

RECOMMANDATION
INTERNATIONALE

OIML R 132

Édition 2001 (F)

Systèmes dosimétriques RPE à l'alanine pour
le traitement par rayonnements ionisants des
matériaux et produits

Alanine EPR dosimetry systems for ionizing radiation processing of
materials and products



Sommaire

<i>Avant-propos</i>	3
0 Introduction	4
1 Domaine d'application	4
2 Application	5
3 Terminologie	5
4 Description du système dosimétrique	6
5 Exigences métrologiques	7
6 Exigences techniques	8
7 Instructions pratiques	8
8 Contrôles métrologiques	9
Références	11
Annexe A Procédure d'étalonnage du système dosimétrique	12
Annexe B Procédure d'essai	14
Annexe C Format du rapport d'essai	15

Avant-propos

L'Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML) est une organisation intergouvernementale mondiale dont l'objectif premier est d'harmoniser les réglementations et les contrôles métrologiques appliqués par les services nationaux de métrologie, ou organismes apparentés, de ses États Membres.

Les deux principales catégories de publications OIML sont:

- les **Recommandations Internationales (OIML R)**, qui sont des modèles de réglementations fixant les caractéristiques métrologiques d'instruments de mesure et les méthodes et moyens de contrôle de leur conformité; les États Membres de l'OIML doivent mettre ces Recommandations en application dans toute la mesure du possible;
- les **Documents Internationaux (OIML D)**, qui sont de nature informative et destinés à améliorer l'activité des services de métrologie.

Les projets de Recommandations et Documents OIML sont élaborés par des comités techniques ou sous-comités composés d'États Membres. Certaines institutions internationales et régionales y participent aussi sur une base consultative.

Des accords de coopération ont été conclus entre l'OIML et certaines institutions, comme l'ISO et la CEI, pour éviter des

prescriptions contradictoires; en conséquence les fabricants et utilisateurs d'instruments de mesure, les laboratoires d'essais, etc. peuvent appliquer simultanément les publications OIML et celles d'autres institutions.

Les Recommandations Internationales et Documents Internationaux sont publiés en français (F) et en anglais (E) et sont périodiquement soumis à révision.

La présente publication - référence OIML R 132 édition 2001 - a été élaborée par le Comité Technique OIML TC 15 *Instruments de mesure pour rayonnements ionisants*. Elle a été directement sanctionnée par la Conférence Internationale de Métrologie Légale en 2000.

Les publications de l'OIML peuvent être obtenues au siège de l'Organisation:

Bureau International de Métrologie Légale
11, rue Turgot - 75009 Paris - France

Téléphone: 33 (0)1 48 78 12 82 et 42 85 27 11

Fax: 33 (0)1 42 82 17 27

E-mail: biml@oiml.org

Internet: www.oiml.org

Systèmes dosimétriques RPE à l'alanine pour le traitement par rayonnements ionisants des matériaux et produits

0 Introduction

0.1 L'objectif de la présente Recommandation est d'harmoniser au niveau international les procédures par lesquelles un système dosimétrique à Résonance Paramagnétique Électronique (RPE) à l'alanine (ci-après désigné "système dosimétrique") est évalué lorsqu'il fait l'objet de lois ou de réglementations. Elle permet aussi de s'assurer que le système dosimétrique peut donner des indications d'une certaine exactitude lors des mesures de dose absorbée pour les installations utilisant le traitement par irradiation des matériaux et produits. La commercialisation au niveau international des systèmes dosimétriques et des produits concernés s'en trouve en outre facilitée.

0.2 L'évaluation d'un système dosimétrique doit être effectuée par un organisme national responsable, dans le cadre d'un processus appelé contrôle métrologique qui inclut généralement l'évaluation de modèle et les vérifications primitive et ultérieure. Si l'évaluation de modèle est favorable, une approbation de modèle est délivrée une seule fois au fabricant pour un type particulier de dosimètre. La vérification doit être faite par l'organisme national responsable ou par l'utilisateur pour chaque lot ou nouvel approvisionnement de dosimètres à l'alanine (ci-après désignés "dosimètres").

0.3 L'évaluation de modèle constitue le sujet principal de la présente Recommandation, laquelle spécifie les exigences métrologiques et techniques du système dosimétrique devant être évalué. Le fabricant doit soumettre soit des échantillons d'un lot de dosimètres, soit des échantillons d'un lot de dosimètres et un spectromètre RPE aux fins d'évaluation. Dans le premier cas, l'organisme national responsable doit utiliser les échantillons de dosimètres présentés afin d'étalonner le système dosimétrique incluant le spectromètre RPE, avant d'utiliser cet instrument pour évaluer d'autres échantillons de dosimètres. Dans le second cas, le fabricant doit avoir étalonné les dosimètres et le spectromètre RPE avant qu'ils soient présentés et doit aussi soumettre la courbe d'étalonnage ou la fonction de réponse qui servira de base pour l'évaluation. Tous les étalonnages doivent être effectués au sein d'une installation d'étalonnage accréditée.

