PLAN STATISTIQUE 2026

1. OBJECTIFS DU PROGRAMME D'ESSAI D'APTITUDE

Les principaux objectifs du programme d'essai d'aptitude sont décrits dans le plan de campagne.
Les objectifs décrits dans le plan statistique sont les objectifs statistiques. Ils permettent d'évaluer les performances suivantes :

- Performances évaluées par comparaison aux critères décrits dans la norme ISO 28218, dans la norme NF ISO 12790 et dans le document ANSI N13-30 2011. Ces performances ainsi évaluées concernent plus particulièrement les laboratoires de radiotoxicologie.
- Performances évaluées par comparaison à d'autres participants
- Performances évaluées par comparaison à l'incertitude de mesure de la valeur assignée de l'échantillon.

2. PERIODICITE DE L'ESSAI D'APTITUDE

Le programme est réalisé lors d'une seule campagne annuelle de différentes comparaisons interlaboratoires.

3. PARAMETRES DU PLAN STATISTIQUE

Type de données : données quantitatives et données qualitatives possibles.

Nombre minimal de participants : 3

Nombre de participants visés : en fonction de la matrice et des radionucléides mesurés, le nombre de participants visés varie de 6 à 60.

Nombre d'entités à mesurer : selon la matrice et le radionucléide, le nombre d'entités à mesurer varie de 1 à 5. Il n'est pas demandé de répétitions de mesure : chaque laboratoire participant fournit un seul résultat par radionucléide pour un échantillon donné.

4. METHODE UTILISEE PAR LES PARTICIPANTS

Aucune méthode n'est imposée. Les laboratoires doivent utiliser leurs méthodes de routine, comme indiqué dans le plan de campagne.

Les laboratoires peuvent utiliser une méthode en cours de développement.

5. HYPOTHESES STATISTIQUES UTILISEES

Les hypothèses statistiques sont fondées sur :

- L'ensemble des données suit une loi normale

- Suppression de l'influence des données aberrantes par un test de Grubbs quand le nombre de données est ≤ 12 ou lorsque la donnée a un z-score > 5 quand le nombre de données est > 12. La suppression des données aberrantes permet de vérifier la première hypothèse.

6. METHODES STATISTIQUES PREVUES

Statistiques descriptives : effectif, valeur minimale, valeur maximale, médiane, écart absolu médian pondéré, moyenne arithmétique et écart type arithmétique. L'écart absolu médian pondéré, moyenne arithmétique et écart type arithmétique seront utilisés dans le cas d'un nombre de données ≤ 12.

Modèles statistiques complexes : recherche de valeurs aberrantes par le test de Grubbs dans le cas d'un nombre de données ≤ 12, algorithme A de la norme NF ISO 13528 pour la moyenne robuste et l'écart type robuste.

Graphiques :

- Diagrammes de biais (diagramme en ordre croissant de résultats avec incertitudes, diagramme en barre en ordre croissant de biais relatifs)
- Diagrammes en barre de z'-scores en ordre croissant
- Diagrammes en barre de zéta-scores en ordre croissant
- Diagrammes combinant le z'-score (abscisse) et le zéta-score (ordonnée)

7. DETERMINATION DES VALEURS ASSIGNEES

PROCORAD détermine les valeurs assignées par 3 méthodes :

- La valeur assignée est calculée à partir des masses des propriétés utilisées dans le cas d'échantillons préparés par formulation
- La valeur assignée est la moyenne robuste calculée selon l'algorithme A de la norme NF ISO 13528.
- La valeur assignée est la moyenne arithmétique

Les différentes situations de détermination de la valeur assignées seront décrites ci-après : radionucléides naturels ou artificiels, nombre de données ≤ 12, valeur assignée obtenue par formulation non validée selon le chapitre 7.8.1 de la norme NF ISO 13528.

La traçabilité métrologique est assurée pour les radionucléides artificiels. Il n'y a pas de traçabilité métrologique pour les radionucléides naturels et pour certains radionucléides artificiels dans les comparaisons interlaboratoires suivantes :

- Actinides dans les cendres de selles (Th-228, Th-230, Th-232, U-234, U-235 et U-238) ,
- Émetteurs gamma/X pour le potassium 40,
- Actinides DTPA dans les urines (Pu-238, Pu-239, Am-241 et Cm-244),
- Tritium dans les urines pour l'échantillon issu d'un salarié exposé,
- Uranium masse dans les urines lorsque la concentration naturelle ne peut pas être négligeable en comparaison de la surcharge
- Tritium organiquement lié dans le blé ou matrice naturelle

PROCORAD n'a pas de critère pour les incertitudes cibles. Les incertitudes des étalons ayant une traçabilité métrologique sont habituellement inférieures à 5%.

8. TRAITEMENT DES DONNEES

Les résultats sont exprimés en écriture scientifique avec 3 chiffres significatifs sous le format X,XX E±YY.

