans le cas des selles, elle comporte une calcination au four à 700 °C pour détruire les matières organiques, puis une mise en solution en milieu acide chlorhydrique et enfin une concentration des radionucléides émetteurs alpha par précipitation (par exemple de phosphate d'ammonium ou d'hydroxyde de fer). L'objectif est d'enlever le maximum d'impuretés et d'obtenir une solution acide contenant le radionucléide à mesurer.

1.2.2 Séparation chimique

La deuxième étape consiste en une séparation du radionucléide. Il est facile de comprendre qu'elle constitue une étape essentielle qui détermine la bonne qualité d'une mesure de spectrométrie alpha. Si nous reprenons l'exemple du plutonium 238, l'énergie avec laquelle est émise la particule alpha est de 5 499 keV, celle-ci est très proche de celle de l'américium 241 (5 486 keV). L'identification du radionucléide, ainsi que sa quantification, sont effectuées par la reconnaissance de son énergie d'émission. En spectrométrie alpha, le signal apparaît sous la forme d'un pic dont le maximum est représenté par l'énergie d'émission. La résolution d'un pic (c'est-à-dire sa largeur à mi-hauteur) est de l'ordre de 20 keV. À la base du pic, la largeur atteint le double et parfois plus en fonction de la qualité de la préparation. Dans le cas qui nous intéresse, le plutonium et l'américium ne sont séparés que par 13 keV alors que les meilleurs détecteurs ne peuvent pas distinguer des pics séparés de plus de 17 keV. Il faut les séparer chimiquement si l'on veut les mesurer. Les techniques de séparation impliquent des chromatographies par échange d'ions ou par extraction, avec bien souvent une combinaison des deux.

1.2.3 Dépôt sur support

Le dépôt sur support intervient à la fin du traitement. Il doit être le plus fin, le plus uniforme et le plus stable possible, afin de se laisser traverser par les particules alpha. Sinon il y a atténuation de l'énergie des particules alpha et les pics apparaissent élargis. À l'extrême, les pics s'enchevêtrent et ne peuvent pas être distingués. Il existe deux méthodes de dépôt, par électrodéposition et par précipitation. Bien que la première fournisse des dépôts d'excellente qualité, le processus opératoire est long (quelques heures). Cet inconvénient fait qu'il lui est souvent préféré la méthode par précipitation lorsqu'il s'agit de produire de nombreuses analyses.

1.2.4 Évaluation du rendement chimique

Ces différentes opérations n'ont pas un rendement de 100 %. Il varie habituellement entre 25 et 95 % en fonction de la charge minérale de l'échantillon. Il en résulte qu'une partie plus ou moins grande de radionucléide se trouve perdue. Pour déterminer le rendement, une quantité connue d'un traceur est ajoutée à l'échantillon lors de la mise en solution. Le traceur est un isotope du radionucléide recherché. Du fait qu'il a les mêmes propriétés, il se comporte chimiquement de la même manière. C'est ainsi que le pourcentage de traceur perdu est égal au pourcentage d'échantillon perdu.

1.2.5 Détecteur alpha

Les émissions alpha des radionucléides étant formées de particules alpha lentes et lourdes, ces dernières sont arrêtées facilement : l'air lui-même peut provoquer cet arrêt. C'est la raison pour laquelle les particules alpha sont comptées dans le vide. Ainsi, elles ont plus de chance d'atteindre la surface sensible du détecteur. Un type de détecteur très utilisé en spectrométrie alpha est représenté par des semi-conducteurs au silicium.

La juxtaposition d'un semi-conducteur P et d'un semi-conducteur N forme une jonction PN. Les « trous » qui sont majoritaires dans la région de type P vont diffuser vers la région N laissant derrière eux des atomes ionisés, qui constituent autant de charges négatives fixes. Il en est de même pour les électrons de la région N qui diffusent vers la région P laissant derrière eux des charges positives. Loin de la jonction, les régions sont neutres électriquement. Au niveau de la jonction, il existe une zone contenant des charges fixes positives et négatives bien séparées. Ces charges entraînent l'apparition d'un champ électrique qui s'oppose à la diffusion des porteurs afin d'assurer un équilibre. Cette région dans laquelle la neutralité n'est pas satisfaite est appelée *zone désertée* de charges libres. C'est elle qui constitue la partie sensible du détecteur (figure 1.1).

Une particule ionisante apporte de l'énergie aux électrons du milieu, accroissant momentanément la population des porteurs de charge mobiles responsables de la conduction. Un circuit extérieur relié à une résistance de charge impose un champ électrique qui assure la collection des charges et permet de mesurer l'impulsion électrique résultant du passage de la particule. Les signaux ainsi recueillis et amplifiés sont envoyés sur un ordinateur permettant de construire un spectre en amplitude.

Les détecteurs « silicium plans implantés passivés » (PIPS) sont parmi les plus modernes : ils sont fabriqués par le procédé planaire qui permet d'obtenir dans le même plan les régions de type P et de type N dans un cristal semi-conducteur, par diffusion d'atomes d'impuretés dans le cristal. Ces détecteurs sont caractérisés par une fenêtre d'entrée mince (d'où les excellentes résolutions) et par un courant de fuite faible (favorisant un bas bruit de fond).

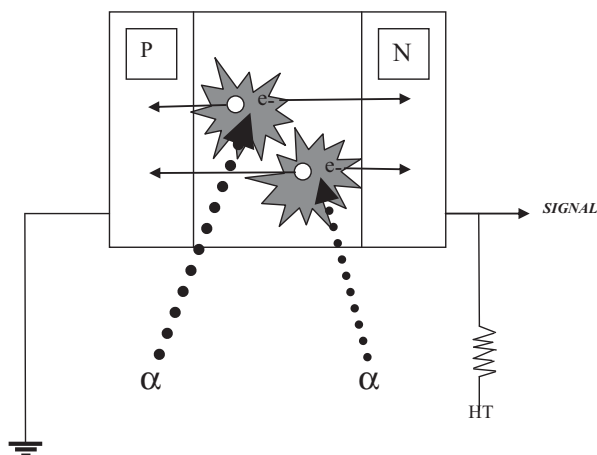


Figure 1.1 Impact de particules alpha dans la zone désertée d'un détecteur silicium avec apparition de paires électrons-trous.

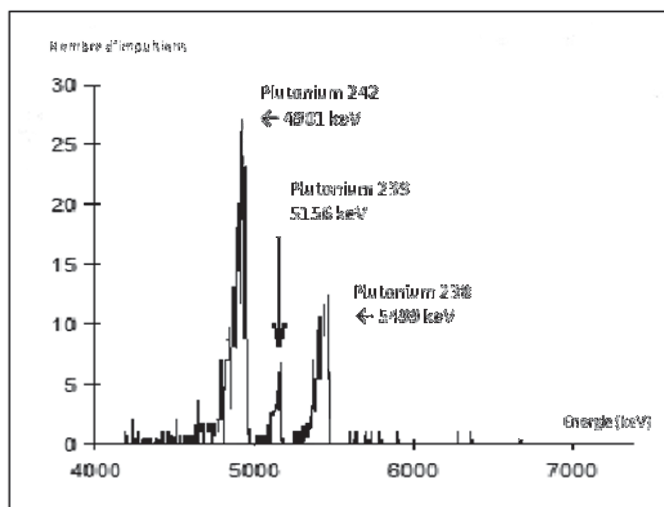


Figure. 1.2 Spectre alpha montrant le pic du traceur Pu 242, ainsi que ceux des plutoniums 238 et 239.

Les caractéristiques de la spectrométrie alpha sont les suivantes (figure 1.2) :

- le nombre de pics d'énergie n'est pas grand : en général trois ou quatre pour un radionucléide ;
- les pics seront d'autant plus larges que des impuretés sont présentes dans la préparation à mesurer ;

- les pics ne sont pas gaussiens du fait que :
 - chaque pic apparent est la combinaison de plusieurs pics dont les énergies sont trop proches pour être résolues,
 - chaque pic a une traîne occasionnée par la dégradation de l'énergie des particules alpha lors de la traversée de matière (macrocomposants),
 - des phénomènes particuliers peuvent contribuer à l'élargissement des pics (élargissement vers les hautes énergies par coïncidence d'un photon et d'une particule alpha au niveau du détecteur, cas de l'américium).

En résumé, la spécificité de la méthode de spectrométrie alpha est conditionnée notamment par :

- la séparation chimique des radionucléides recherchés ;
- et les caractéristiques des détecteurs.

La variabilité induite par la définition des pics lors de l'exploitation spectrométrique est étudiée dans le paragraphe suivant en se focalisant sur :

- le bruit de fond ;
- les phénomènes d'interférences ;
- et les erreurs humaines.

1.3 Inventaires des causes d'incertitudes – budget d'incertitudes : approche GUM

En spectrométrie alpha, les causes d'incertitudes sont nombreuses. Elles produisent une variabilité dans les résultats et sont présentées sur la figure 1.3.

La désintégration d'un noyau est un phénomène aléatoire et par conséquent, pour un même intervalle de temps, le comptage peut être différent. Néanmoins il vérifie la loi de probabilité associée à la mesure de radioactivité qui est une loi de Poisson, d'où le terme de statistique de comptage.

Ce terme est appliqué au bruit de fond qui résulte schématiquement de la désintégration des noyaux des radionucléides naturels que l'on trouve dans notre environnement. Il est appliqué également à l'échantillon et, dans ce cas, il résulte de la radioactivité propre à celui-ci. Comme le bruit de fond est soustrait du comptage de l'échantillon, sa variation va modifier le résultat final. C'est la raison pour laquelle on suit cette variation par carte de contrôle.

Le traceur possède un comportement chimique semblable aux radionucléides recherchés. Il est ajouté à l'échantillon pour connaître le rendement chimique de séparation. Sa statistique de comptage résulte de la désintégration de ses noyaux.

Chaque échantillon (féces) possède une composition chimique qui lui est propre d'où une variation du rendement chimique. Comme nous l'avons déjà vu, en spectrométrie alpha, le signal est constitué par des pics détectés par l'appareil de mesure avec une efficacité variable selon les appareils, les voies de mesures et le moment où se fait la mesure.

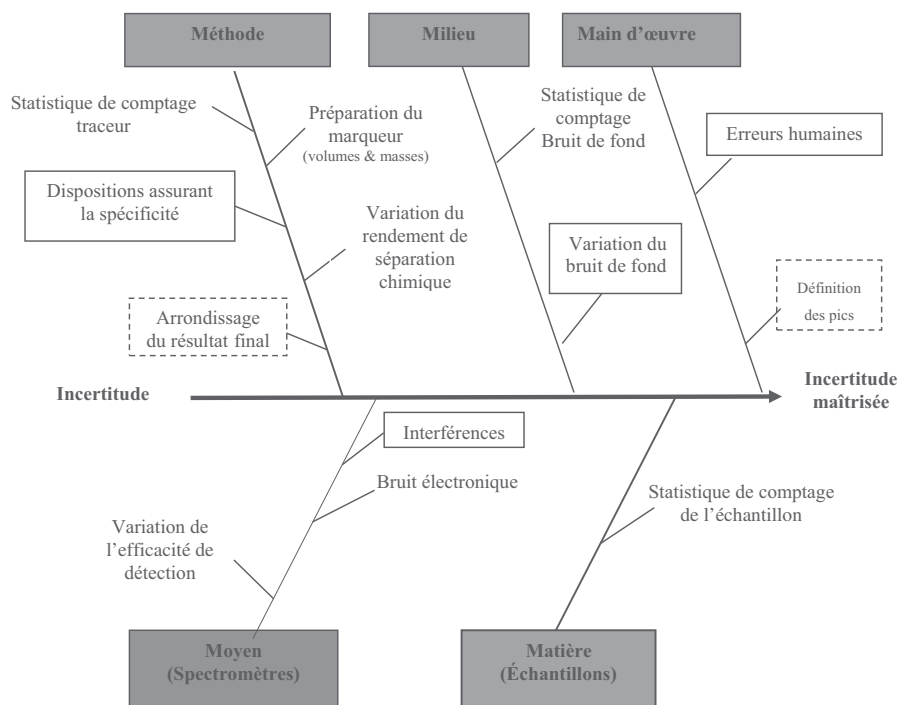


Figure 1.3 Principales causes de variabilité.

L'opérateur peut avoir une influence sur l'intégration du signal et par conséquent sur le résultat final. L'écart de mesure s'estime sur une différence d'analyse entre un novice et une personne confirmée (formation de six mois). Les tests d'habilitation ont montré qu'elle ne dépasse pas de 1,4 % et est donc négligeable.

L'arrondissement peut influencer également sur le résultat final en fonction des règles qui sont appliquées. Par exemple, s'il se fait au dixième près, la règle est la suivante. Si le premier chiffre significatif de l'incertitude est compris entre 5 et 9, le résultat est arrondi à la décimale supérieure. Si ce chiffre est inférieur à 5, alors il est arrondi à la décimale inférieure. L'arrondissement se faisant au dixième de mBq, pour une valeur de 1 mBq situé au niveau de la MDA (*minimum detectable activity*), l'incertitude ne dépasse pas 5 % : elle est donc négligeable.

Tous ces paramètres sont pris et intégrés dans notre budget d'incertitudes. Trois paramètres font l'objet d'un développement particulier, soit parce qu'ils sont associés aux performances de la méthode, comme c'est le cas du bruit de fond, soit qu'ils résultent de dispositions qui sont propres à chaque laboratoire, soit enfin parce qu'ils ne sont pas facilement quantifiables.

1.3.1 Variabilité induite par le bruit de fond

La variabilité du bruit de fond est un paramètre fondamental en matière de maîtrise d'incertitude et c'est pourquoi il est utile de l'étudier afin de mieux l'appréhender.

1.3.1.1 Mouvement propre et bruit de fond

Même en l'absence d'échantillon, un appareil de mesure fournit un signal. Les appareils de spectrométrie alpha ne font pas exception à la règle. On y distingue le mouvement propre et le bruit de fond : le mouvement propre est lié au bruit électronique de l'instrument de mesure lui-même, tandis que le bruit de fond est lié à la radioactivité naturelle du milieu. L'influence du mouvement propre et de la radioactivité du milieu est évaluée au moyen d'un blanc. Ce dernier contient tous les produits chimiques constitutifs de l'échantillon ou utilisés pour sa préparation, à l'exception du radionucléide recherché. Il s'agit souvent d'eau distillée ou d'un échantillon connu pour être non actif. Lors de la spectrométrie alpha, on attribue un nombre d'impulsions à ce blanc. Sauf dans les cas où il peut être démontré que le bruit de fond est négligeable, ce dernier est déduit du comptage brut de l'échantillon.

Lorsque le bruit de fond varie, au-delà de certaines limites, la fiabilité des mesures risque de se trouver entachée. C'est la raison pour laquelle il fait l'objet d'un suivi par carte de contrôle, de façon à s'assurer que la valeur utilisée est bien représentative. Cette valeur de référence est retranchée du comptage brut de l'échantillon. Si le bruit de fond utilisé est plus bas que le bruit de fond de référence, on risque de commettre une erreur par excès. S'il est trop élevé, le radionucléide risque de ne pas être détecté ou d'être minoré.

Les causes profondes de variabilité du bruit de fond sont résumées sur la figure 1.4. Les contaminations de réactifs, de verrerie, de détecteurs ou entre les échantillons entrent dans le cadre des erreurs humaines, elles sont envisagées dans le paragraphe consacré à cette question. Il en est de même pour la présence d'une source externe qui modifierait le bruit de fond habituel.

Pour limiter les variations du bruit de fond, dans chaque laboratoire des dispositions sont mises en place pour s'affranchir de ces anomalies :

- le bruit de fond de référence fait l'objet d'une validation au moyen d'un blanc préparé lors de chaque série d'échantillons ;
- un suivi des performances des détecteurs avec des analyses de tendance périodiques permet de déceler non seulement les défaillances de l'appareillage (électronique, détecteur, maintien du vide), mais également toute radioactivité anormale, en particulier par le radon ;
- une maintenance préventive périodique empêche la survenue de défaillances des détecteurs ou les pertes de vide dans les chambres de mesure ;
- les contaminations de la verrerie sont évitées par des procédures validées de décontamination de la vaisselle.

Par ailleurs, la température et l'humidité des locaux font l'objet d'une surveillance, car de brutales variations peuvent se traduire par des modifications de performances des spectromètres alpha. En effet, des variations brusques de température produisent un décalage en énergie et une augmentation de la résolution des détecteurs. Un décalage en énergie ne pose pas de difficulté d'interprétation de spectre, car l'énergie du traceur interne permet de rétablir le bon calage. Il n'en est pas de même pour la résolution car, au-delà de 50 keV, les pics se confondent et leur identification devient difficile.

1.3.1.2 *Estimation des fluctuations du bruit de fond*

Ces fluctuations peuvent être estimées selon deux critères :

- le seuil de décision (*SD*) correspond au risque d'affirmer la présence du radionucléide recherché, alors qu'il n'est pas présent. Ce seuil représente les fluctuations maximales du bruit de fond au-delà desquelles l'activité mesurée est considérée comme vraie (à une probabilité donnée, en général 5 %) ;
- la limite de détection (*LD*) correspond au risque de ne pas détecter d'activité, alors que celle-ci est réellement présente. Elle correspond aux fluctuations maximales que pourrait avoir un échantillon d'activité nulle.

Ces limites ne doivent pas être trop élevées, de façon à ce que la surveillance des travailleurs de l'industrie nucléaire s'opère dans de bonnes conditions. La Commission internationale de protection radiologique [1.3, 1.4] a édicté des recommandations suivantes :

- 1 mBq dans le cas du plutonium et de l'américium dans les fèces ;
- 10 mBq dans le cas de l'uranium dans les fèces.

La détermination de ces limites peut se faire par deux modes de calcul :

- mode de calcul du GTN5 [1.5, 1.6] ;
- mode de calcul se référant à la norme NF ISO 11929 [1.7].

1.3.1.2.1 *Seuil de décision et limite de détection selon les formules du GTN5*

Les formules sont celles du Groupe de Travail et de Normalisation n° 5 (GTN 5) du Commissariat à l'Énergie Atomique [1.5, 1.6]. Elles ont été publiées dans le cadre de la CETAMA (Commission d'ETAbblissement des Méthodes d'Analyse) qui a pour mission de mener des actions visant à l'amélioration de la qualité des résultats des mesures et analyses [1.8]. Elles ont été corrigées de façon à ne pas avoir une limite de détection égale à zéro si le blanc est égal à zéro. Pour tous les calculs, nous avons utilisé le nombre *B* qui correspond au nombre d'impulsions trouvées au niveau du blanc dans la région d'intérêt du radionucléide recherché. La définition de ces zones d'intérêt est indiquée dans le tableau 1.1.

Les seuils de décision et les limites de détection obtenues à partir de blanc sont dits *a priori* car les impulsions n'ont en principe pas comme origine celles de l'installation où se fait la mesure : il s'agit là d'un indicateur des performances de cette dernière (figure 1.4). Elles s'opposent aux seuils de décision et limites de détection

obtenues *a posteriori* par la mesure d'un échantillon actif qui possède en principe un bruit de fond différent d'un échantillon à l'autre.

Tableau 1.1 *Seuil de décision et limite de détection a priori du GTN5.*

Radionucléide	Nombre d'impulsions dans la région d'intérêt* +25 keV –200 keV Comptage = 2 880 min	Seuil de décision (impulsions)	Limite de détection (impulsions)	Limite de détection (mBq)
²⁴² Pu	1,79	6,28	12,56	0,34
²³⁹ Pu	1,86	6,35	12,69	0,34
²³⁸ Pu	3,79	7,86	15,72	0,42
²³⁸ U	7,71	10,10	20,21	0,71
²³⁵ U	2,36	6,78	13,57	0,48
²³⁴ U	6,93	9,71	19,42	0,68
²³² U	2,29	6,72	13,45	0,47
²⁴³ Am	2,29	6,72	13,45	0,43
²⁴¹ Am	4,07	8,05	16,09	0,51
²⁴⁴ Cm	4,79	8,51	17,01	0,54
²⁴² Cm	1,07	5,54	11,09	0,35

* En principe les zones d'intérêt s'étendent de + 25 keV à – 200 keV en prenant comme origine l'énergie de l'émission principale du radionucléide.

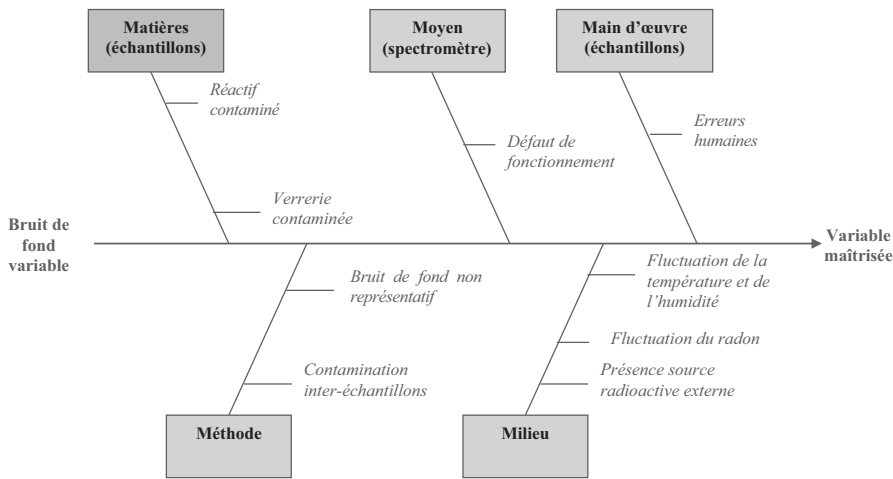


Figure 1.4 *Causes profondes de variabilité du bruit de fond d'un spectromètre alpha.*

Calcul du seuil de décision SD (formules issues du CIRP-CTHIR-GTN 5 n° 40 [1.6] :

$$SD_{[impulsions]} = k \cdot (1 + \sqrt{(2B + 1)}),$$

avec k (facteur d'élargissement) = 1,96 (arrondi à 2).

Limite de détection *a priori* :

$$LD_{[impulsion]} = 2 \cdot SD_{[impulsions]}.$$

Les seuils de décision et les limites de détection sont donnés en impulsions.

Dans l'expression du résultat final, la limite de détection est toujours calculée en becquerel (Bq) :

$$LD_{[Bq]} = LD_{[impulsions]} / ((Tps \cdot Rdt) \cdot Rdtx);$$

où :

- Tps = temps actif = 172 800 secondes (dans les conditions opératoires du laboratoire) ;
- Rdt = rendement physique qui équivaut à 0,25 ;
- $Rdtx$ = rendement chimique suivant le radionucléide [86 % pour le plutonium (Pu), 66 % pour l'uranium (U), 73 % pour l'américium (Am)].

Ces pourcentages représentent les rendements chimiques moyens annuels (de 2009) pour les trois radionucléides étudiés.

Les limites de détection trouvées sont satisfaisantes dans la mesure où ces valeurs sont inférieures à celles fixées par la Commission Internationale de Protection Radiologique [1.3, 1.4].

Dans le cas de l'uranium 235, la zone d'intérêt s'étend de + 25 keV à – 170 keV pour qu'il n'y ait pas de recouvrement avec la zone de l'uranium 238 ;

Dans le cas de l'américium 241, elle s'étend de + 25 keV à – 180 keV pour qu'il n'y ait pas de recouvrement avec la zone de l'américium 243.

1.3.1.2.2 *Seuil de décision et limites de détection selon les formules de la norme ISO 11929*

La norme NF ISO 11929 [1.7] applique les méthodes statistiques « bayésiennes » pour définir les limites caractéristiques que sont le seuil de décision et la limite de détection. Pour distinguer les différentes limites de détection, nous désignons sous le terme de limite de détection (LD), celles qui sont calculées par les formules du GTN 5 et sous le terme d'activité minimale détectable (MDA), celles qui sont calculées à partir des formules de la norme NF ISO 11929 [1.7].

Le logiciel Visu alpha[®] de la société A & M (Automatisme et Mesure, Parc des activités de Vaubesnard, 91410 Dourdan), dont les formules sont basées sur la norme NF ISO 11929 [1.7], a été utilisé. Les valeurs obtenues sont rapportées dans le tableau 1.2. On constate que les MDA en mBq satisfont aux recommandations de la CIPR 78 [1.3]. (1 mBq pour le plutonium et l'américium, 10 mBq pour l'uranium).

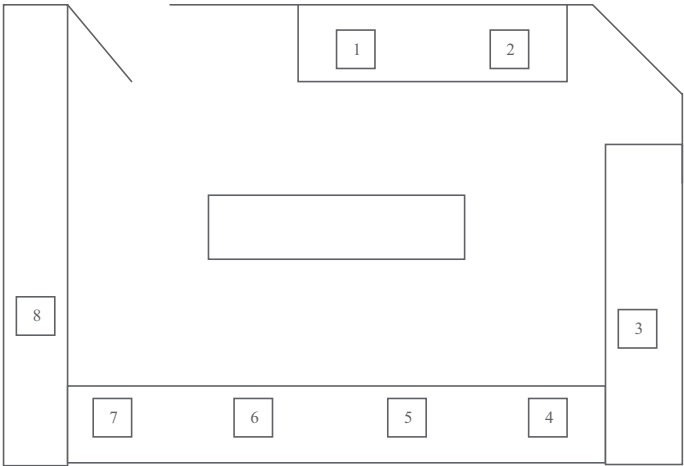
4.7 Annexes

Annexe 1 Tableau de planification des essais.

Technicien	A	B	C	D	E	F	G	H
Échantillons	D, H, L	B, F, J	O*, C, G, K	A, E, I	B, F, J	A, E, I	O*, D, H, L	C, G, K
Condition	PM	PM	PM	AM	AM	PM	AM	AM
Diluteur	440	370	370	370	151	151	151	440
Broyeur	399	473	473	473	441	441	441	399
Lot diluant	21	21	21	22	22	21	22	22
Poste	8	4	6	1	3	2	7	5
Pipetteur	418	416	509	367	417	489	490	415
Vortex	302	374	302	351	172	308	373	352
Lot tube EPT	11	11	11	10	10	11	10	10
Pipette	Q44	Q44	Q44	Q42	Q42	Q44	Q42	Q42
Lot Pétrifilm	2011/08	2011/08	2011/08	2011/07	2011/07	2011/08	2011/07	2011/07
Lot TSC	2	2	2	1	1	2	1	1
Lot complément	5	5	5	4	4	5	4	4
Étuve	<i>E. coli</i> (M461 et M342) <i>C. perfringens</i> (M322 et M448)							

O* : Échantillon sur lesquels est déterminée la flore aérobique mésophile totale (FAMT).
Incubation à 30 °C ± 1 °C pendant 72 h ± 3 h.

Plan des postes de la salle d'ensemencement



Annexe 2 Exemple de tableau de synthèse (journée d'analyse / matrice / micro-organisme)

Nature du produit :

Échantillons		A		B		C		D		E		F		G		H		I		J		K		L	
Suspension-mère		A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
Date :		/....../.....																							
Opérateur		A	B	C	D	E	F	G	H	A	B	C	D	E	F	G	H	A	B	C	D	E	F	G	H
Lecture																									
Clostridium perfringens	10 ⁻²	80	40	79	44	69	70	35	52	58	50	81	48	70	75	29	57	83	47	79	29	72	62	45	42
	10 ⁻³	10	1	9	7	8	7	3	8	5	4	12	8	8	5	4	4	5	6	17	4	10	3	9	3
Résultat																									
ΣC		90	41	88	51	77	77	38	60	63	54	93	56	78	80	33	61	88	53	96	33	82	65	54	45
		1486																							
N (ufc/g)	X _{ij}	8182	3727	8000	4636	7000	7000	3455	5455	5727	4909	8455	5091	7091	7273	3000	5545	8000	4818	8727	3000	7455	5909	4909	4091
Log ₁₀ (ufc/g)	Y _{ij}	3,9	3,6	3,9	3,7	3,8	3,8	3,5	3,7	3,8	3,7	3,9	3,7	3,9	3,9	3,5	3,7	3,9	3,7	3,9	3,5	3,9	3,8	3,7	3,6
(y _a -y _b)		0,06		0,03		0,00		0,02		0,00		0,02		0,00		0,04		0,02		0,11		0,01		0,00	
Variance		0,0034		0,0008		0,0000		0,0004		0,0000		0,0006		0,0000		0,0013		0,0006		0,0116		0,0000		0,0000	
Écart type	S _R													0,16											
Variance														0,026											
Incertitude élargie														0,32											
Valeur limite														2 652,75											
Moyenne N														5 894											
Limites	Inf													-52											
relatives	sup													110											

Matin				Après-midi		
Moyenne	Écart type	Variance		Moyenne	Écart type	Variance
3,8	0,16	0,02		3,7	0,11	0,01