0.4 L'évaluation est menée selon une procédure d'essai générale, et les résultats sont reportés dans un

format de rapport d'essai, tous deux étant spécifiés dans la présente Recommandation. Après l'étalonnage, l'organisme national responsable procède à l'évaluation du système dosimétrique en choisissant de façon aléatoire des dosimètres du même lot que celui utilisé pour l'étalonnage et en irradiant ensuite ces échantillons dans la même installation d'étalonnage ou dans une autre installation accréditée, à des valeurs prédéterminées de dose absorbée dans le domaine de fonctionnement en dose absorbée du système dosimétrique. Le système dosimétrique et sa courbe d'étalonnage ou sa fonction de réponse sont utilisés pour déterminer les valeurs de dose absorbée. Une analyse des lectures de dose absorbée pour plusieurs dosimètres à un seul niveau de dose d'irradiation donne une détermination de la répétabilité du mesurage. Une comparaison des valeurs moyennes de dose absorbée obtenues en utilisant la courbe d'étalonnage ou la fonction de réponse et des valeurs de dose absorbée enregistrées par l'installation d'étalonnage, fournit les erreurs maximales du système.

0.5 Les exigences de performance pour un système dosimétrique sont les mêmes pour la vérification que pour l'évaluation de modèle. La présente Recommandation indique trois différentes façons d'élaborer la documentation pour être acceptable pour la vérification par l'organisme national responsable, vérification à laquelle peut participer sur le lieu d'application soit le fabricant, soit l'utilisateur.

1 Domaine d'application

1.1 La présente Recommandation est applicable aux systèmes dosimétriques RPE à l'alanine utilisés pour contrôler et superviser toute application d'irradiation par rayonnements ionisants pour le traitement industriel des matériaux et produits. Elle ne couvre ni n'exclut l'utilisation de tout autre procédé équivalent de mesurage ou de détermination de dose absorbée pour ce type d'applications.

1.2 La présente Recommandation est destinée spécifiquement aux fabricants des dosimètres à l'alanine, à ceux des spectromètres RPE utilisés pour la dosimétrie et aux organismes nationaux responsables du contrôle métrologique des systèmes dosimétriques. Elle contient aussi des informations utiles pour les utilisateurs de systèmes dosimétriques RPE à l'alanine.

1.3 Les exigences métrologiques et techniques de performance des systèmes dosimétriques RPE à l'alanine sont couvertes dans la présente Recommandation; cependant, le choix et l'usage courant de ces systèmes dosimétriques et des autres dosimètres pour les applications de traitement par irradiation sont traités dans d'autres normes [1, 2]. Il est possible d'obtenir des performances supérieures à celles prescrites dans la présente Recommandation.

1.4 La présente Recommandation s'applique aux dosimètres irradiés soit par des photons, soit par des électrons dans la gamme d'énergie de 0,1 MeV à 28 MeV [1]. Les essais de dosimètres selon la présente Recommandation doivent être effectués à une température et une humidité de référence, et dans des étendues de dose absorbée et de taux de dose absorbée spécifiées.

Note: Les étendues suivantes peuvent être couvertes dans les applications de traitement par irradiation en utilisant un ou plusieurs dosimètres à l'alanine:

- étendue de dose absorbée de 10^0 à 10^5 Gy [1, 2];
- taux de dose absorbée jusqu'à 10^2 Gy/s pour les champs de rayonnement continu et jusqu'à 5×10^7 Gy/s pour les champs de rayonnement à impulsions;
- étendue de température d'irradiation de -60 °C à $+90$ °C [3], et
- étendue d'humidité (pour l'ensachage des dosimètres) de 0 à 75 % d'humidité relative [4].

1.5 Les exigences qui peuvent être nécessaires pour la sécurité du personnel ne sont pas couvertes dans la présente Recommandation; il convient, par conséquent, que les utilisateurs déterminent si un système dosimétrique satisfait aux exigences de sécurité et d'étiquetage conformément aux réglementations nationales.

2 Application

2.1 La présente Recommandation est applicable à tout processus utilisant les rayonnements ionisants où le changement attendu d'une propriété ou caractéristique d'un produit est lié à la dose absorbée dans le produit.

2.2 Les lois ou réglementations nationales peuvent spécifier les doses absorbées minimale et maximale pour une application particulière de traitement par irradiation.

2.3 Les applications spécifiques de traitement par rayonnements ionisants incluent la stérilisation des appareils et produits médicaux, la stérilisation des déchets médicaux, et le traitement des denrées et épices pour la sortie de quarantaine, le contrôle pathogène, ou l'extension de la durée de conservation. Des exemples d'utilisation de l'alanine en dosimétrie dans diverses applications d'irradiation sont donnés aux références [5] et [6].

3 Terminologie

Note: Pour les définitions de termes de métrologie autres que celles données à cet article, voir référence [7].

3.1 Système dosimétrique RPE à l'alanine

Système utilisé pour la détermination de la dose absorbée comprenant des dosimètres à l'alanine et un spectromètre RPE.

3.2 Dosimètre à l'alanine

Quantité spécifiée d'alanine, sous une forme physique définie, dans laquelle les rayonnements ionisants produisent un signal RPE identifiable que l'on peut mettre en relation avec la dose absorbée.

3.3 Spectroscopie de RPE

Mesurage de l'absorption résonnante d'énergie électromagnétique, résultant de la transition d'électrons non couplés entre différents niveaux d'énergie, sur application habituellement d'énergie en hyperfréquence à une substance paramagnétique en présence d'un champ magnétique.

3.4 Spectre RPE

Première dérivée du spectre d'absorption paramagnétique électronique par rapport au champ magnétique.

3.5 Lot de dosimètres

Quantité de dosimètres fabriquée à partir d'une masse spécifique de matériau ayant une composition uniforme, issue d'une seule série de production dans des conditions contrôlées et constantes, et à laquelle est attribué un code d'identification unique.