Les résultats des participants ne sont pas traités par groupe de pairs. Les différentes méthodes peuvent être visualisées sur les graphes de biais fournis aux participants.

Les participants doivent fournir les incertitudes sur leurs résultats (à k=2) et elles sont prises en compte pour être évaluées.

La gestion des valeurs aberrantes diffère suivant le nombre de données.

- Si le nombre de données est ≤12, un test de Grubbs est réalisé une fois
- Si le nombre de données est > 12, la moyenne robuste et l'écart type robuste sont calculés selon l'algorithme A de la norme NF ISO 13528 afin de calculer les z-score de chaque résultat des participants. Un z-score > 5 obtenu sur un résultat est considéré comme un résultat aberrant.

Les résultats aberrants sont exclus des calculs.

Il n'y a pas de procédure d'évaluation des valeurs exclues de l'analyse : le participant est averti que son résultat est aberrant.

L'écart type d'aptitude est déterminé à chaque campagne pour les comparaisons interlaboratoires ayant un nombre de résultats > 12.

L'écart type d'aptitude σ_{PT} est l'écart type robuste s* calculé selon l'algorithme A de la norme NF ISO 13528.

Dans le cas de comparaisons interlaboratoires ayant un nombre de résultats < 12, il n'y a pas de détermination d'écart type d'aptitude ; dans ce cas, seul le biais et le zéta-score sont les critères d'évaluation d'aptitude.

9. EXPLOITATION STATISTIQUE DES RESULTATS

L'exploitation des résultats et les évaluations de la performance sont effectuées en se référant à la norme NF ISO 13528 « Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons inter laboratoires »

9.1 Statistiques descriptives

Le nombre de laboratoires participants : p
La valeur minimale (min) : correspond au plus petit résultat de la série
La valeur maximale (max) : correspond au résultat le plus élevé de la série
La médiane (med):

p éléments ($x_1, x_2, ..., x_p$): $\mathrm{med}(x) = x_{\{(p+1)/2\}}$ si p impair

$$\mathrm{med}(x) = \frac{x_{\{p/2\}}+x_{\{1+p/2\}}}{2} \quad \text{si p pair}$$

L'écart absolu médian pondéré (MAD_e) :

$$\mathrm{MAD_e}(x) = 1{,}483 \times \mathrm{med}(|x_i - \mathrm{med}(x)|)$$

La moyenne arithmétique $\bar{x}$:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^{p} x_i}{p}$$

L'écart type arithmétique s :

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{X})^2}{p-1}}$$

9.2 Statistiques permettant d'évaluer la performance

9.2.1 Gestion des valeurs aberrantes

- Si le nombre de données est ≤ 12, un test de Grubbs est réalisé une fois.

Calcul de G_{min} et G_{max} et comparaison au G_{tab}

$$G_{min} = \frac{|x_{min} - \bar{x}|}{s} \text{ et } G_{max} = \frac{|x_{max} - \bar{x}|}{s}$$

Valeurs critiques G_{tab} test de Grubbs risque α 5%									
3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1,155	1,481	1,715	1,887	2,020	2,196	2,215	2,290	2,355	2,412

Si G_{min} et/ou $G_{max} > G_{tab}$, alors la valeur x_{min} et/ou x_{max} est (sont) exclue(s).

Les paramètres de statistiques descriptives sont calculés de nouveau : ce sont des paramètres descriptifs tronqués.

- Si le nombre de données est > 12, la moyenne robuste X* et l'écart type robuste s* sont calculés selon l'algorithme A de la norme NF ISO 13528 afin de calculer les z-scores de chaque résultat des participants. Un z-score > 5 obtenu sur un résultat, est considéré comme un résultat aberrant et sera exclu.

1) Phase initiale

Les valeurs initiales de X* et de s* sont calculées par :

X*= médiane de x_i (i=1,2 ,3, …, p) x_i : résultat laboratoire participant

s*= $MAD_e(x)$

2) Phase itérative

Les nouvelles valeurs de X* et de s* sont mis à jour :

Calcul de $\delta = 1.5\ s^*$

Pour chaque valeur de x_i calcul de x_i^*

$x_i^* = X^* - \delta$ si $x_i < X^* - \delta$

$x_i^* = X^* + \delta$ si $xi > X^* + \delta$

$x_i^* = x_i$ sinon

$$X^* = \frac{\sum x_i}{p} \text{ et } s^* = 1.134 \times \sqrt{\frac{(x_i - X^*)^2}{p-1}}$$

Les estimations de X* et s* sont déduites par un calcul par itération en mettant à jour les données jusqu'à ce que le processus converge : en général 5 ou 6 itérations.

Lorsque X* et s* sont définies, le z-score est calculé pour chaque résultat des participants.

$$z - score = \frac{x_i - X^*}{s^*}$$

Tous les z-scores > 5 sont exclus.
Une nouvelle moyenne robuste et un nouvel écart type robuste sont calculés sans les valeurs exclues. Ce sont la moyenne robuste tronquée et l'écart type robuste tronqué.

