

A. MASSET, C. COLIN, C. GAUTIER, G. LAMBROT, M. GIULIANI, E. LAPORTE, J. BUBENDORFF, E. DESTREL, R. BRENNETOT, T. GRANGEON, K. COLAS
(1) Université Paris-Saclay, Service d'Études Analytiques et de Réactivité des Surfaces, 91191, Gif-sur-Yvette, France
✉ adeline.masset@cea.fr

Introduction

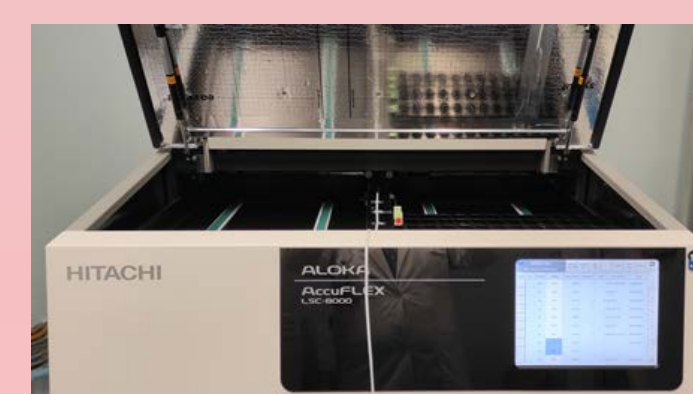
Le Laboratoire d'Analyses en Soutien aux Exploitants (LASE) au CEA Saclay est chargé de la caractérisation d'effluents et déchets nucléaires des producteurs de déchets du CEA de Saclay, notamment des analyses chimiques et radiologiques. Dans ce cadre, les paramètres chimiques et radiologiques sont analysés avec divers appareils analytiques du laboratoire sur des matrices variées composant les déchets nucléaires telles que des effluents, terres, résines, métaux, huiles et bétons.



Qualifications du personnel et des appareils

Du fait de la diversité des échantillons et des différents paramètres à analyser, les circuits d'intercomparisons permettent de :

- valider nos méthodes,
- qualifier nos appareils,
- habilitier le personnel,
- déterminer l'exactitude des mesures en intégrant les différentes étapes du processus analytique, de la préparation des échantillons (broyage, dilution, lixiviation, minéralisation, séparation/purification...), jusqu'à l'analyse.



Scintillation
liquide



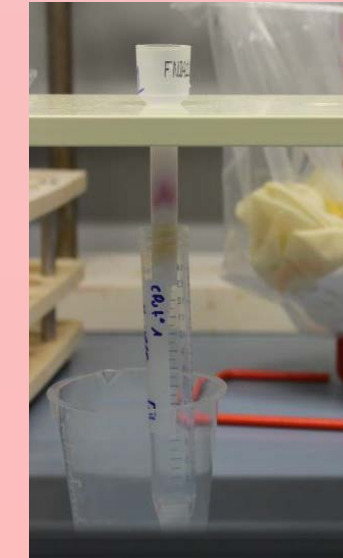
Spectrométrie
gamma



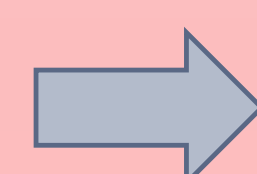
Four micro-ondes



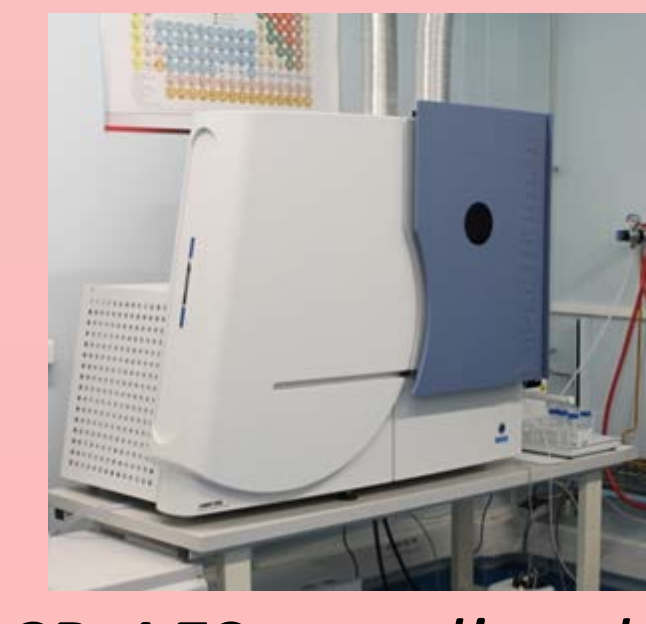
Broyage de béton



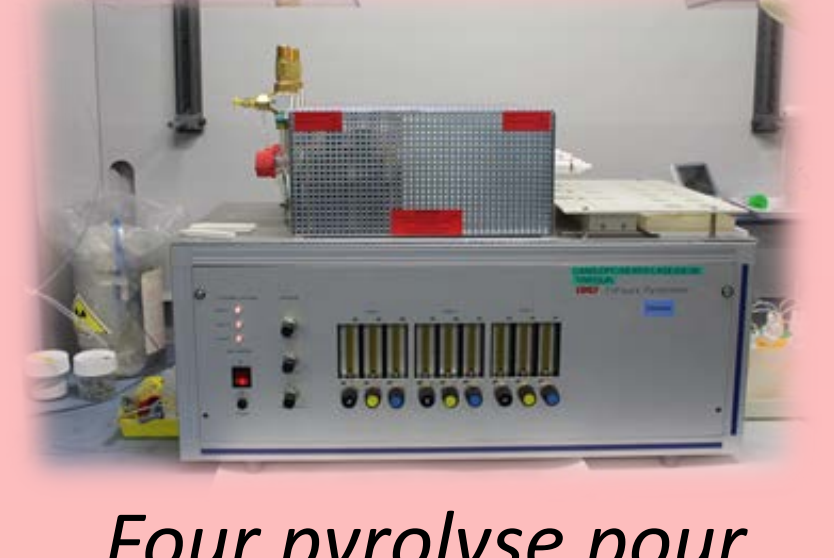
Séparation sur résine



Chaine chromatographique pour
l'analyse des anions et cations



ICP-AES pour l'analyse
des toxiques



Four pyrolyse pour
l'analyse de ³H et ¹⁴C

Préparation des échantillons

Analyses

Suivi des performances

Les organisateurs d'intercomparisons remettent des rapports permettant de situer les performances du LASE par rapport aux valeurs de référence ou de consensus et à celles des autres laboratoires participants. Les résultats du LASE sont analysés en termes de z-scores et d'écart relatif par rapport aux valeurs de référence ou de consensus de manière à vérifier la justesse des méthodes et les incertitudes associées.

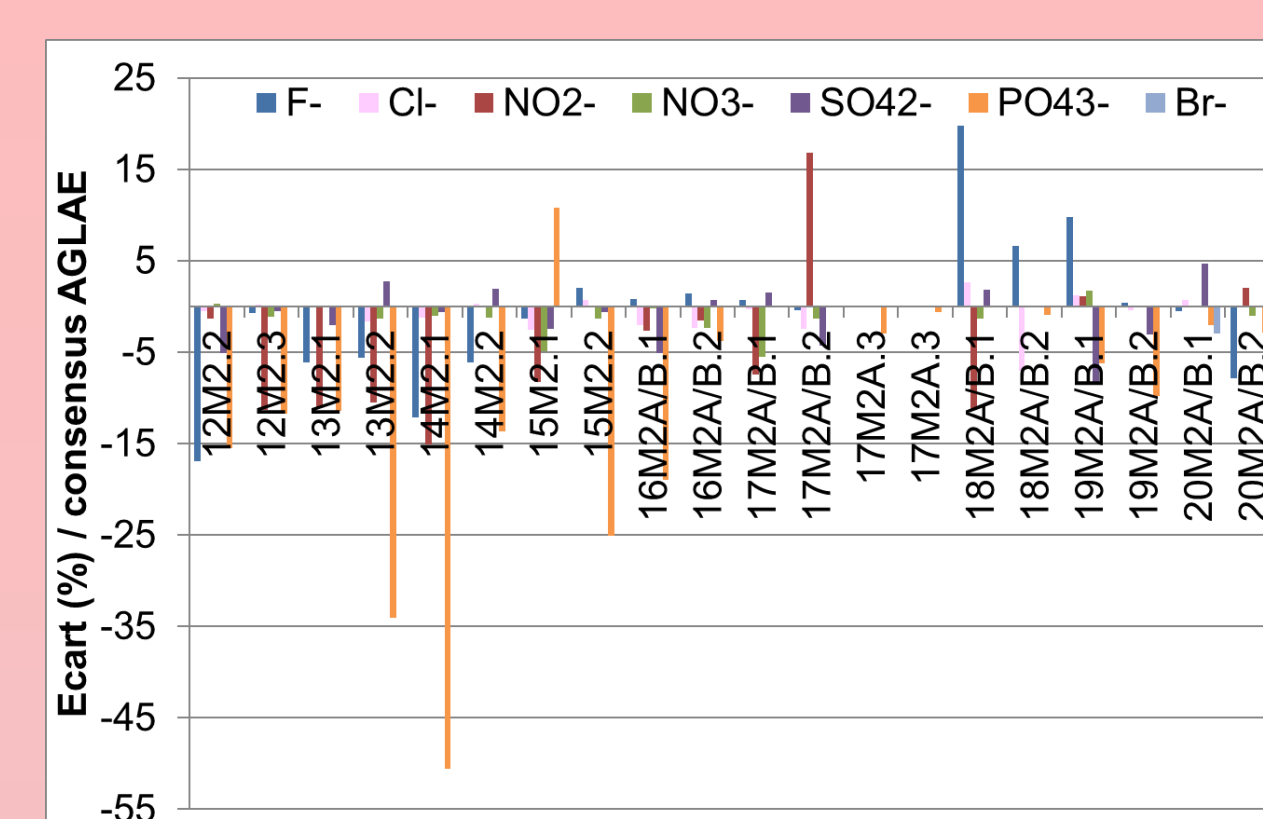
Le z-score est défini comme suit :

$$z = \frac{(X-x)}{S_z}$$

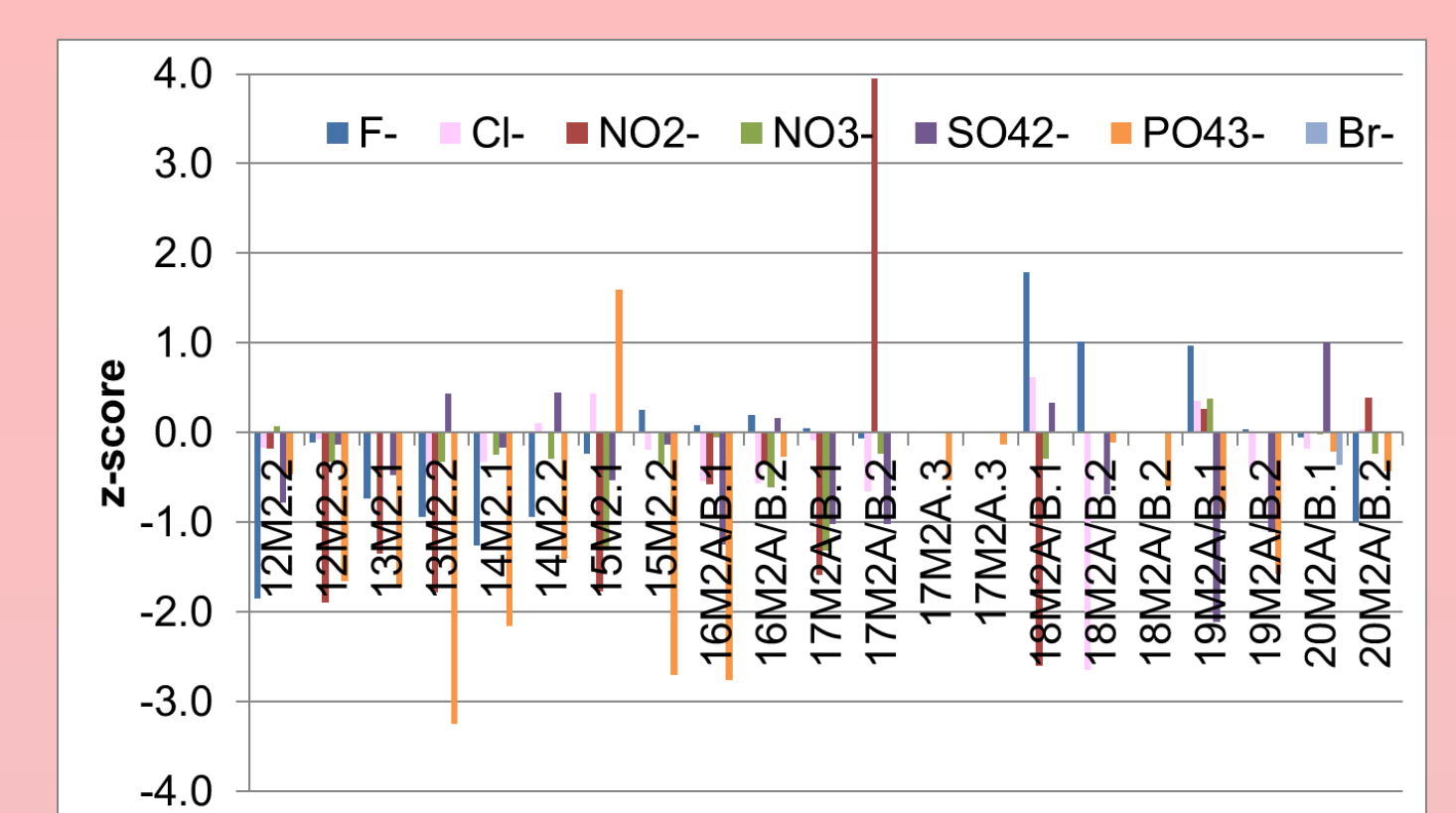
X = valeur du LASE

x = valeur de consensus ou de référence

Sz = écart-type de dispersion des résultats moyens des laboratoires



Suivi des écarts relatifs par
rapport à la valeur de référence



Suivi des z-scores

Diversité des organismes d'intercomparisons : chimiques et radiologiques

Depuis plus de 10 ans, le LASE participe régulièrement à des circuits d'intercomparisons organisés par des organismes agréés pour différentes matrices dont l'ensemble balaie la majeure partie des techniques analytiques du laboratoire (environ 20 par an). Il est nécessaire d'avoir des circuits d'intercomparaison représentatifs des déchets nucléaires.

Ces circuits sont principalement réalisés par :

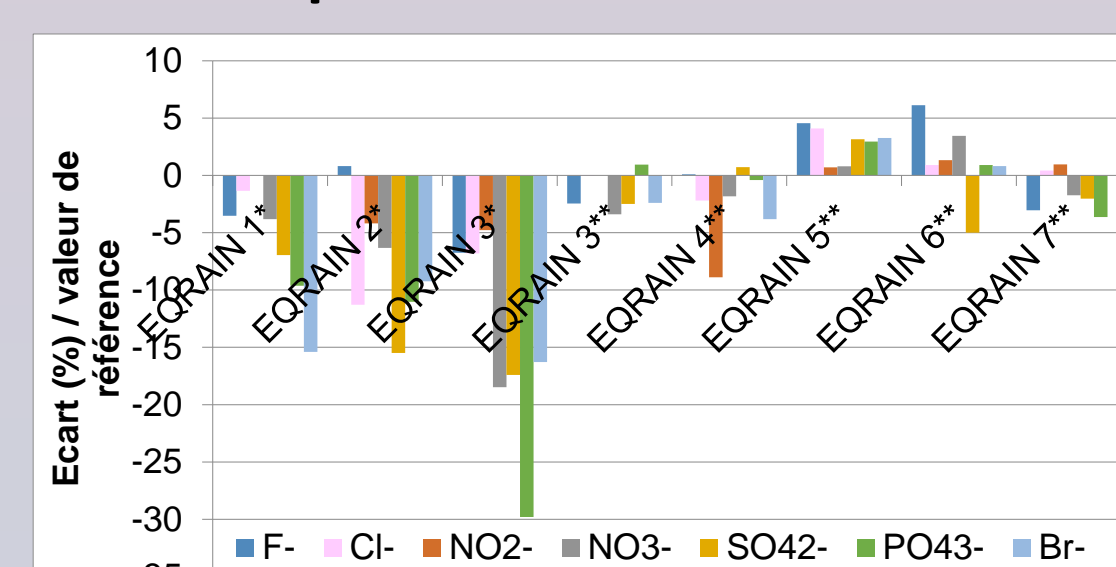
- des organismes français (AGLAE, BIPEA, LNHB, CETAMA),
- mais également internationaux (NPL, LGC),
- ou encore lors de projets européens (INSIDER, NKS).



Conclusion

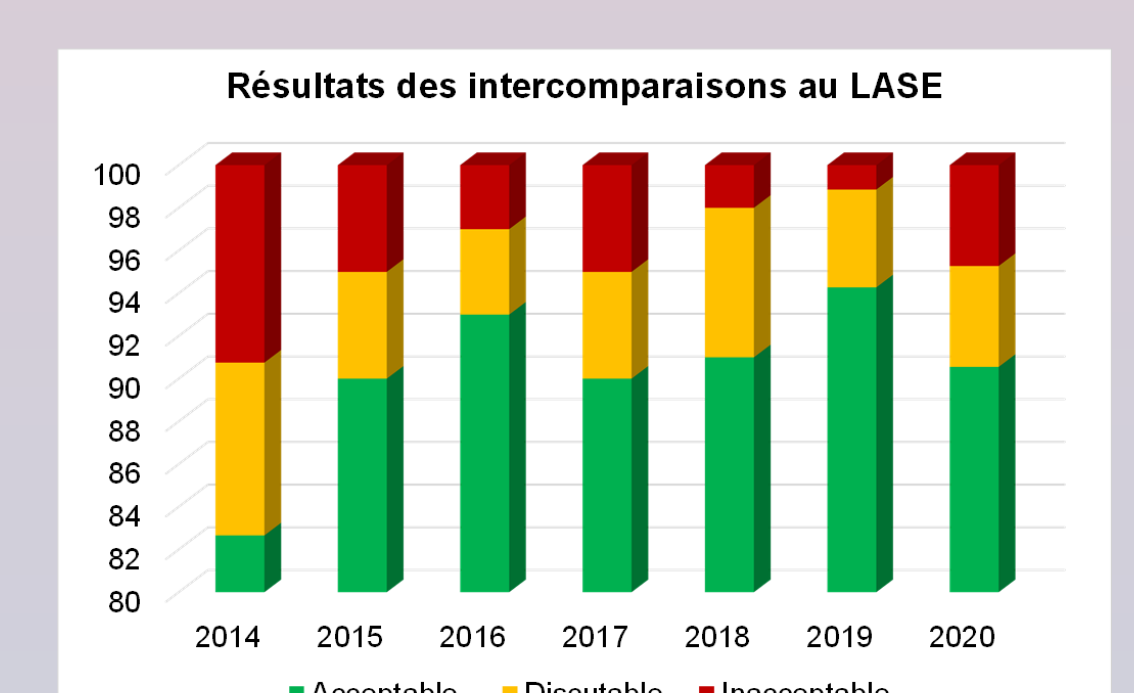
Le retour d'expériences important des circuits d'intercomparisons auxquels le laboratoire participe, nous permet d'améliorer nos méthodes analytiques mais également de prendre des mesures spécifiques en cas d'éventuels problèmes détectés :

- Ouverture de fiches d'écart,
- Analyse d'impact sur les résultats précédemment rendus,
- Rappel et ré-émission de rapports si besoin,
- Réanalyse de l'échantillon,
- Recherche de solutions.



Suivi des écarts relatifs par rapport à la valeur
de référence pour les circuits EQRAIN

*Résultats obtenus avec fonction
d'étalonnage linéaire
**Résultats obtenus avec fonction
d'étalonnage quadratique



Suivi des résultats
des intercomparisons
selon le z-score