3.6 Dose absorbée, D

Quotient de $d\bar{e}$ par dm , où $d\bar{e}$ est l'énergie moyenne cumulative transmise par les rayonnements ionisants à une quantité de matière de masse dm . L'unité pour la dose absorbée est le gray (Gy), où $1 \text{ Gy} = 1 \text{ J/kg}$.

3.7 Équilibre électronique

Condition existant dans un matériau soumis à des rayonnements ionisants par laquelle les énergies, le nombre, et la direction des électrons secondaires induits par les rayonnements sont uniformes dans tout le volume concerné. Ainsi, pour tel volume, la somme des énergies des électrons secondaires entrants est égale à la somme des énergies des électrons secondaires quittant ce volume.

3.8 Installation d'étalonnage

Combinaison d'une source de photons ou d'électrons et des appareils associés, fournissant une valeur de dose absorbée ou de taux de dose absorbée, uniforme et reproductible, en des points précis d'un matériau spécifique. La dose absorbée doit être raccordable aux étalons nationaux ou internationaux.

3.9 Courbe d'étalonnage

Représentation graphique de la relation entre la réponse du dosimètre et la dose absorbée pour un système dosimétrique donné.

3.10 Fonction de réponse

Représentation mathématique de la relation entre la réponse du dosimètre et la dose absorbée pour un système dosimétrique donné.

3.11 Traçabilité

Propriété du résultat de mesure ou de la valeur d'un étalon, d'après laquelle il ou elle peut être lié(e) à des références établies, habituellement des étalons nationaux ou internationaux, à travers une chaîne ininterrompue de comparaisons ayant toutes des incertitudes définies.

3.12 Répétabilité

Étroitesse de l'accord entre les résultats des mesures successives du même échantillon effectuées dans les mêmes conditions et dans un laps de temps relativement court.

Note: Par "mêmes conditions", il convient d'entendre même méthode de mesure, même instrument de mesure, même opérateur, même lieu, et mêmes conditions ambiantes environnementales.

3.13 Erreurs maximales tolérées

Valeurs extrêmes d'une erreur admises par les spécifications, les réglementations, etc. pour un instrument de mesure donné.

3.14 Domaine de fonctionnement en dose absorbée

Ensemble des valeurs de dose absorbée pour lequel il est prévu que l'erreur du système dosimétrique ne dépasse pas les limites spécifiées.

3.15 Organisme national responsable

Organisation ou agence d'un pays particulier chargée de déterminer si le système dosimétrique est conforme

aux exigences de performance désignées par les lois ou réglementations.

3.16 Fabricant

Producteur du dosimètre à l'alanine à évaluer, sauf spécification contraire.

4 Description du système dosimétrique

4.1 Généralités

4.1.1 Le système dosimétrique RPE à l'alanine fournit un moyen de détermination de la dose absorbée dans les matériaux. Le rayonnement ionisant provoque des réactions chimiques à l'intérieur du dosimètre à l'alanine irradié résultant en la formation de radicaux libres stables. Le spectromètre RPE mesure habituellement l'amplitude de la raie centrale dans le spectre à partir des radicaux libres dans le dosimètre irradié. L'amplitude de ce signal est proportionnelle à la dose absorbée.

4.1.2 La dose absorbée est normalement spécifiée comme celle qui serait reçue dans l'eau. La dose absorbée dans d'autres matériaux peut être déterminée en appliquant les facteurs de conversion appropriés, tels que mentionnés en référence [2].

4.2 Composants principaux

4.2.1 Dosimètre à l'alanine

4.2.1.1 Le dosimètre consiste habituellement en une gélule, une tige, ou un film mince. Les stéréo-isomères L ou D de l'alanine- α dans un liant ou substrat approprié peuvent être utilisés, l'alanine-L étant le plus communément utilisé. Ni le liant, ni le métal de base ne doit interférer avec le signal RPE lié à l'alanine. Les dosimètres sont habituellement enveloppés avant irradiation.

4.2.1.2 L'amplitude du signal RPE à partir d'un dosimètre dépend de la masse de son matériau sensible au rayonnement et de la dose absorbée qu'il reçoit [1]. Habituellement, la valeur de l'amplitude pic à pic plutôt que la double intégrale de la raie centrale du spectre RPE est utilisée en tant que réponse car aucune expression analytique simple de forme approchée n'existe pour décrire la forme de raie RPE de signal de radical dérivé de l'alanine.

4.2.1.3 La dose absorbée dans le dosimètre est déterminée en utilisant une courbe d'étalonnage ou fonction de réponse qui fournit une relation fonctionnelle entre la dose absorbée et l'amplitude du signal RPE. La dose absorbée doit être raccordable aux étalons nationaux ou internationaux.

4.2.2 Mesurage de la masse du dosimètre

4.2.2.1 Pour les dosimètres sans liant ou substrat, la masse du matériau sensible aux rayonnements peut être mesurée par une balance analytique pour mesures de masse raccordables aux étalons nationaux. La masse réelle de chaque dosimètre, ou la valeur moyenne et l'écart type des échantillons représentatifs du lot peuvent être fournis par le fabricant ou déterminés par l'utilisateur.

4.2.2.2 Dans certains cas, l'écart type en masse du matériau des dosimètres sensible aux rayonnements peut être fourni par le fabricant à la place de sa masse réelle ou de sa valeur moyenne.