9.2.2 Choix de la valeur assignée

Elle correspond

- À la valeur certifiée $X_{réf}$ calculée lors de la réalisation de l'échantillon dans le cas d'un étalon radioactif ou d'une dilution d'étalon radioactif utilisé comme surcharge. La valeur est connue avant la comparaison. On parle de valeur assignée de référence.
- Ou à la moyenne robuste X* calculée à partir des résultats des participants par exemple dans le cas des radioéléments naturels. On parle de valeur assignée consensuelle
- Ou à la moyenne arithmétique $\overline{X}$ dans le cas d'un nombre de résultats ≤ 12.

La valeur certifiée X_{ref} est validée par comparaison à la moyenne robuste X* si l'équation suivante est respectée.

$$|x_{ref} - X^*| \leq 2 \times \sqrt{u_{(ref)}^2 + \left(1{,}25 \times \frac{s^*}{\sqrt{p}}\right)^2}$$

Si cette inégalité n'est pas respectée, l'expert choisit comme valeur assignée la moyenne robuste.
L'expert peut aussi, quand l'inégalité n'est pas respectée, de choisir comme valeur assignée la valeur certifiée. Dans ce cas, l'expert devra mener des investigations pour valider ce choix.

9.2.3 Estimation de l'Incertitude de la valeur assignée

Le facteur d'élargissement est k=2 pour l'incertitude élargie.

- Si la valeur assignée est une valeur de référence : $U_{(Xref)}$. L'incertitude de la valeur assignée est calculée selon la méthode GUM à partir des principales sources d'incertitudes intervenant lors de la préparation de l'étalon radioactif ou de la préparation de la dilution de l'étalon radioactif.
- Si la valeur assignée est déduite comme étant une moyenne robuste calculée à partir des résultats des participants, l'incertitude $U_{(X^*)}$.:

$$U_{(X^*)} = 2 \times \frac{1.25 s^*}{\sqrt{p}}$$

- Si la valeur assignée est déduite de la moyenne arithmétique (dans le cas d'un nombre de résultats ≤ 12), l'incertitude $U_{(arith)}$ est :

$$U_{(arith)} = 2 \times \frac{s}{\sqrt{p}}$$

L'incertitude $U_{(ref)}$ sera majorée pour tenir compte d'une inhomogénéité et/ou d'une instabilité éventuelle selon une méthode décrite par le laboratoire expert (selon la norme NF ISO 13528, fondée sur l'écart type inter-échantillon) lors de la réunion annuelle et dans le rapport final.
Dans le cas de $U_{(X^*)}$ et $U_{(ass)}$, la variabilité liée à l'inhomogénéité et/ou à l'instabilité est intégrée dans l'écart type des résultats fournis par les participants.

9.2.4 L'écart-type pour l'évaluation d'aptitude

L'écart-type pour l'évaluation d'aptitude σ_{PT} est fixé par PROCORAD comme étant égal à l'écart-type robuste s*.

9.3 Critères de performance

La norme NF ISO 13528:2022 (§5.3 Considérations sur la distribution statistique des résultats) indique qu' « il est important de vérifier, au moins visuellement, la symétrie approximative ». C'est pourquoi, dans certains cas (distribution asymétrique, coefficient de variation élevé, nombre de résultats inférieur à 7, …), l'expert précisera que la valeur assignée et son incertitude sont fournies à titre indicatif afin de vous mettre en garde contre l'utilisation de ces valeurs pour l'évaluation de votre performance.

9.3.1 le biais

La valeur du biais est donnée par la relation suivante :

$$\text{Biais } \% = \frac{x_i - X}{X} \times 100$$

X est la valeur assignée déterminée, selon les situations, comme étant la valeur certifiée $X_{réf}$, la moyenne robuste X* ou à la moyenne arithmétique $\overline{X}$.
Le critère de performance du biais % est celui de la norme ISO 28218 et la norme NF ISO 12790-1 :

-25% < Biais% <50% résultat satisfaisant

9.3.2 le z'-score

Le z'-score est utilisé à la place du z-score car l'écart type d'aptitude σ_{PT} est l'écart type robuste s* calculé à partir des résultats des participants ($ 9.5.1 de la norme NF ISO 13528) et que le nombre de résultats peut varier de 6 à 50 selon les comparaisons interlaboratoires : cela permet d'avoir une homogénéité d'interprétation indépendante du nombre de participants.

Le z'-score d'un résultat, noté z'_i, est donné par la relation suivante :

$$z'_i = \frac{x_i - X}{\sqrt{(s^*)^2 + u^2(X)}}$$

Avec $u^2(X)$, l'incertitude type de la valeur assignée déterminée, selon les situations, comme étant l'incertitude type de la valeur certifiée $X_{réf}$, l'incertitude type de la moyenne robuste X* ou l'incertitude type de la moyenne arithmétique $\overline{X}$, dont les calculs sont décrits dans le $9.2.3 du présent document.

L'interprétation du z'-score est le suivant :

$|z'\text{-score}| \leq 2$: résultat satisfaisant
$2 < |z'\text{-score}| \leq 3$: résultat douteux, à surveiller
$|z'\text{-score}| > 3$: résultat discordant requérant une action.

9.3.3 le zêta-score (ζ-score)

Afin d'évaluer l'aptitude d'un participant à fournir des résultats proches de la valeur assignée dans les limites de l'incertitude revendiquée, PROCORAD fournit comme critère de performance le ζ-score.

Le ζ-score d'un résultat, noté ζ_i, est donnée par la relation suivante :

$$\zeta_i = \frac{x_i - X}{\sqrt{(u_{x_i})^2 + u^2(X)}}$$

Avec u_{xi} l'incertitude type du résultat fourni par le laboratoire participant et $u^2(X)$, l'incertitude type de la valeur assignée déterminée, selon les situations, comme étant l'incertitude type de la valeur certifiée $X_{réf}$, l'incertitude type de la moyenne robuste X* ou l'incertitude type de la moyenne arithmétique $\overline{X}$, dont les calculs sont décrits dans le $9.2.3 du présent document.

L'interprétation du ζ-score est le suivant :
$|\zeta\text{-score}| \leq 2$: résultat satisfaisant
$2 < |\zeta\text{-score}| \leq 3$: résultat douteux, à surveiller
$|\zeta\text{-score}| > 3$: résultat discordant requérant une action.