4.2.3 Spectromètre RPE

4.2.3.1 Le spectromètre détermine la concentration en radical dérivé de l'alanine dans un dosimètre par mesure du spectre RPE. Il convient que les composants du spectromètre RPE incluent une source hyperfréquences stabilisée, des atténuateurs et déphaseurs, un circulateur hyperfréquences, un bras de référence, un assemblage de détection à diode, un aimant avec possibilité de balayage, un détecteur photographique à modulation/phase de champ magnétique, une cavité hyperfréquences avec dispositif de positionnement reproductible du dosimètre et un affichage pour la lecture des indications. La référence [6] donne un exemple d'un spectromètre et de ses composants de base.

4.2.3.2 Le composant de lecture des données du spectromètre peut être soit analogique, soit numérique, et les données peuvent être enregistrées soit manuellement par un opérateur, soit automatiquement par un système de traitement des données.

5 Exigences métrologiques

Note: Le présent article fournit les exigences de performance auxquelles le système dosimétrique doit satisfaire lors de l'évaluation de modèle.

5.1 Exigences générales

- Pour l'évaluation, le fabricant doit fournir à l'organisme national responsable soit des échantillons d'un lot de dosimètres à l'alanine et un spectromètre RPE, soit uniquement des échantillons d'un lot de dosimètres.
- Une courbe d'étalonnage ou une fonction de réponse du système dosimétrique doit être présentée par le fabricant ou déterminée par l'organisme national responsable et doit être basée sur une analyse des échantillons du même lot de dosimètres. Elle doit couvrir le domaine de fonctionnement en dose absorbée.
- Si le spectromètre RPE n'est pas fourni par le fabricant, ses critères de performance doivent être spécifiés par le fabricant du dosimètre (voir 6.4).
- Les procédures de réalisation des étalonnages sont données dans l'Annexe A.

5.2 Erreurs maximales tolérées et répétabilité des mesures de dose absorbée

5.2.1 Au moins 10 dosimètres doivent être irradiés dans une installation d'étalonnage à chacun des niveaux séparés (au moins trois) de dose absorbée dans le domaine de fonctionnement en dose absorbée. Lors de l'évaluation de modèle, la répétabilité et les erreurs maximales de la dose absorbée doivent être déterminées pour les dosimètres irradiés dans les conditions de référence suivantes:

- température: $23\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ ou telle que spécifiée par le fabricant;
- humidité relative: $50\% \pm 10\%$ ou telle que spécifiée par le fabricant;

Note: Les conditions de référence pour l'humidité relative peuvent être obtenues en enfermant chaque dosimètre dans un emballage fermé hermétiquement.

- installation d'étalonnage: source de rayonnement dont le type de rayonnement et le domaine de taux de dose absorbée sont spécifiés par le fabricant.

Note: Dans la référence [7], les résultats montrent que l'incertitude élargie (pour $k = 2$ ou au niveau de confiance de 95 %) dans la dose absorbée transmise dans l'installation d'étalonnage aux dosimètres peut être de $\pm 2\%$.

5.2.2 À chaque niveau de dose absorbée par irradiation, l'erreur maximale de mesure doit être égale à la différence entre la valeur moyenne de dose absorbée assignée selon la courbe d'étalonnage et la valeur de dose absorbée par irradiation correspondante fournie pour chaque niveau par l'installation d'étalonnage. Les

erreurs maximales tolérées de dose absorbée ainsi déterminées ne doivent pas dépasser $\pm 6\%$.

5.2.3 La répétabilité de la dose absorbée mesurée pour chaque niveau de dose absorbée par irradiation exprimée en écart type relatif ne doit pas dépasser 4 %.

5.2.4 La procédure d'essai pour la détermination de la répétabilité et des erreurs maximales est donnée dans l'Annexe B.

6 Exigences techniques

Note: Le présent article couvre les informations relatives aux exigences de caractéristiques et d'étiquetage des dosimètres, ces informations devant être fournies par le fabricant à l'organisme national responsable avant de procéder à l'évaluation de modèle.

6.1 Les dosimètres doivent être emballés, et l'emballage doit être marqué clairement en indiquant le produit et l'identification de lot. Si approprié, il convient que la masse réelle ou moyenne du dosimètre soit également clairement indiquée sur l'emballage.

6.2 Si la masse du composant du dosimètre sensible au rayonnement est spécifiée par le fabricant, la masse réelle de chaque dosimètre ou la valeur moyenne et l'écart type de la répétabilité des mesures de masse pour une taille spécifique d'échantillon d'un lot doit alors être fournie.

6.3 Le fabricant doit spécifier le domaine de fonctionnement en dose absorbée du dosimètre.

6.4 Pour un spectromètre RPE non fourni par le fabricant, les critères de performance requis doivent être spécifiés par le fabricant du dosimètre pour l'instrument à utiliser dans l'évaluation comme suit:

- le spectromètre doit permettre les réglages suivants:
 - hyperfréquence de 9 à 10 GHz avec verrouillage automatique de la fréquence (AFC);
 - champ magnétique correspondant à un facteur g de 2,0 (à 9,8 GHz cela correspond à 350 mT) avec une étendue de balayage de champ de 20 mT vers le champ central; amplitude à modulation RF de 0,1 à 1 mT;
 - puissance hyperfréquence de 0,1 à 10 mW (stabilisée); et

- durée de balayage, constante de temps, et amplification du récepteur réglable pour une analyse optimale dans le domaine de fonctionnement en dose absorbée;

- la sensibilité RPE du spectromètre doit être au moins égale à 2×10^{11} spins/mT; et
- la cavité doit avoir un diamètre d'accès des échantillons d'au moins 1 mm de plus que le diamètre du dosimètre à analyser.