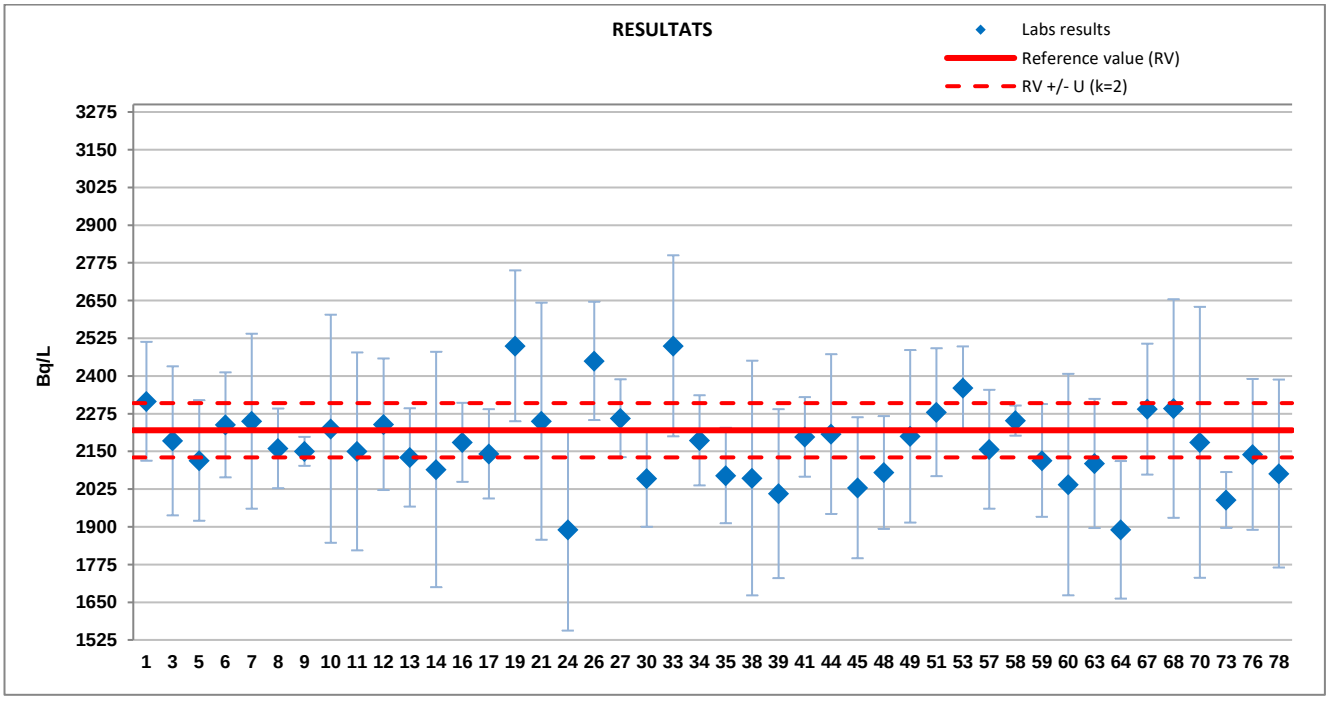
9.4 Autres informations fournies

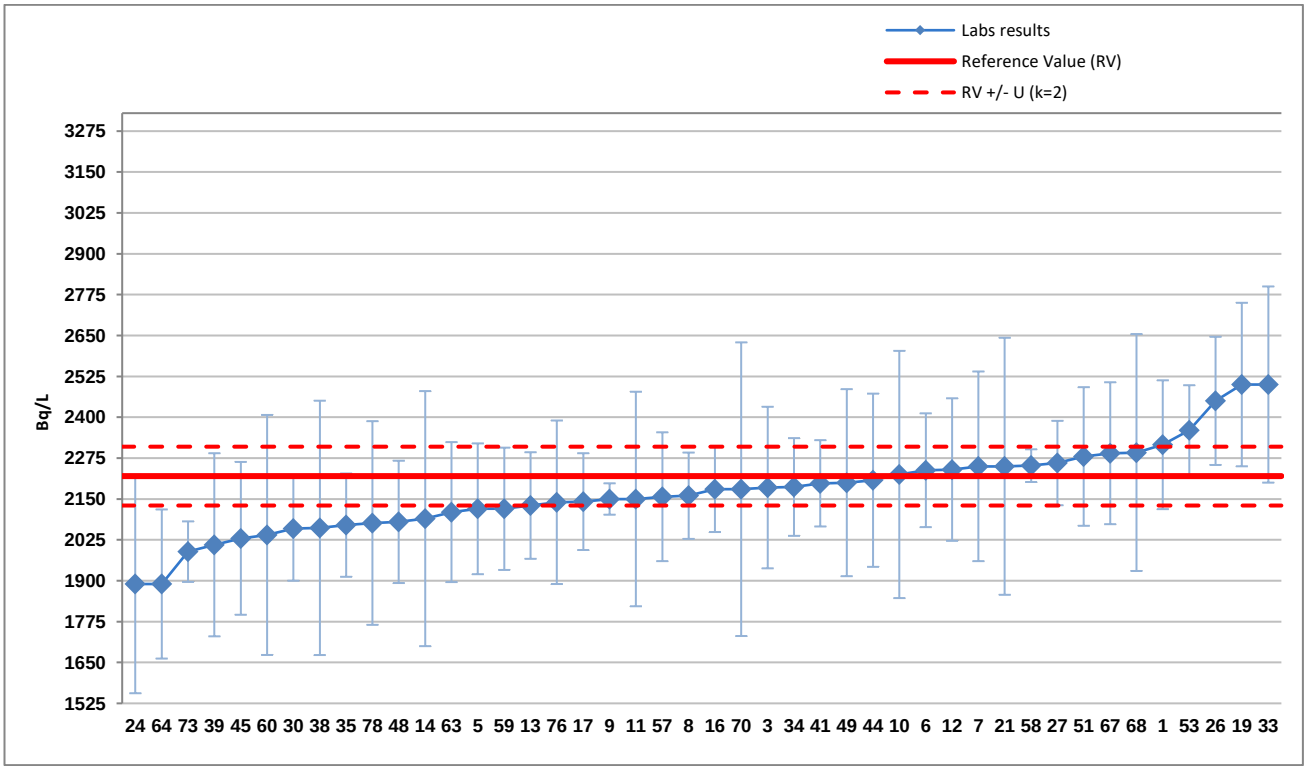
u_{min} : l'incertitude relative limite inférieure, calculée à partir de l'incertitude-type de la valeur assignée selon le chapitre 9.8.3 de la norme NF ISO 13528

u_{max} : l'incertitude relative limite supérieure, calculée à partir de l'incertitude-type sur la moyenne robuste selon le chapitre 9.8.4 de la norme NF ISO 13528