6.5 Le spectromètre utilisé pour mesurer l'amplitude du signal RPE du dosimètre doit inclure ou être étiqueté avec les informations suivantes:

- le nom commercial (ou le nom du fabricant de l'instrument);
- le modèle et le numéro de série;
- les instructions d'installation, de réglage, d'utilisation et de maintenance; et
- un enregistrement des dates de service et de maintenance.

6.6 Le fabricant doit rendre disponible l'information relative aux caractéristiques des dosimètres incluant tout effet connu sur la réponse des dosimètres causé par les conditions d'irradiation (grandeurs d'influence) telles que la température, l'humidité, l'atmosphère, le taux de dose absorbée, et la durée de mesure après irradiation.

Note: Les grandeurs d'influence peuvent être à l'origine d'erreurs significatives dans les mesures de dose absorbée dans les installations de traitement par irradiation.

7 Instructions pratiques

Note: Le présent article fournit des informations destinées à être prises en compte par l'utilisateur avant de choisir un système dosimétrique pour quelque application.

7.1 Avant d'utiliser un système dosimétrique, il convient de prendre en compte tous les facteurs environnementaux relatifs à l'application spécifique d'irradiation. Si les conditions d'irradiation sont différentes de celles spécifiées pour le système dosimétrique, il convient de consulter le fabricant ou les autres sources concernées avant d'utiliser le système dosimétrique. La référence [2] fournit des conseils pour le choix de systèmes dosimétriques.

7.2 Toutes précautions ou avertissements nécessaires aux utilisateurs des instruments doivent être indiqués explicitement dans le manuel d'utilisation et

doivent être affichés clairement sur le spectromètre RPE, le cas échéant, si spécifié dans les réglementations nationales.

8 Contrôles métrologiques

Note: Le présent article indique les étapes à suivre par l'organisme national responsable pour la réalisation de l'évaluation de modèle du système dosimétrique. Les procédures et les exigences sont aussi fournies pour la vérification et les essais de routine du système dosimétrique. Dans l'évaluation de modèle, l'organisme national responsable choisit des dosimètres à partir du lot utilisé pour étalonner le système dosimétrique et les irradie ensuite dans une installation d'étalonnage à des niveaux prédéterminés de dose absorbée. Les doses absorbées déterminées par le système dosimétrique comparées aux doses absorbées données à l'installation d'étalonnage fournissent des données pour l'évaluation de modèle.

8.1 Évaluation de modèle

8.1.1 Le fabricant doit fournir à l'organisme national responsable des échantillons d'un lot de dosimètres à l'alanine et peuvent également fournir des données d'essai démontrant que ces dosimètres satisfont aux exigences de performance selon la présente Recommandation.

8.1.2 Les dosimètres à l'alanine doivent être évalués en utilisant le spectromètre RPE fourni par le fabricant ou un spectromètre RPE conforme aux spécifications du fabricant telles qu'indiquées en 6.4. Dans les deux cas, le système dosimétrique doit être étalonné conformément aux exigences de 5.1 et de l'Annexe A

8.1.3 Si le spectromètre RPE est fourni par le fabricant, le manuel d'utilisation doit être examiné par l'organisme national responsable pour s'assurer que les instructions d'utilisation sont complètes et claires, et le spectromètre RPE doit être inspecté visuellement conjointement avec les spécifications du fabricant pour déterminer s'il satisfait aux exigences de l'article 6.

8.1.4 Après étalonnage du système dosimétrique, l'organisme national responsable doit effectuer les essais de performance en utilisant la procédure de l'Annexe B pour s'assurer de la conformité aux exigences suivantes:

- erreurs maximales tolérées des mesures de dose absorbée (5.2.2); et
- répétabilité des mesures de dose absorbée (5.2.3).

Note: Au lieu d'effectuer l'étalonnage et ces essais, l'organisme national responsable peut envisager d'accepter les données d'essai présentées par le fabricant, démontrant qu'il y a conformité.

8.1.5 Les résultats des essais d'un système dosimétrique effectués lors de l'évaluation de modèle doivent contenir, au minimum, les points d'information mentionnés dans le format fourni en Annexe C. Un format de rapport d'essai spécifique peut être élaboré selon la préférence nationale. Le fabricant doit être tenu informé des commentaires particuliers relatifs à tous les échecs lors des essais.

8.2 Vérifications primitive et ultérieure

8.2.1 Les exigences de performance pour la vérification soit sur le site du fabricant, soit sur celui de l'application, doivent être les mêmes que pour l'évaluation de modèle (8.1.4), sauf que 5 dosimètres au lieu de 10 peuvent être utilisés à chaque niveau de dose absorbée testé.

8.2.2 La vérification primitive et, si nécessaire, la vérification ultérieure d'un lot de dosimètres à l'alanine peuvent être effectuées sur la base des informations fournies par le fabricant ou l'utilisateur. Il convient que ces informations décrivent les essais de performance nécessaires (8.1.4) pour chacun des niveaux (au moins trois) de dose absorbée couvrant le domaine de fonctionnement de l'application prévue des dosimètres. La documentation examinée pour la vérification peut être élaborée en utilisant des échantillons d'un lot de dosimètres avec l'une des méthodes suivantes:

- (a) en effectuant avec les ensembles d'échantillons un étalonnage d'un système dosimétrique et en vérifiant que les données obtenues pour la courbe d'étalonnage ou la fonction de réponse satisfont aux exigences de répétabilité nécessaires;
- (b) en utilisant un système dosimétrique étalonné pour analyser les ensembles d'échantillons irradiés dans une installation d'étalonnage et en comparant les doses absorbées mesurées avec celles relevées pour les ensembles d'échantillons par l'installation d'étalonnage; ou
- (c) en utilisant un système dosimétrique étalonné pour analyser les ensembles d'échantillons irradiés dans l'installation de l'utilisateur en même temps que les dosimètres étalons de transfert, par lequel les doses absorbées mesurées sont comparées aux valeurs relevées pour les dosimètres de transfert comme déterminées par une installation d'étalonnage accréditée.

Il convient que les procédures des Annexes A et B soient utilisées comme approprié dans l'élaboration de la documentation conforme aux exigences de 8.1.4.

Note: La vérification peut être effectuée par l'utilisateur en utilisant une méthode d'étalonnage faisant partie des procédures d'assurance qualité de l'utilisateur.

8.2.3 Le format de rapport d'essai en Annexe C peut être modifié de façon appropriée pour relever les résultats des essais pour la vérification.

8.2.4 La période de validité pour la vérification primitive effectuée conformément à 8.2.2 doit être d'un an sauf si des données documentées fournies par le fabricant sont favorables à une autre période de validité. La période de validité pour la vérification ultérieure doit être d'un an.

8.3 Essais de routine par l'utilisateur

8.3.1 L'organisme national responsable peut renvoyer les utilisateurs à des méthodes appropriées d'utilisation des systèmes dosimétriques pour des applications industrielles particulières. Certaines méthodes de mesure peuvent être appropriées à l'utilisation pour le contrôle qualité de la réponse du système dosimétrique lors du traitement par irradiation.

8.3.2 L'utilisateur doit définir une courbe d'étalonnage ou une fonction de réponse pour chaque lot par-

ticulier de dosimètres et chaque spectromètre RPE utilisés. Il convient que l'étalonnage reflète aussi les conditions particulières d'irradiation pour une application.

8.3.3 Les essais de fonctionnement du dosimètre pour des expositions aux extrêmes des conditions environnementales d'humidité et de température et aux extrêmes des taux de dose absorbée, doivent être effectués si nécessaire pour des applications particulières.

Note: Les données fournies par le fabricant ou dans les publications correspondantes sur les effets environnementaux pour des dosimètres particuliers peuvent être utilisées à la place des essais. Dans certains cas, les données fournies par le fabricant pour un lot particulier de dosimètres peuvent être plus actuelles et appropriées que l'information sur les effets environnementaux trouvée dans les publications.

8.3.4 Un registre chronologique pour chaque système dosimétrique doit être tenu pendant une période conforme aux exigences nationales et contenir au moins les informations suivantes:

- résultats des étalonnages;
- résultats de tous les essais de routine;
- étendue de l'entretien et de la réparation du spectromètre RPE; et
- identification des composants principaux remplacés dans le spectromètre RPE.

Références

- [1] ISO 15558:1998(F) "Pratique de l'utilisation d'un système dosimétrique RPE à l'alanine", Organisation Internationale de Normalisation, Genève, Suisse.
- [2] ISO 15556:1998(F) "Guide de choix et d'étalonnage des appareils de mesure dosimétrique pour le traitement par irradiation", Organisation Internationale de Normalisation, Genève, Suisse.
- [3] Nagy, V.; Puhl, J.M.; Desrosiers, M.F. - "Advancements in Accuracy of the Alanine Dosimetry System. Part 2. The Influence of the Irradiation Temperature". *Radiat. Phys. Chem.*, 57, 1-9 (2000).
- [4] Sleptchonok, O.F.; Nagy, V.; Desrosiers, M.F. - "Advancements in Accuracy of the Alanine Dosimetry System. Part 1. The Effects of Environmental Humidity". *Radiat. Phys. Chem.*, 57, 115-133 (2000).
- [5] McLaughlin, W.L.; Boyd, A.W.; Chadwick, K.H.; McDonald, J.C. and Miller, A. - "Dosimetry for Radiation Processing" (Textbook), Taylor and Francis (publishers), London, 1989.
- [6] Regulla, D.F.; and Deffner, U. - "Dosimetry by EPR Spectroscopy of Alanine", *Trends in Radiation Dosimetry*, W.L. McLaughlin, Ed., Pergamon Press, Oxford, U.K.; *Applied Radiation and Isotopes*, Vol. 33, 1982, p. 1101.
- [7] *Vocabulaire International des Termes Fondamentaux et Généraux de Métrologie (VIM)*, BIPM, CEI, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, Édition 1993 (ISO).
- [8] Maier, D. and Schmalbein, D. - "A Dedicated EPR Analyzer for Dosimetry", *Applied radiation and Isotopes*, Vol. 44, (1993) p. 345.
- [9] Humphreys, J.C.; Puhl, J.M.; Seltzer, S.M.; McLaughlin, W.L.; Desrosiers, M.F.; Nagy, V.Y.; Benson, D.L.; Walker, M.L. - "Radiation Processing Dosimetry Calibration Services: Manual of Calibration Procedures", NIST Special Publication 250-45, National Institute of Standards and Technology (1998).

Annexe A

Procédure d'étalonnage du système dosimétrique (Obligatoire)

A.1 Sélectionner aléatoirement à partir d'un seul lot un ensemble d'au moins cinq dosimètres à irradier à chaque niveau voulu de dose absorbée. Utiliser au moins cinq niveaux de dose absorbée par décade du domaine de dose absorbée, avec un minimum de cinq niveaux de dose absorbée si ce domaine est inférieur à une décade. Spécifier la dose absorbée exprimée en dose absorbée dans l'eau, ou dans un autre matériau approprié pour l'application particulière.