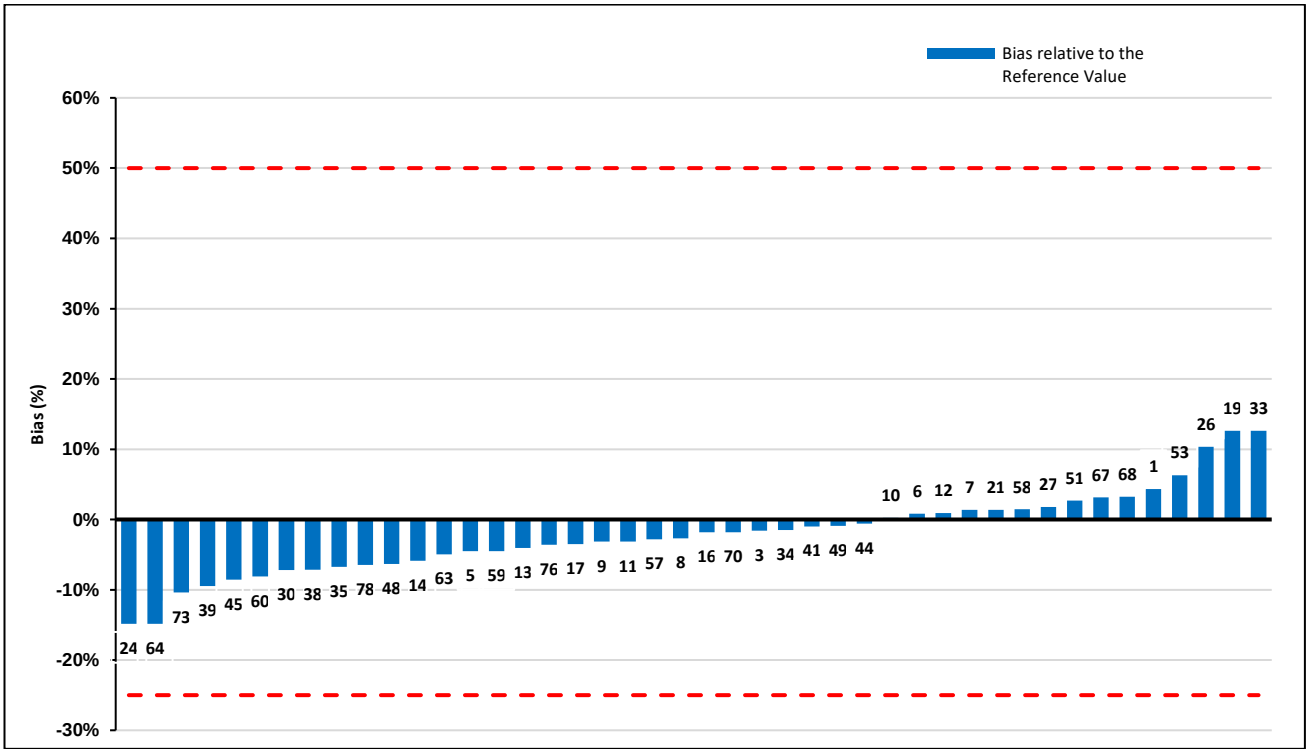
10. DIAGRAMMES

10.1 Diagrammes de positionnement et biais

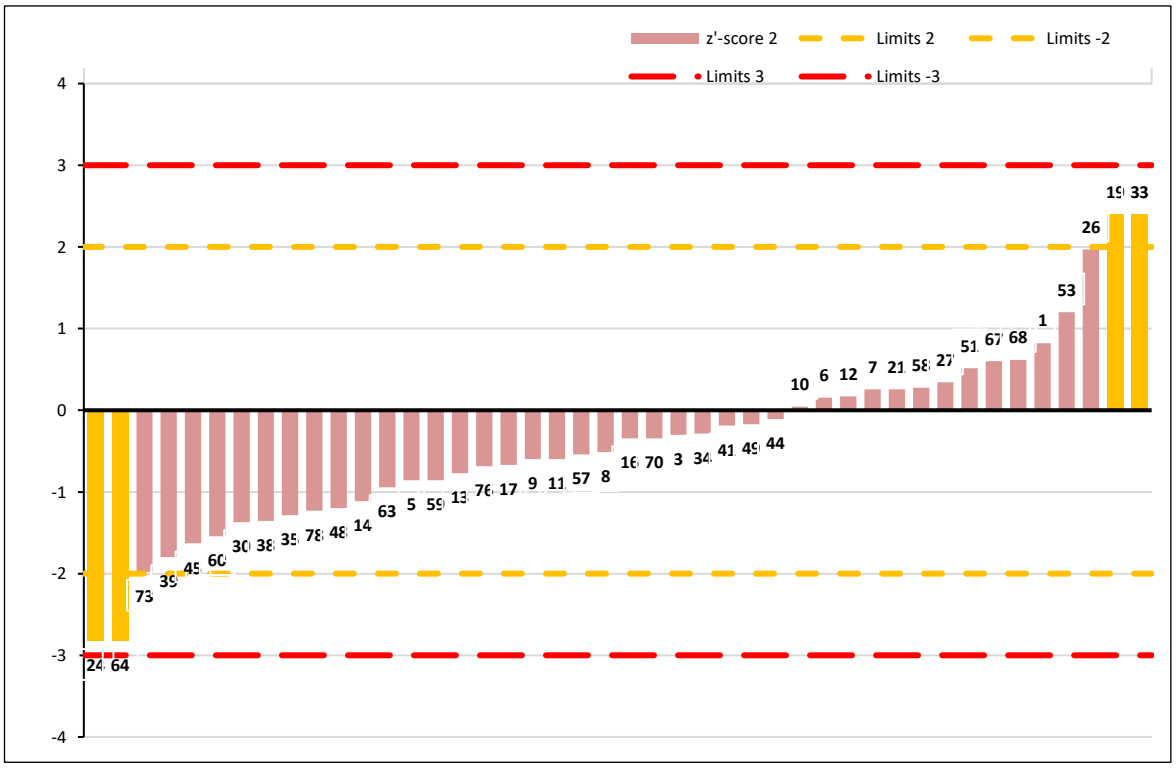




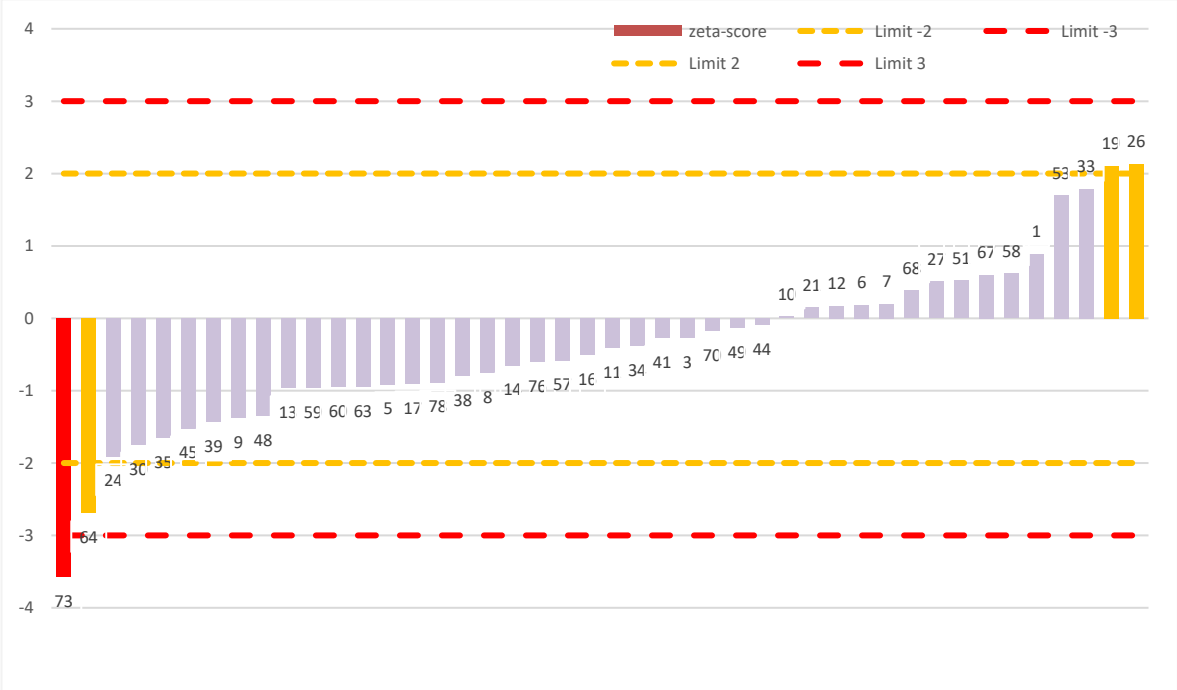
Siège Social : Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA) Bureau du Conseiller Médical Centre CEA Paris Saclay Site de Saclay Bâtiment 524 D36 91191 Gif sur Yvette cedex France
Association Loi 1901-Déclaration Sous-préfecture d'Antony n°W751123046-SIRET 403 518 822 00024
Téléphone : 01 69 08 65 30 Télécopie 01 69 08 42 51 E-mail : intercomparaison@procorad.org
www.procorad.org



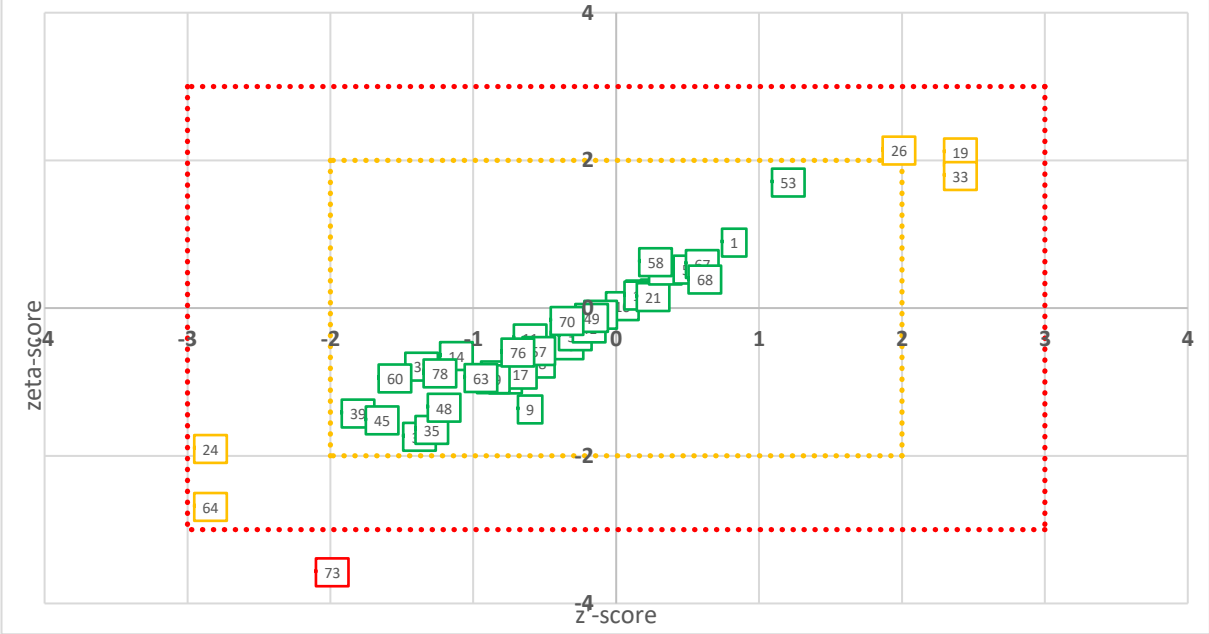
10.2 Diagrammes de z'-scores



10.3 Diagrammes de ζ-scores

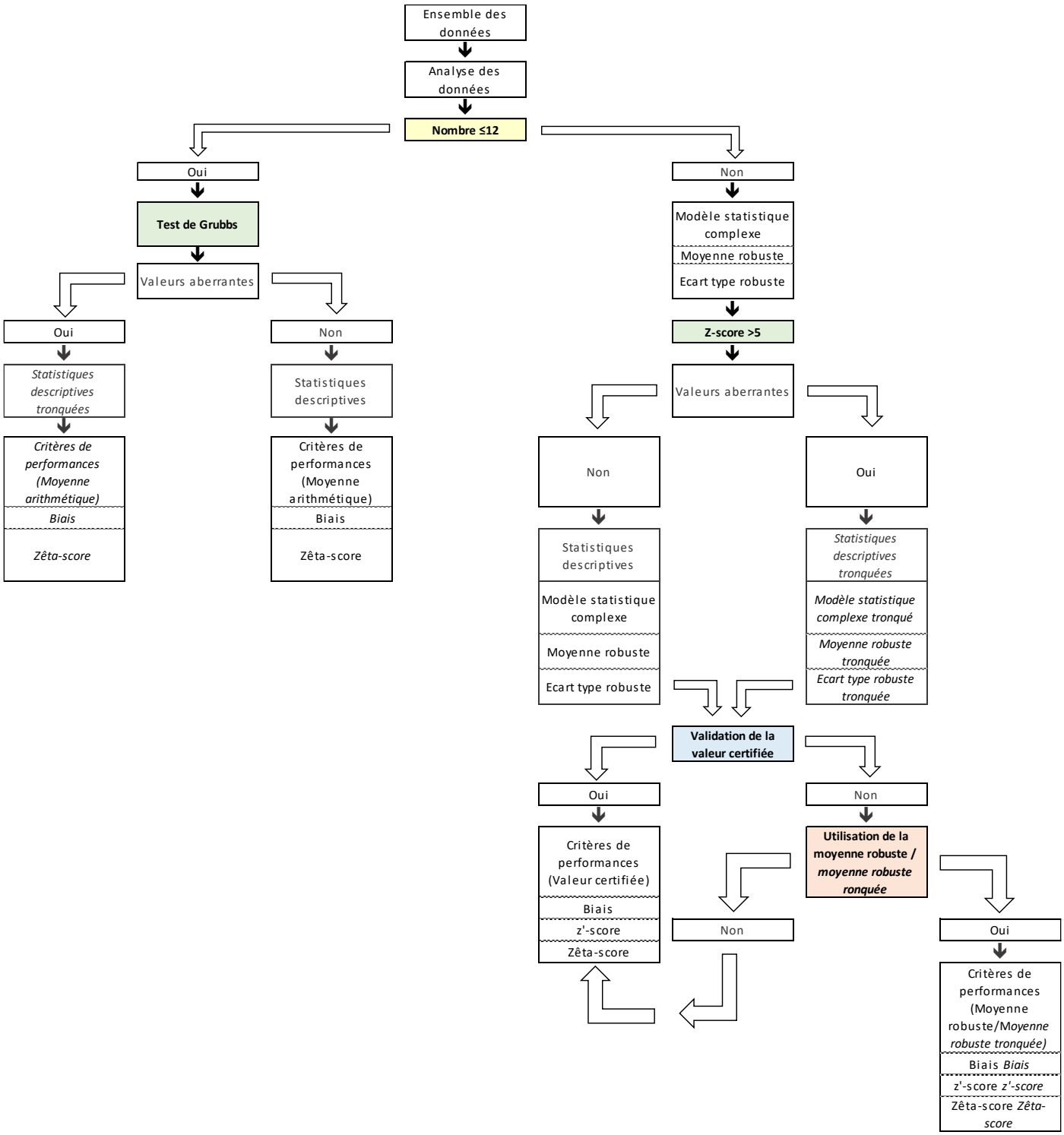


10.4 Diagrammes combinant le z'-score et le ζ-score



11. LOGIGRAMMES DE TRAITEMENTS DES DONNEES

11.1 Radionucléides artificiels



11.2 Radionucléides naturels