A.2 Identifier chaque dosimètre en inscrivant un numéro sur le dosimètre ou en le plaçant dans une enveloppe numérotée ou une capsule fermée.

Note: Une mauvaise manipulation du dosimètre peut altérer son analyse. Suivre les conseils du fabricant pour la manipulation du dosimètre.

A.3 Vérifier le dosimètre quant aux défauts tels que les bords endommagés. Éliminer tout dosimètre comportant des imperfections, car les défauts peuvent altérer les lectures.

A.4 Vérifier et ajuster le spectromètre RPE selon les instructions données par le fabricant de l'instrument dans son manuel d'utilisation. (Voir aussi 6.4.)

A.5 Si nécessaire, enfermer chaque dosimètre dans un emballage fermé hermétiquement afin de fournir des conditions environnementales contrôlées pendant l'irradiation.

A.6 Irradier les dosimètres dans une installation d'étalonnage dans les conditions de référence telles que spécifiées en 5.2.1. Les irradiations par photons doivent être effectuées dans des conditions d'équilibre électronique.

Note: La définition de l'équilibre électronique est donnée en 3.7. Par exemple, pour la détermination de la dose absorbée dans l'eau pour une irradiation au ^{60}Co , l'équilibre électronique peut être obtenu en entourant les dosimètres avec du polystyrène de 3 mm à 5 mm d'épaisseur ou un matériau polymère équivalent. Le matériau enveloppant forme une sorte de "cavité" et il convient qu'il soit assez épais pour absorber

tous les électrons secondaires générés par la source de rayonnement à l'extérieur de ce matériau avant d'atteindre la "cavité".

A.7 Mesurer et noter l'amplitude du signal RPE de post-irradiation, A , de chaque dosimètre en utilisant le même appareillage qu'en A.4.

Note: La durée de mesurage en post-irradiation peut être spécifiée par le fabricant. Pour les mesures aux niveaux de faible dose absorbée, il convient de déterminer une amplitude de signal RPE de fond sur la base des relevés d'indication à partir du lot de dosimètres utilisé. Ce signal de fond peut, si nécessaire, être soustrait de l'amplitude du signal RPE de chaque dosimètre irradié.

A.8 Si nécessaire, mesurer et noter la masse du matériau sensible au rayonnement pour chaque dosimètre, ou noter la valeur individuelle ou moyenne de masse fournie par le fabricant. Les mesures de masse doivent être raccordables aux étalons nationaux.

A.9 Calculer la réponse de chaque dosimètre, c'est-à-dire, l'amplitude du signal RPE par unité de masse.

A.10 Définir une courbe d'étalonnage ou une fonction de réponse. Utiliser une forme analytique (par exemple: linéaire, polynomiale ou exponentielle) qui corresponde aux données mesurées en utilisant les techniques normalisées d'ajustement de courbe.

Note: L'ajustement linéaire est normalement uniquement approprié pour les domaines de dose restreints. L'ajustement polynomial est habituellement utilisé; auquel cas, il est important de choisir l'ordre polynomial le plus bas qui fournit une bonne correspondance. (L'ordre est égal à la plus grande valeur d'exposant dans l'équation.)

A.11 Examiner la courbe d'étalonnage ou fonction de réponse résultante pour vérifier la correspondance.

Note: Des procédures statistiques normalisées peuvent être utilisées pour éliminer les valeurs isolées.

A.12 Répéter cette procédure d'étalonnage si une valeur s'écarte significativement de la courbe déterminée et si l'élimination de cette valeur conduit à un manque de données pour la définition de la courbe.

A. 13 La courbe d'étalonnage ou fonction de réponse résultante du système dosimétrique est applicable uniquement pour le lot de dosimètres et le spectromètre RPE utilisés dans la procédure d'étalonnage. Un nouvel étalonnage doit être effectué si un changement pouvant altérer l'étalonnage, y compris la réparation du spectromètre RPE, est effectué dans le lot de dosimètres ou dans n'importe quel composant du système dosimétrique.

Annexe B

Procédure d'essai

(Obligatoire)

B.1 Le but de cet essai est d'évaluer la répétabilité et les erreurs maximales de dose absorbée déterminées par le système dosimétrique pour au moins trois niveaux de dose absorbée dans le domaine de fonctionnement en dose absorbée du dosimètre.

B.2 Conformément aux procédures A.2 à A.5, préparer un ensemble de dix dosimètres pour chacun des trois niveaux de dose nécessaires en choisissant les dosimètres de façon aléatoire à partir du même lot duquel les échantillons ont été sélectionnés pour étalonner le système dosimétrique.

B.3 Irradier les ensembles de dosimètres dans une installation d'étalonnage à au moins trois niveaux de dose absorbée dans les zones basse, moyenne et forte du domaine de fonctionnement en dose absorbée spécifié par le fabricant.

Note: Il n'est pas nécessaire que l'installation d'étalonnage soit la même que celle utilisée pour étalonner le système dosimétrique; cependant, il convient qu'elle soit conforme aux exigences de 5.2.1.

B.4 Mesurer la réponse de chaque dosimètre conformément aux procédures A.7 à A.9 et en utilisant le même spectromètre RPE et le système de traitement des données fourni ou spécifié par le fabricant.

B.5 Assigner une valeur de dose absorbée, D , correspondant à chaque réponse mesurée en utilisant la courbe d'étalonnage ou la fonction de réponse du système dosimétrique.

B.6 Déterminer la dose absorbée moyenne, \bar{D} , et l'écart type relatif, σ_r , pour chaque niveau de dose absorbée en utilisant les équations suivantes:

$$\bar{D} = \frac{\sum D_i}{n}$$

$$\sigma = \left[\frac{\sum (D_i - \bar{D})^2}{n - 1} \right]^{\frac{1}{2}}$$

$$\sigma_r = \frac{\sigma}{\bar{D}} \times 100 \%$$

où:

D_i est une valeur individuelle de dose absorbée, et

\bar{D} est la dose absorbée moyenne d'un nombre (n) de dosimètres pour le niveau de dose absorbée.

Note: Des procédures statistiques normalisées peuvent être utilisées pour éliminer les valeurs isolées.

B.7 Les erreurs maximales de \bar{D} et la valeur de σ_r , à chaque niveau de dose absorbée doivent être conformes aux exigences de 5.2.2 et de 5.2.3, respectivement.

Annexe C

Format du rapport d'essai

Le présent *Format du rapport d'essai* présente un format normalisé pour les résultats des divers essais et examens auxquels un modèle (ou type) de système dosimétrique RPE à l'alanine pour le traitement des matériaux et produits par rayonnements ionisants doit être soumis en vue de son approbation. La liste des essais est donnée dans l'Annexe B de la présente Recommandation.

Dans le cas de l'application de la présente Recommandation:

- dans le cadre du *Système de Certificats OIML pour les Instruments de Mesure*, **l'utilisation du présent *Format du rapport d'essai* est obligatoire.**
- dans les réglementations nationales (et dans les autres cas), **le présent *Format du rapport d'essai* a seulement un caractère informatif.** Toutefois, dans ce cas:
 - il est **fortement recommandé** à tous les services de métrologie ou laboratoires évaluant des modèles (ou types) de systèmes dosimétriques RPE à l'alanine pour le traitement des matériaux et produits par rayonnements ionisants conformément aux réglementations nationales basées sur la présente Recommandation d'utiliser le présent *Format du rapport d'essai*, directement ou après traduction en une autre langue que l'anglais ou le français;
 - il est **même encore plus fortement recommandé** que le présent *Format du rapport d'essai* soit utilisé en anglais ou en français (ou dans ces deux langues) chaque fois que les résultats d'essai peuvent être transmis par le pays effectuant ces essais aux autorités d'approbation d'un autre pays, par exemple dans le cadre des accords bi- ou multilatéraux de coopération.

Un rapport d'essai destiné à être utilisé dans le cadre du Système de Certificats OIML et à d'autres fins doit inclure les informations suivantes:

Rapport N°

Recommandation OIML N° Édition (année)

C.1 Nom et adresse du (des) laboratoire(s) d'essai

.....

.....

.....

.....

C.2 Lieu où les essais sont effectués, si différent de celui indiqué en C.1

.....

.....

.....

.....

C.3 Nom et adresse du fabricant du dosimètre

.....
.....
.....

C.4 Nom et adresse du demandeur, si différents de ceux du fabricant du dosimètre

.....
.....
.....

C.5 Identification du (modèle de) dosimètre à l'alanine soumis aux essais

Nom du fabricant:

Désignation du produit:

Numéro du produit:

Numéro de lot:

C.6 Identification du spectromètre RPE utilisé pour les essais

Désignation commerciale (ou nom du fabricant de l'instrument):

Numéro de modèle:

Numéro de série:

Examiner le manuel d'utilisation y compris les instructions d'installation, d'étalonnage et d'utilisation et donner un avis sur la clarté des instructions avec commentaires, si approprié:

Acceptable Insuffisant

Commentaires:

Paramètres de fonctionnement de l'instrument:

Hyperfréquence:

Puissance en hyperfréquence:

Étendue de balayage de champ magnétique:

Durée de balayage de champ magnétique:

Fréquence de modulation:

Amplitude de modulation:

Amplification du récepteur: compensation:

Constante de temps du récepteur:

Commentaires:
.....
.....

C.7 Résumé des résultats des essais d'évaluation de modèle effectués

C.7.1 Conditions de référence des essais

Taux de dose absorbée (Gy/s dans l'eau)
Température ambiante du volume d'irradiation °C
Humidité relative entourant le dosimètre %
Atmosphère entourant le dosimètre:

Commentaires:
.....
.....

C.7.2 Identification de la courbe d'étalonnage ou de la fonction de réponse du système dosimétrique

Domaine de fonctionnement en dose absorbée:
Date et lieu d'étalonnage:

Commentaires:
.....
.....

C.7.3 Erreurs maximales et répétabilité de la dose absorbée mesurée

Niveaux de dose absorbée (valeurs) →	1	2	3
Mesurages ↓			
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
\bar{D}			
σ_r			

Erreur maximale (différence entre la dose absorbée moyenne déterminée par la courbe d'étalonnage ou la fonction de réponse et celle indiquée par l'installation d'étalonnage) pour chaque niveau de dose absorbée:

1 2 3

Succès Échec conformément aux erreurs maximales tolérées.

Commentaires:

Répétabilité pour les niveaux de dose absorbée:

1 2 3

Succès Échec

Commentaires:
.....
.....

C.8 Bref exposé des conclusions indiquant si oui ou non les dosimètres ou le système dosimétrique soumis aux essais sont conformes aux exigences de la présente Recommandation

.....
.....
.....
.....

C.9 Personne(s) responsable(s) des essais

Signature(s) et titre(s)

.....
.....
.....
.....

Date:

