

GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION

**Analyses des radionucléides dans
l'environnement, dans les produits d'origine
animale et les denrées alimentaires destinées à
l'homme ou aux animaux**

LAB GTA 35

Révision 00



SOMMAIRE

1	OBJET DU DOCUMENT	3
2	REFERENCES ET DEFINITIONS	3
2.1	Principales normes et documents techniques	3
2.2	Principaux documents Cofrac.....	4
2.3	Principales définitions.....	4
3	DOMAINE D'APPLICATION	6
4	MODALITES D'APPLICATION	7
5	SYNTHESE DES MODIFICATIONS	7
6	NOMENCLATURE ET EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION	7
7	GUIDES DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS	9
7.1	Revue des demandes, appels d'offres et contrats	9
7.2	Personnel	10
7.3	Installations et conditions ambiantes.....	11
7.4	Méthode d'essai	11
7.4.1	Sélection des méthodes d'essai.....	11
7.4.2	Validation des méthodes d'essai	12
7.4.3	Incertitudes de mesure.....	14
7.4.4	Cas particulier.....	15
7.5	Equipement et traçabilité du mesurage	15
7.6	Prélèvement et échantillonnage.....	16
7.7	Manutention des objets d'essai	17
7.7.1	Transport et conservation des échantillons.....	17
7.8	Assurer la qualité des résultats d'essai.....	18
7.8.1	Consommables.....	18
7.8.2	Contrôles qualité internes	18
7.8.3	Comparaisons interlaboratoires	19
7.9	Rapport sur les résultats.....	20
7.9.1	Rapport d'essai.....	20
7.9.2	Déclarations de conformité	20
7.10	Recommandations spécifiques	20
7.10.1	Activités alpha/bêta globales.....	20
7.10.2	Spectrométrie gamma (liquide, solide, iode).....	21
7.10.3	Tritium ³ H/Carbone ¹⁴ C/air et eau	22
7.10.4	Spectrométrie alpha.....	23
7.10.5	Mesure d'émetteurs bêta par scintillation liquide après séparation chimique	23
8	BIBLIOGRAPHIE	23
	ANNEXE 1	24

1 OBJET DU DOCUMENT

La norme NF EN ISO/CEI 17025 définit les exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages, d'essais et d'analyses.

En ligne avec l'annexe B de la norme NF EN ISO/CEI 17025, le présent Guide Technique d'Accréditation (GTA) fournit des explications aux exigences de ladite norme, présente un état des lieux des bonnes pratiques dans le domaine de la mesure de radioactivité appliquée aux analyses des eaux, des matrices solides, des matrices biologiques, des aérosols, de l'air, des produits d'origine animale, des denrées alimentaires et établit des recommandations résultant de l'application de cette norme aux domaines de compétences recensés au paragraphe 3 de ce document.

Enfin, il contient des informations utiles aux laboratoires dans le cadre de leur démarche d'accréditation, notamment celles relatives à l'expression de la portée d'accréditation et aux règles particulières d'évaluation des laboratoires par le Cofrac.

Ce guide ne se substitue pas aux exigences et/ou aux normes applicables au sein du laboratoire. Les recommandations qu'il contient et que le laboratoire est libre d'appliquer sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document LAB REF 02. Dans tous les cas, il appartient au laboratoire de démontrer que les dispositions qu'il prend permettent de satisfaire pleinement les exigences de la norme citée supra.

2 REFERENCES ET DEFINITIONS

Les termes utilisés dans ce document font appel à des définitions précisées dans la norme NF EN ISO/CEI 17025, dans les textes réglementaires et/ou les normes techniques des domaines concernés.

Les normes citées dans ce document sont celles en vigueur le jour de la parution du guide technique d'accréditation LAB GTA 35.

Il appartient au laboratoire de tenir à jour les normes et les textes régissant les domaines concernés tant sur le plan technique que réglementaire.

2.1 Principales normes et documents techniques

Le présent document s'appuie et se réfère notamment aux documents suivants, dans leur version en vigueur :

- Norme NF EN ISO/CEI 17025 : Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais
- Norme NF EN ISO/CEI 17043 : Évaluation de la conformité - Exigences générales concernant les essais d'aptitude
- FD ISO GUIDE 34 : Exigences générales pour la compétence des producteurs de matériaux de référence
- NF ISO 11929 : Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle de confiance) pour mesurages de rayonnements ionisants - Principes fondamentaux et applications

- NF T 90-210 : Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire
- NF V 03-110 : Analyse des produits agricoles et alimentaires - Protocole de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude
- FD V 03-115 : Analyse des produits agricoles et alimentaires - Guide pour l'utilisation des matériaux de référence
- FD GUIDE ISO/CEI 98-1 : Incertitude de mesure - Partie 1 : introduction à l'expression de l'incertitude de mesure
- NF ISO/CEI GUIDE 98-3 : Incertitude de mesure - Partie 3 : guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM : 1995)
- NF ISO/CEI GUIDE 99 : Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)
- NF ISO 11352 : Qualité de l'eau - Estimation de l'incertitude de mesure basée sur des données de validation et de contrôle qualité
- NF ISO 5725-1 : Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 1 : principes généraux et définitions.
- NF ISO 5725-2 : Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 2 : méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée

2.2 Principaux documents Cofrac

- LAB REF 02 : Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/CEI 17025
- LAB REF 05 : Règlement d'accréditation
- LAB REF 08 : Expression et évaluation des portées d'accréditation
- GEN REF 11 : Règles générales d'utilisation de la marque Cofrac
- LAB GTA 29 : Echantillonnages d'eau et essais physico-chimiques des eaux sur site
- LAB INF 35 : Nomenclature et expression des lignes de portée d'accréditation pour les analyses de radionucléides dans l'environnement, dans les produits d'origine animale et les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux
- LAB GTA 05 : Analyses physico-chimiques des eaux
- LAB GTA 95 : Etalonnage d'instruments de pesage à fonctionnement non-automatique

2.3 Principales définitions

Mesurande : Grandeur que l'on veut mesurer (NF ISO/CEI GUIDE 99).

Exactitude : étroitesse de l'accord entre une valeur mesurée et une valeur vraie d'un mesurande (NF ISO/CEI GUIDE 99).

Justesse : étroitesse de l'accord entre la moyenne d'un nombre infini de valeurs mesurées répétées et une valeur de référence (NF ISO/CEI GUIDE 99).

Fidélité : étroitesse de l'accord entre les indications ou les valeurs mesurées obtenues par des mesurages répétés du même objet ou d'objets similaires dans des conditions spécifiées (NF ISO/CEI GUIDE 99).

Condition de répétabilité : condition de mesurage dans un ensemble de conditions qui comprennent la même procédure de mesure, les mêmes opérateurs, le même système de mesure, les mêmes conditions de fonctionnement et le même lieu, ainsi que des mesurages répétés sur le même objet ou des objets similaires pendant une courte période de temps (NF ISO/CEI GUIDE 99).

Condition de reproductibilité : condition de mesurage dans un ensemble de conditions qui comprennent des lieux, des opérateurs et des systèmes de mesure différents, ainsi que des mesurages répétés sur le même objet ou des objets similaires (NF ISO/CEI GUIDE 99).

Sélectivité : propriété d'un système de mesure, utilisant une procédure de mesure spécifiée, selon laquelle le système fournit des valeurs mesurées pour un ou plusieurs mesurandes, telles que les valeurs de chaque mesurande sont indépendantes des autres mesurandes ou d'autres grandeurs dans le phénomène, le corps ou la substance en cours d'examen (NF ISO/CEI GUIDE 99).

Matériau de référence (MR) : matériau suffisamment homogène et stable en ce qui concerne des propriétés spécifiées, qui a été préparé pour être adapté à son utilisation prévue pour un mesurage ou pour l'examen de propriétés qualitatives (NF ISO/CEI GUIDE 99).

Matériau de référence certifié (MRC) : matériau de référence, accompagné d'une documentation délivrée par un organisme faisant autorité et fournissant une ou plusieurs valeurs de propriétés spécifiées avec les incertitudes et les traçabilités associées, en utilisant des procédures valables (NF ISO/CEI GUIDE 99).

Exemple : échantillon dont le raccordement au SI est réalisé par un laboratoire d'étalonnage accrédité par un organisme signataire de l'accord multilatéral de reconnaissance d'équivalence "étalonnage" d'EA ou d'ILAC. La preuve correspondante est le certificat d'étalonnage sur les résultats comprenant le logotype de l'organisme accréditeur.

Matériaux de référence externes (MRE) : Matériau de référence dont les valeurs de consensus ont été déterminées à la suite d'études interlaboratoires, comme les essais d'inter-comparaisons organisés pour évaluer les performances des laboratoires (FD V 03-115).

Exemple : Echantillons issus de circuits de comparaisons interlaboratoires dont les valeurs de référence ont été estimées. Les durées et les conditions de stockage sont garanties par le fournisseur de l'échantillon.

Matériaux de référence internes (MRI) : Matériau de référence dont les valeurs de référence sont attribuées par l'utilisateur par comparaison aux valeurs certifiées d'un matériau de référence, ou par ajout d'une quantité connue de l'analyte à la matrice exempte de cet analyte (FD V 03-115).

Exemple : échantillon issu de circuits de comparaisons interlaboratoires ou ajout dosé dont la stabilité est garantie par le laboratoire.

Limite de quantification (LQ) : Plus petite concentration ou teneur de l'analyte pouvant être quantifiée, dans les conditions expérimentales décrites de la méthode avec une exactitude définie (NF T 90-210).

Limite de détection (LD) : Plus petite valeur vraie du mesurande qui garantit une probabilité spécifiée qu'il soit détectable par la méthode de mesure (NF ISO 11929).

Seuil de décision (SD) : Valeur de l'estimateur du mesurande telle que, quand le résultat d'une mesure réelle utilisant une procédure de mesure donnée d'un mesurande quantifiant le phénomène physique lui est supérieur, on décide que le phénomène physique est présent (NF ISO 11929).

Rendement de détection : Rapport du nombre de particules détectées au nombre de particules émises par l'échantillon. Le rendement de détection dépend de la nature et de l'énergie du rayonnement ainsi que des caractéristiques du détecteur.

Mouvement propre (ou bruit de fond) : Taux de comptage enregistré en absence d'échantillon.

Temps mort : Temps pendant lequel le détecteur est « aveugle » et ne peut détecter une impulsion qui arrive. Le temps mort, exprimé en pourcentage, se traduit par une perte de comptage due à la non détection d'une fraction des impulsions.

3 DOMAINE D'APPLICATION

Ce guide technique d'accréditation s'adresse aux :

- Laboratoires d'essais accrédités ou candidats à l'accréditation selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour le domaine cité en objet,
- Evalueurs du Cofrac, pour lesquels il constitue une base d'harmonisation pour l'évaluation,
- Membres des instances du Cofrac (Comité de Section Laboratoires, Commission d'Accréditation) pour lesquels il constitue un outil d'aide à la décision,
- Membres de la structure permanente du Cofrac,
- Clients des laboratoires d'essais accrédités sur ce domaine,
- Instances officielles concernées par ce domaine

Les laboratoires candidats à l'accréditation présentent leurs demandes en renseignant un tableau descriptif de la portée souhaitée à partir de la nomenclature des essais présentée au paragraphe 6.

L'accréditation peut être délivrée pour des analyses de radionucléides portant sur :

- Les différents types d'eaux suivants :
 - Eaux douces : eaux destinées à la consommation humaine, eaux de surfaces, eaux souterraines, eaux de pluie,
 - Eaux salines et saumâtres (dont eaux de mer),
 - Eaux de rejet (eaux destinées à être rejetées directement dans l'environnement). La prise en charge de ces échantillons nécessite des précautions au regard des risques potentiels de contamination. Ce type d'eau couvre également les eaux résiduaires.
- Les différents types de matrices solides suivants :
 - Sols,
 - Boues,
 - Sédiments,
 - Sables,
 - Roches.

- Les différents types de matrices biologiques ou bioindicateurs de l'environnement :
 - Faune terrestre et marine,
 - Flore terrestre et marine,
 - Lait.
- Les denrées alimentaires pour le contrôle sanitaire :
 - Solides,
 - Liquides (autres que les eaux destinées à la consommation humaine).
- La qualité de l'air :
 - Aérosols,
 - Gaz.

Ce guide ne couvre pas les échantillons relatifs à des contrôles d'installations (frottis, matériaux de démantèlement, déchets technologiques, jus de décontamination, effluents d'installations destinés au traitement).

4 MODALITES D'APPLICATION

Le présent document entre en vigueur à compter du **1^{er} janvier 2017**.

5 SYNTHESE DES MODIFICATIONS

Il s'agit de la première version du document. Il porte donc l'indice de révision 00 et aucune marque de modification n'est indiquée.

Le présent guide technique d'accréditation annule les programmes d'accréditation n° 135 - révision 03 et n° 99-4 - révision 03.

6 NOMENCLATURE ET EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION

La portée d'accréditation demandée est définie par le laboratoire suivant les principes du document LAB REF 08, à partir des cinq éléments suivants :

1. Objet soumis à l'analyse (matrice),
2. Nature de l'analyse,
3. Principe de la méthode d'analyse,
4. Référence de la méthode,
5. Grandeur mesurée et étendue de la mesure.

Pour répondre à la large étendue des activités des radionucléides présents dans l'environnement (et des grandeurs dérivées ayant pour unité Bq/l, Bq/kg, Bq/m³) ou dans les denrées alimentaires, les portées d'accréditation mentionnent la grandeur, l'unité et la gamme de mesure validée par le laboratoire. Pour chaque méthode mise en œuvre, cette dernière comprend nécessairement une valeur basse et une valeur haute. La valeur basse correspond à la valeur à partir de laquelle le

laboratoire est en mesure de rendre une valeur significative avec une incertitude associée inférieure à 100 % (cf. § 7.4.4). La valeur haute ne peut pas être extrapolée au delà d'une valeur mesurée. La gamme de mesure englobe les valeurs mesurées entre ces deux limites.

NB : Concernant la spectrométrie gamma, la limite haute du domaine peut être exprimée sous la forme d'une limite sur le temps mort. Parallèlement, étant donnée la variabilité des limites basses en spectrométrie gamma, une valeur typique peut être mentionnée à titre d'exemple dans la portée pour un radionucléide d'intérêt et une raie comprise dans la gamme d'énergie revendiquée (exemple : césium-137 à 662 keV, américium-241 à 60 keV, ...).

Le seuil de décision et la limite de détection sont explicités dans le dossier de validation de la méthode (voir aussi § 7.4.2).

Toute demande de modification de la gamme de mesure définie dans la portée d'accréditation pour une prestation donnée fait l'objet d'une demande d'extension d'accréditation auprès du Cofrac.

Si les résultats sont exprimés en concentration volumique (ex : ICP/MS), les valeurs de la gamme sont exprimées par rapport à la limite de quantification. Il convient dans ce cas d'exprimer dans le dossier de validation de la méthode les concentrations volumiques en activités volumiques à partir de l'activité spécifique (correspondance gramme - Becquerel) de chaque radioélément.

Dans le domaine de l'analyse des aérosols, lorsque le laboratoire ne réalise pas lui-même le prélèvement sous accréditation, les résultats sont exprimés en Becquerel par échantillon (par filtre par exemple).

Pour les analyses d'air et d'aérosol le résultat ne peut être exprimé en Bq/m³ si le prélèvement n'est pas lui-même réalisé sous accréditation.

Dans le cadre du contrôle sanitaire de la qualité radiologique des eaux destinées à la consommation humaine, des accréditations peuvent être délivrées pour le calcul, issu des résultats d'analyse des eaux, des indicateurs suivants :

Paramètres	Unités
Activité volumique β globale résiduelle	Bq/l
Dose Indicative (DI)	mSv/an

Les calculs permettant de déterminer ces paramètres sont explicités dans l'annexe 1 du présent document.

Pour établir sa portée, le laboratoire se reporte aux tableaux qui listent les différents types d'analyses les plus couramment rencontrés et pratiqués dans le cadre des analyses des radionucléides dans l'environnement, dans les produits d'animaux et dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux présentés dans le document LAB INF 35 (liste non exhaustive).

Le laboratoire désirant une accréditation sur toute autre analyse non mentionnée dans le document précité et entrant dans le champ d'application de ce guide prend contact avec le Cofrac. En effet, des essais non présentés dans cette nomenclature, mais pour lesquels l'objet soumis à analyse, les

principes techniques et les compétences mises en œuvre peuvent être considérés comme de même nature, peuvent faire l'objet d'une accréditation.

A ce jour l'expression des portées est exclusivement décrite sous les types A1 (fixe) et A2 (flexible standard) (cf. document LAB REF 08) :

Type A1

La compétence du laboratoire n'est reconnue que pour des essais correspondant à un protocole de mesure figé. En cas de modification de ce protocole, le laboratoire n'est pas autorisé à rendre les résultats sous accréditation sans évaluation et accord préalable du Cofrac.

Conformément au document LAB REF 08 et sur demande du laboratoire, il est possible de ne pas faire figurer les indices de révision des méthodes internes dans les annexes techniques si les critères décrits dans ce document et évalués sur site sont correctement respectés.

Type A2

Ce type de portée A2 est particulièrement adapté pour les laboratoires qui pratiquent des méthodes reconnues (exemple : texte normatif) susceptibles d'être fréquemment révisées et qui souhaitent avoir la possibilité, entre deux évaluations sur site du Cofrac, d'utiliser leur accréditation sur les révisions successives de ces méthodes, dès lors que les révisions n'impliquent pas la mise en œuvre de nouvelles compétences (nouvel objet, nouvelle caractéristique, nouveau principe de mesure, etc). La définition des méthodes reconnues étant précisée dans le document LAB REF 08.

Lors de l'évolution des méthodes reconnues citées en référence dans la portée d'accréditation, à la suite de nouvelles éditions ou révisions, le laboratoire mettra en application la nouvelle version selon les modalités qu'il aura définies dans son système de management de la qualité et ce dans un délai de 6 mois à compter de la date de parution de la nouvelle version. Si la révision de la méthode reconnue implique une nouvelle compétence, le laboratoire doit se soumettre à une évaluation du Cofrac avant de pouvoir revendiquer l'application de la méthode révisée sous accréditation.

7 GUIDES DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS

7.1 Revue des demandes, appels d'offres et contrats

NF EN ISO/CEI 17025 § 4.4

La norme NF EN ISO/CEI 17025 stipule notamment que le laboratoire doit établir et maintenir des procédures pour la revue de demande et de contrat. Ces dernières doivent au moins assurer que les exigences implicites et explicites, y compris les méthodes, sont adéquatement définies, documentées et comprises, que la méthode d'essai appropriée est choisie et qu'elle est capable de répondre aux exigences des clients.

La revue de contrat prend notamment en compte le mode de conditionnement, les volumes d'échantillons à fournir ainsi que les conditions d'acheminement et de conservation des échantillons. Il convient que les échantillons parviennent au laboratoire dans des conditions préservant leurs propriétés intrinsèques et dans les quantités nécessaires aux essais. Les critères d'acceptation des échantillons tels que le volume, la température, la durée de transport et l'intégrité (etc.) sont définis et communiqués au client.

Il convient que le laboratoire définisse des dispositions concernant la prise en charge d'échantillons dont les caractéristiques à réception sont différentes des spécifications ou des critères d'acceptation définis.

Par ailleurs, lors de la revue de contrat, le laboratoire précise :

- Les méthodes de mesure mises en œuvre. Pour l'analyse de l'indice de radioactivité alpha et bêta global les radionucléides d'équivalence utilisés sont précisés (cf. § 7.10.1),
- Les choix retenus pour l'élaboration des résultats, i.e, le facteur d'élargissement pour l'expression de l'incertitude élargie, les risques alpha et bêta première et seconde espèce pour les seuils de décision et les limites de détection.

Le laboratoire s'assure qu'il est en mesure d'atteindre les performances requises en vérifiant que la limite de détection est inférieure à l'exigence du client (limite réglementaire par exemple) sauf dans le cas particulier où l'exigence du client est exprimée sous la forme d'un seuil de décision attendu.

Si le laboratoire recourt à des limites déclaratives, il convient que les règles d'expression des résultats soient précisées dans les contrats.

7.2 Personnel

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.2
LAB REF 02 § 9.1

Il revient au laboratoire de définir les procédures de formation et d'habilitation du personnel participant aux essais (personnel d'encadrement ou personnel technique, le cas échéant). Il convient que le processus d'habilitation couvre l'ensemble du processus d'obtention des résultats, i.e, de l'étalonnage des équipements d'analyse à la validation des rapports d'essais. Le cas échéant, le processus d'habilitation inclura l'étape de prélèvement.

Le laboratoire choisit ses critères d'habilitation et argumente ses choix pour apporter la preuve de leur pertinence.

Le processus d'habilitation peut s'appuyer sur :

- Des essais en double avec un référent,
- L'utilisation de matériaux de référence issus :
 - d'échantillons naturels dopés,
 - d'échantillons issus d'essais interlaboratoires.

La pertinence est appréciée en termes de représentativité et du nombre des essais choisis (blancs, variation du type de matrice...) mais également en fonction de la difficulté de mise en œuvre de la méthode, de l'activité du laboratoire et de la formation ou de l'expérience déjà acquise par la personne en formation. Les critères d'habilitation sont définis, autant que possible, en termes quantitatifs.

Il n'est pas imposé d'habiliter une personne pour l'ensemble d'une méthode. Le processus d'habilitation peut couvrir tout ou partie des étapes d'une méthode d'analyse (habilitation partielle).

La compétence de chaque personnel habilité est vérifiée et actée à une fréquence et selon des critères définis (maintien des compétences). En outre, il convient que le laboratoire prévoie de confirmer l'habilitation d'un personnel à une tâche après une certaine période sans réalisation de cette dernière.

Le laboratoire assure la traçabilité de l'ensemble du processus d'habilitation initiale (opérations d'observations, pratique sous contrôle, essais de validation) et de revue des compétences.

En évaluation, les compétences des analystes peuvent notamment être appréciées au travers des enregistrements et de la réalisation de tout ou partie d'une prestation analytique.

Les responsabilités relatives aux aspects métrologiques (gestion des étalons, étalonnages, vérification internes) sont définies et attribuées.

7.3 Installations et conditions ambiantes

NF EN ISO/CEI 17025 §5.3

Le local où sont stockés et préparés les échantillons est séparé physiquement du local où sont placés les appareils de mesure. Le laboratoire prévoit par ailleurs des dispositions afin de démontrer sa maîtrise des interférences dues à la radioactivité naturelle. Il est ainsi recommandé que tout risque d'interférence lié à l'environnement du laboratoire soit évalué et fasse l'objet d'un suivi éventuel (influence du radon et de ses descendants, activité ou process contiguë pouvant avoir un impact sur les mesures).

Le laboratoire s'assure à l'arrivée des échantillons que ces derniers ne sont pas susceptibles d'engendrer une contamination du laboratoire voire d'autres échantillons.

L'utilisation de sources non scellées pour la fabrication d'étalons secondaires, pour des ajouts dosés ou pour le dopage de prises d'échantillons, est réalisé selon des dispositions et/ou dans des lieux définis et compatibles avec leur niveau d'activité respectif.

Le laboratoire s'assure que les conditions atmosphériques des locaux de mesure respectent les recommandations des constructeurs d'appareils.

En l'absence de suivi des conditions ambiantes, il appartient au laboratoire de documenter et de justifier ce choix.

7.4 Méthode d'essai

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.4

LAB REF 02 § 9.2

7.4.1 Sélection des méthodes d'essai

Il est fortement recommandé de mettre en œuvre les méthodes normalisées (AFNOR, CEN, ISO...). Cependant, conformément au document LAB REF 08, les laboratoires ont la possibilité d'appliquer des méthodes internes (généralement basées sur des normes). Le recours à des méthodes internes est réalisé en accord avec le client et/ou avec la réglementation (santé, environnement, alimentaire) lorsque applicable.

Pour toute adaptation d'une norme ainsi que pour une utilisation systématique hors du champ d'application défini dans celle-ci, la méthode est considérée comme « interne ». Une expertise documentaire sur la base d'un dossier technique peut être exigé au préalable afin que le Cofrac puisse se prononcer sur la recevabilité de la demande d'accréditation au regard des exigences de l'accréditation.

Le cas échéant il est fait mention du terme « méthode interne adaptée de » dans la portée d'accréditation du laboratoire incluant la référence du mode opératoire et la référence de la méthode de référence (ou reconnue).

Dans les portées d'accréditation, le terme « méthode interne » seul est utilisé dans le cas de méthodes non reconnues et développées par le laboratoire.

Avant tout choix de méthode, le laboratoire s'assure que le produit soumis à l'analyse est compris dans le domaine d'application de la méthode et, si besoin, précise dans le rapport d'analyse les conditions particulières appliquées au traitement de cet échantillon (étape de filtration par exemple).

7.4.2 Validation des méthodes d'essai

Le laboratoire démontre que les performances de la méthode choisie sont en accord avec les exigences fixées (réglementaires, client, ...) en termes de limite de détection, de seuil de décision et d'incertitude notamment. Pour ce faire, le laboratoire peut s'appuyer sur :

- La norme NF T 90-210 d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire,
- La norme NF V03-110 de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude pour l'Analyse des produits agricoles et alimentaires,
- La norme NF ISO 5725-2 concernant la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.

Le laboratoire peut utiliser toute autre méthode pour la validation initiale des performances de ses méthodes dans la mesure où elle répond aux objectifs visés par la validation.

Le laboratoire ne mettra en œuvre des méthodes pour le client que si elles sont validées et maîtrisées. La « validation » est la confirmation par l'apport de preuves objectives que les exigences particulières en vue d'une utilisation prévue déterminée sont remplies.

En termes de « maîtrise de la méthode », on distingue :

- La confirmation des performances des méthodes normalisées (à renouveler si nécessaire (étude d'impact) lors de la révision du texte normatif),
- La validation des méthodes internes (issues d'une adaptation des normes d'essais ou de textes reconnus ou de développements du laboratoire).

Les méthodes normalisées et les textes reconnus sont a priori validés dans leur domaine d'application. Toutefois, il appartient au laboratoire de confirmer qu'il est en mesure de les appliquer de façon maîtrisée (confirmation des performances analytiques, i.e, seuils de décision et limites de détection, délimitation du domaine d'application, tests de justesse, etc) avant de les proposer aux clients.

Un dossier de confirmation ou de validation peut être construit de la façon suivante :

- 1) Finalité, domaine d'application et performances attendues de la méthode,
- 2) Mode opératoire de confirmation / validation, incluant les caractéristiques de la méthode à évaluer (cf. tableau ci-dessous), le plan d'expérience, les règles statistiques utilisées en vue de déterminer les caractéristiques de la méthode et conclure sur sa validité,
- 3) L'ensemble des résultats produits dont des résultats des essais interlaboratoires, de comparaison avec une autre méthode (le cas échéant) avec les éléments de traçabilité associés,
- 4) Une conclusion sur l'aptitude à l'emploi de la méthode dans un domaine d'application et suivant des performances définies.

Différentes caractéristiques peuvent être déterminées pour évaluer les performances d'une méthode suivant que la méthode mise en œuvre par le laboratoire est issue :

- D'une adaptation ou d'un développement du laboratoire voire de l'application hors du champ d'application prévu d'une méthode normalisée (cas 1),
- De la stricte mise en application d'une méthode normalisée (cas 2).

Ces caractéristiques sont rassemblées dans le tableau ci-dessous suivant les cas :

Plan	Méthode interne développée ou adaptée (cas 1)	Méthode reconnue utilisée dans son domaine d'application (cas 2)
Répétabilité	Oui	Non
Reproductibilité	Oui	Non
Linéarité *	Oui	Oui
Seuil de décision (SD)	Oui	Oui
Limité de détection (LD)	Oui	Oui
Limite de quantification (LQ) *	Oui	Oui
Justesse	Oui	Oui
Gamme de mesure	Oui	Oui
Spécificité ou sélectivité	Oui	Non
Incertitudes	Oui	Oui

* : Dans le cas d'une analyse chimique (exemple : mesure de l'uranium pondéral par ICP/MS)

Pour la mise en œuvre de méthodes reconnues, la justesse de la méthode peut être confirmée via :

- L'analyse d'un ou plusieurs matériau(x) de référence certifié(s), échantillon(s) naturel(s) dopé(s) à un niveau suffisant pour avoir une incertitude associée limitée (de l'ordre de 10 %),
et/ou
- La réalisation d'un essai interlaboratoires.

Dans le domaine des analyses de radionucléides, la norme NF ISO 11929 permet la détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection) pour les mesurages de rayonnements ionisants. Cette norme intègre dans le calcul de la LD, en plus de la statistique de comptage, toutes les composantes de l'incertitude. Sa prise en compte est recommandée. Toutefois, le laboratoire est libre d'utiliser tout référentiel à sa disposition autre que cette norme pour le calcul des limites caractéristiques si ce dernier s'inscrit dans l'état de l'art des connaissances sur le domaine de la mesure de radioactivité et qu'il lui permet de répondre à l'objectif de performance à atteindre ainsi qu'aux exigences du client.

Sauf spécification particulière du client, les seuils de décision et les limites de détection sont calculés pour un risque alpha et bêta première et deuxième espèce de 2,5 %.

Dans le cas d'une analyse chimique, la valeur caractéristique est la limite de quantification (en quantité de matière par unité de grandeur). L'activité spécifique du radionucléide (correspondance gramme et Bq) permet d'obtenir une valeur en becquerel.

Outre les caractéristiques ci-dessus mentionnées, la prise en compte des phénomènes dits d'autoabsorption (mesures alpha globale) ou d'auto-atténuation, de coïncidences (spectrométrie gamma) fait partie intégrante du dossier de confirmation/validation de la méthode (cf. § 7.10).

7.4.3 Incertitudes de mesure

Toute demande d'analyse présentée à l'accréditation fait l'objet d'une estimation d'incertitude finalisée en prenant en compte l'ensemble de facteurs d'influence. Les incertitudes déterminées peuvent, le cas échéant, satisfaire une exigence ou une limite client (réglementaire par exemple).

Conformément au document LAB REF 02 concernant l'évaluation des incertitudes de mesure, les laboratoires étudieront a minima le processus de prélèvement (si le laboratoire est en charge du prélèvement) et d'analyse afin de déterminer les facteurs qui influencent le résultat. Ceci permet d'identifier les sources d'incertitudes et d'établir un plan d'action précisant les étapes mises en œuvre pour déterminer les incertitudes de mesure.

Pour la détermination des incertitudes de mesure, les laboratoires sont notamment invités à consulter les documents suivants :

- Le guide FD GUIDE ISO/CEI 98-1 : Incertitude de mesure - Partie 1 : introduction à l'expression de l'incertitude de mesure
- Le guide NF ISO/CEI GUIDE 98-3 : Incertitude de mesure - Partie 3 : guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM : 1995)
- La norme NF ISO 11929 concernant « la détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle de confiance) pour mesurages de rayonnements ionisants - Principes fondamentaux et applications »
- La norme NF ISO 11352 « Qualité de l'eau - Estimation de l'incertitude de mesure basée sur des données de validation et de contrôle qualité »

L'évaluation des incertitudes peut être complétée par l'exploitation des données déjà acquises (approche via les résultats des comparaisons interlaboratoires, dans des conditions de fidélité intermédiaire, avec une prise en compte du biais, des contrôles qualité internes par exemple).

7.4.4 Cas particulier

Lorsque le résultat de la mesure fait état d'une activité A significative et que l'incertitude élargie est supérieure à 100 %, il est attendu de mettre en œuvre l'une ou l'autre des dispositions suivantes :

- a) Réaliser un nouveau comptage de l'échantillon en faisant varier les paramètres permettant d'améliorer la statistique de comptage et en particulier en augmentant la prise d'essai et/ou le temps de comptage,
- b) Consolider la valeur du bruit de fond (répétition des comptages, augmentation de la durée de comptage...),
- c) Rendre le résultat sous la forme d'un intervalle de confiance non centré comme proposé par la norme NF ISO 11929,
- d) Rendre le résultat sous la forme $\leq LD$ si et seulement si $A \leq LD$.

Lorsque le laboratoire utilise la notion de limite déclarative pour l'expression de ses résultats d'analyse, il convient de s'assurer que la limite de détection est inférieure à cette limite.

7.5 Équipement et traçabilité du mesurage

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.5

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.6

LAB REF 02 § 9.3

Chaque équipement nécessite d'être étiqueté avec son statut d'étalonnage et identifié de manière unique. Il fait l'objet d'un dossier matériel avec son logiciel correspondant. Ce dossier comprend idéalement, la fiche descriptive, la fiche de vie et les fiches des interventions de l'équipement.

Les équipements de mesure critiques font l'objet d'un raccordement métrologique conformément aux dispositions décrites dans la norme NF EN ISO/CEI 17025 et le document LAB REF 02. Les besoins métrologiques liés à l'étalonnage sont en cohérence avec l'incertitude visée pour la méthode d'analyse.

Les opérations d'étalonnage et de vérification de ces équipements critiques font l'objet de dispositions documentées et planifiées.

Appareils de comptages et analyseurs :

Les appareils de comptage sont raccordés au SI à partir de sources fournies par un laboratoire primaire ou accrédité. La preuve du raccordement est le rapport sur les résultats (certificats d'étalonnage, constats de vérification,...) émanant d'un laboratoire national de métrologie signataire de l'arrangement de reconnaissance mutuelle (MRA) ou d'un laboratoire d'étalonnage accrédité par un organisme signataire de l'accord multilatéral de reconnaissance d'équivalence "étalonnage" d'EA ou d'ILAC.

Chaque fois que cela est possible, les matrices des sources d'étalonnage utilisées ont des caractéristiques similaires à celle des échantillons analysés.

Le laboratoire privilégiera les étalonnages en géométrie (même contenant, même remplissage, même matrice).

NB : Les laboratoires peuvent recourir à l'utilisation de centreurs d'échantillons (durant l'étalonnage et durant les analyses).

Si d'autres méthodes d'étalonnage sont utilisées il convient que ces dernières soient justifiées, documentées et validées pour prendre en compte les corrections nécessaires.

En l'absence de matériaux de référence certifiés (MRC) adaptés, le laboratoire peut recourir à des matériaux de référence internes (MRI) ou à des matériaux issus d'essais d'intercomparaison (MRE) pour valider son processus d'étalonnage. Un dossier de validation est dans ce cas établi. C'est notamment le cas d'appareils fonctionnant selon les principes suivants : ICP/MS ou AES, SAA, chromatographie, spectrofluorimétrie.

Par ailleurs, le laboratoire suivra certaines préconisations pour :

- Les instruments volumétriques à piston (micropipettes, dispensette) : un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux d'EA Etalonnage) permet d'assurer un raccordement au SI. Un raccordement interne au SI par pesée suivant une procédure détaillée est également recevable. De plus, une vérification régulière de ce matériel est fortement recommandée (niveau de risque à évaluer par le laboratoire en fonction de son utilisation).
- La verrerie jaugée de classe A (fioles, pipettes) : un contrôle métrologique n'est pas nécessaire mais peut être envisagé en cas de dérive analytique.
- Les chambres froides et réfrigérateurs : la température des enceintes de stockage fait l'objet d'un contrôle. Il est recommandé de réaliser une cartographie des chambres froides et des réfrigérateurs avant la première utilisation et de suivre la température à l'aide d'un thermomètre raccordé au SI (relevé mini/maxi suffisant).
- Etuves et fours : lorsqu'une norme définit une température avec une tolérance, il appartient au laboratoire d'apporter la preuve du respect de cette température (raccordement au SI) dans l'ensemble du volume utilisé de l'enceinte (cartographie).
- Balances : un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux d'EA Etalonnage) permet d'assurer un raccordement au SI. Le guide technique d'accréditation LAB GTA 95 « Etalonnage d'instruments de pesage à fonctionnement non-automatique » précise les exigences spécifiques relatives à l'étalonnage des instruments de pesage à fonctionnement non-automatique. Ce document peut servir de guide aux laboratoires pour mettre en place une procédure adaptée à leur utilisation. Le laboratoire, en faisant son bilan d'incertitude suivant le modèle proposé dans ce guide, met en évidence les paramètres influents et adapte sa procédure de contrôle.

7.6 Prélèvement et échantillonnage

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.7

Lorsque le laboratoire réalise lui-même les prélèvements d'eau, d'aérosols ou d'air, il peut demander à être évalué et accrédité pour cette activité.

Lorsque le laboratoire n'est pas accrédité pour cette activité ou lorsque le prélèvement n'a pas été effectué par le laboratoire, ce dernier s'assure des bonnes conditions de conservation et de transport de l'échantillon (information du client des recommandations pour le prélèvement et des conditions d'acheminement des échantillons, ...) (cf. § 7.7).

Lorsque le rapport sur les résultats ne couvre pas la prestation de prélèvement, il ne doit subsister aucune ambiguïté pour le client sur ce qui est effectivement couvert par l'accréditation (cf. document GEN REF 11). En outre, les rapports sur les résultats comportent toute réserve, quant à l'état de l'échantillon à réception au laboratoire par rapport à des critères susceptibles d'influencer les résultats.

7.7 Manutention des objets d'essai

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.8

7.7.1 *Transport et conservation des échantillons*

Conformément au document LAB REF 02, les responsabilités relatives au transport des échantillons sont convenues entre le laboratoire d'analyse et son client (donneur d'ordre ou autre laboratoire). Le prélèvement des objets soumis à essais peut être réalisé par le client ou une tierce partie.

Idéalement, l'entrepreneur principal « responsable de la prestation » assume la responsabilité des conditions d'acheminement des échantillons (conditions garantissant leur intégrité préconisées par la méthode utilisée dans le cadre de l'analyse en laboratoire). En outre, dans le cas d'un transport réfrigéré, il s'assure que les températures des enceintes au départ, à chaque reconditionnement et à l'arrivée à l'organisme réalisant les analyses sont conformes aux exigences normatives et/ou réglementaires.

Cas où l'organisme réalisant le prélèvement n'est pas l'entrepreneur principal :

Lorsque l'entrepreneur principal est le laboratoire d'analyse et dans la mesure où le conditionnement et les conditions de transport ont été précisés dans le contrat avec l'organisme préleveur, les responsabilités relatives au transport peuvent être assumées par l'organisme préleveur.

Afin de garantir la qualité du conditionnement des échantillons (contenant et produit ajouté), le laboratoire d'analyse peut fournir à l'organisme réalisant le prélèvement, les consommables dits « critiques » ayant préalablement été contrôlés par ses soins (filtres, flacons, acides, fixateurs, eau de dilution ou de barbotage, etc).

Dans le cas où les consommables utilisés pour le prélèvement sont gérés par l'organisme préleveur, il convient, dans le cadre de la gestion du niveau des blancs vis-à-vis des résultats, que le laboratoire d'analyse dispose des données de qualité des lots des consommables utilisés via :

- le contrôle des blancs (flaconnage, filtre, réactif) à partir des consommables transmis par l'organisme préleveur à chaque nouveau lot,
- les valeurs de blanc transmises par l'organisme préleveur à chaque nouveau lot.

Dans tous les cas, le laboratoire d'analyse vérifie que les conditions de transport et le conditionnement (abri de la lumière, température et délai entre le prélèvement et la mise en analyse) sont conformes aux exigences normatives ou aux recommandations précisées lors de la revue de contrat.

L'organisme réalisant l'échantillonnage des eaux identifie sur une fiche terrain les informations spécifiques liées à l'échantillonnage.

Si l'échantillon reçu ne satisfait pas aux critères définis, il revient à l'entrepreneur principal d'analyser les écarts rencontrés, conformément à ses dispositions de travaux non conformes, et de poursuivre ou non les travaux suivant l'impact et l'exploitabilité du résultat après avoir reçu l'accord du client. Dans une telle situation, et si le résultat reste exploitable, il peut être rendu sous couvert de l'accréditation, en spécifiant l'écart et les éventuelles réserves que le laboratoire pourra juger nécessaire d'ajouter sur le rapport dans la mesure où cela est utile pour son interprétation. Une dérogation permanente aux critères définis ci-dessus n'est pas acceptable.

7.8 Assurer la qualité des résultats d'essai

NF EN ISO/CEI 17025 § 4.6 et 5.9
LAB REF 02 § 9.5

Le laboratoire dispose de procédures de maîtrise de la qualité pour s'assurer de la validité des essais réalisés.

7.8.1 *Consommables*

Il convient que les consommables (coupelles, filtres, flacons, etc) utilisés soient compatibles avec les essais réalisés et n'entraînent pas d'interférence ou de contamination. Il appartient au laboratoire d'identifier les consommables dits critiques (ayant un impact potentiel sur les résultats d'essais) et de s'assurer par des contrôles (recommandé à chaque nouveau lot), de leur conformité vis-à-vis des méthodes d'essais mises en œuvre en fonction des exigences établies et des critères d'acceptation définis a priori. Un contrôle par échantillonnage à partir du lot est possible. La méthode d'échantillonnage sera dans ce cas adaptée.

Pour les consommables incluant les produits conditionnés susceptibles d'avoir un impact sur les résultats, le laboratoire prendra des dispositions après ouverture du conditionnement afin de s'assurer de la stabilité du produit. Un délai d'utilisation est précisé.

7.8.2 *Contrôles qualité internes*

Afin de vérifier la performance des équipements (en termes de SD, LD et LQ notamment) et la robustesse des processus analytiques définis, le laboratoire décrit et met en œuvre des contrôles qualité internes.

La fréquence de mise en œuvre de ces contrôles est définie en cohérence avec le niveau d'activité (nombre d'échantillons traités) du laboratoire sur chacun des équipements et des méthodes utilisées. A ces contrôles réguliers peuvent s'ajouter des contrôles supplémentaires comme ceux liés aux modifications apportées aux équipements y compris le changement des consommables qui y sont associés (lors du changement de bouteille de gaz pour des compteurs proportionnel par exemple) et ceux associés à des risques éventuels de pollution inter échantillons.

Pour les appareils de comptage (alpha/bêta, compteurs bêta à scintillation liquide) ces contrôles internes peuvent inclure de façon non exhaustive :

- Un contrôle du bruit de fond (ou mouvement propre),
- Un contrôle de l'efficacité de détection (ou rendement de détection) afin d'évaluer les tendances ou dérives,
- Un contrôle du facteur d'affaiblissement lumineux (pour la scintillation liquide).

En plus des contrôles ci-dessus mentionnés, le contrôle des analyseurs (spectrométrie gamma, spectrométrie alpha) peut inclure :

- Un contrôle en énergie,
- Un contrôle de la résolution.

Pour les méthodes d'analyses chimiques, le laboratoire vérifie selon une fréquence adaptée :

- Le niveau des blancs analytiques (blanc matrice),
- Le niveau des blancs instrumentaux,
- Un contrôle de l'étalonnage réalisé quotidiennement ou à chaque série par le passage d'un point à la LQ (via la gamme d'étalonnage) ou par un contrôle au niveau de la LQ lorsque l'étalonnage est réalisé à des fréquences moins rapprochées,
- Un contrôle de la dérive en cours et en fin de série par ré-analyse d'un point de la gamme d'étalonnage ou par l'analyse d'un point de contrôle indépendant,
- Un contrôle de l'absence de la dérive de la méthode via des MRC (adaptés en niveau de concentration et matrice), des MRI ou des MRE.

Une carte de contrôle pourra être mise en œuvre pour l'enregistrement et le suivi de ces contrôles qualité internes. Il appartient au laboratoire d'associer des critères d'acceptation à ces contrôles et de définir les dispositions à mettre en œuvre en cas de dépassement.

7.8.3 Comparaisons interlaboratoires

Conformément à la politique ad hoc présentée dans le document LAB REF 02, sauf exigences réglementaires particulières, les laboratoires accrédités doivent, lorsqu'elles existent et sont appropriées, participer aux comparaisons interlaboratoires pour démontrer leur compétence et assurer la qualité de leurs résultats en privilégiant les comparaisons organisées par des organismes accrédités suivant la norme NF EN ISO/CEI 17043.

Les laboratoires accrédités doivent établir un plan de participation aux comparaisons interlaboratoires en déterminant les circuits représentatifs de leur portée d'accréditation et la fréquence, découlant d'une analyse et d'une revue régulière de ses besoins.

A titre d'exemple, les organismes suivants proposent, à la date de parution du présent guide, des circuits de comparaison dans le domaine de la radioactivité : IRSN (Institut de Radioprotection et de Sécurité Nucléaire), AIEA (International Atomic Energy Agency), NPL (National Physical Laboratory), BfS (Federal Office for Radiation Protection), CETAMA (Commission d'Établissement des Méthodes d'Analyse), Aquacheck, IARMA (International Atomic Reference Material Agency), LNHB (Laboratoire National Henri Becquerel) (etc).

L'exploitation des résultats obtenus est réalisée conformément à la politique du Cofrac en matière de comparaisons interlaboratoires définie dans le document LAB REF 02.

Lorsqu'aucun programme de comparaison n'existe, il appartient au laboratoire, pour assurer la cohérence de ses résultats, d'utiliser tous les moyens à sa disposition pour garantir la justesse des résultats obtenus (utilisation régulière de matériaux de référence, comparaison des résultats avec ceux d'autres laboratoires, comparaisons des résultats avec ceux obtenus par des méthodes équivalentes).

Pour ses méthodes, le laboratoire suit périodiquement les tendances sur une carte de contrôle.

Il appartient au laboratoire d'associer des critères d'acceptation à l'ensemble des contrôles qualité évoqués ci-dessus.

7.9 Rapport sur les résultats

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.10

7.9.1 Rapport d'essai

Les risques alpha et bêta première et seconde espèce choisis pour le calcul des seuils de décision et des limites de détection sont précisés dans le rapport sur les résultats.

Tout résultat nécessite d'être exprimé avec son incertitude associée sauf si ce résultat est inférieur ou égal au seuil de décision (ou limites de détection).

Il est nécessaire que le rapport inclut la date à laquelle l'activité est exprimée.

Si le laboratoire recourt à des limites déclaratives, il convient que les règles d'expression des résultats soient précisées dans les rapports d'essais.

NB : A ce jour, dans le cadre du réseau national de mesures de la radioactivité de l'environnement, les résultats sont exprimés par rapport au seuil de décision.

7.9.2 Déclarations de conformité

Les déclarations de conformité portant sur des analyses réalisées sous couvert de l'accréditation font partie intégrante du rapport et sont couvertes par l'accréditation.

Les textes réglementaires sur lesquels s'appuie le laboratoire pour l'émission des déclarations de conformité sont clairement mentionnés dans le rapport.

Le laboratoire précisera en outre s'il a tenu compte ou non de ses incertitudes de mesure pour établir sa déclaration de conformité, conformément à la politique ad hoc présentée dans le document LAB REF 02.

7.10 Recommandations spécifiques

7.10.1 Activités alpha/bêta globales

Quelle que soit la matrice considérée (liquide, filtre aérosol, solide), il convient que le radionucléide d'équivalence soit précisé dans le mode opératoire (cf § 7.1).

Pour la mesure d'activité alpha globale une évaluation des phénomènes d'auto-absorption par le laboratoire est attendue. La méthode la plus répandue consiste à établir une courbe de correction de l'auto-absorption fonction de la masse de résidu sec obtenu par évaporation. Lorsque le laboratoire prend en charge des échantillons d'eau de composition inconnue, il est possible de recourir à la méthode des ajouts dosés pour la mesure de l'activité alpha globale.

Concernant l'activité bêta globale, la correction ou l'absence de correction liée à la charge saline des eaux mesurées fait l'objet d'une justification via le dossier de validation de la méthode. Pour une analyse réalisée sans correction, il convient que le laboratoire définisse la charge saline admissible du dépôt.

Pour l'analyse de filtre aérosol, le recours à une correction des phénomènes d'auto-absorption est spécifié dans le mode opératoire de la méthode.

Dans le cadre de la détermination de l'activité alpha globale de filtres de prélèvement d'aérosols, il est fortement recommandé que le laboratoire définisse les conditions de la mesure et de l'étalonnage en justifiant ses choix dans le dossier de validation ainsi que l'équivalence retenue. Il est rappelé que les paramètres suivants : filtre, taille aérosols, vitesse de filtration, empoussièrement ont une influence sur la mesure.

Pour la mesure des activités alpha/bêta globales sur filtres, le laboratoire peut s'affranchir des interférences dues à la radioactivité naturelle par un recomptage plusieurs jours après le prélèvement. Il convient que ce point soit clairement indiqué dans le rapport d'essai.

7.10.2 Spectrométrie gamma (liquide, solide, iode)

Concernant la mesure d'échantillons liquides, il convient de maîtriser l'homogénéité de l'échantillon et, principalement, les risques de décantation ou de présence de surnageant.

Pour les échantillons solides, le laboratoire s'assure de l'homogénéité des échantillons par la mise en œuvre de procédures de broyage et de tamisage conformes aux normes de préparation.

Raccordement au SI et auto-atténuation :

Concernant la spectrométrie gamma, il est nécessaire que la limite haute de la gamme de mesure demandée garantisse la linéarité du domaine sur la base par exemple d'une valeur de temps mort acceptable (exemple : 10 %). Ce point est abordé dans le dossier de validation de la méthode.

Le laboratoire peut recourir à des étalonnages faisant appel à une modélisation de type Monte Carlo. Le cas échéant, il convient que cet étalonnage soit validé par l'utilisation de matériaux de référence certifiés (MRC) ou assimilés (MRE). Cette validation couvre l'ensemble des matrices représentatives analysées par le laboratoire et l'ensemble du domaine d'énergie revendiqué dans la portée d'accréditation.

La validation des courbes de rendement d'absorption totale par des MRC ou assimilés garantit la fiabilité du raccordement.

Le personnel réalisant ce type d'étalonnage fait l'objet d'une habilitation initiale et d'un maintien des compétences spécifiques.

De manière générale, le raccordement de la mesure via un unique échantillon solide, issu d'un essai interlaboratoires voire d'un matériau de référence, n'est pas suffisant.

Il convient ainsi idéalement :

- De caractériser les échantillons utilisés pour le raccordement,
- De croiser différents échantillons étalons.

Pour les mesures réalisées sur des échantillons solides, les laboratoires utilisent généralement un étalon équivalent eau (gel par exemple) pour assurer le raccordement au SI. En complément, une méthode de correction d'auto-atténuation est mise en œuvre afin d'appliquer une correction sur le taux de comptage sur chaque raie détectée. Il convient que la correction de l'auto-atténuation soit réalisée sur l'échantillon. A contrario, il appartient au laboratoire de disposer des éléments de prise en compte pour la détermination des coefficients d'auto-atténuation suivant la nature de l'échantillon.

Cas de la mesure des iodes :

Au regard des écarts importants d'auto atténuation (près de 40% sur l'iode 125 ou l'iode 129 déterminés à partir des raies X) selon l'origine du charbon actif constitutif de la cartouche (noix de coco, autres) et du liquide d'imprégnation utilisé (tri-éthylène diamine (TEDA), zéolithe d'argent), il convient que le raccordement s'effectue via un étalon constitué d'un charbon de même nature et identiquement imprégné que les échantillons à mesurer.

Coïncidences : perte de comptage, effets de sommation, interférences :

En mesure environnementale, étant donnés les faibles niveaux d'activité, il est fréquent de placer les échantillons au contact direct des spectromètres gamma de grand diamètre et à fort rendement. L'angle solide qui en résulte augmente et favorise le phénomène des pertes de comptage par coïncidence (jusqu'à plusieurs dizaines de %) pour certains radionucléides. Ce phénomène dit de « sommation vraie » est totalement indépendant du taux de comptage et est intrinsèque au schéma de décroissance du radionucléide considéré. Il peut également conduire à l'apparition de pics somme qui peuvent générer des interférences.

Comme pour l'exploitation des résultats de mesure, la réalisation de la courbe d'efficacité de la spectrométrie γ tient compte également des effets de perte de comptage par coïncidence ; c'est le cas des radionucléides ayant différentes rates d'émission en cascade comme le ^{60}Co .

Incertitudes :

En complément de l'incertitude liée au comptage, l'estimation des incertitudes d'étalonnage comprend entre autres : l'incertitude sur l'étalon (si approche empirique), l'incertitude liée à la régression polynomiale (modélisation du rendement en fonction de l'énergie), l'incertitude liée aux termes correctifs (décroissance, temps mort, sommations...), l'incertitude liée à la validation par des MRC (si approche Monte Carlo).

7.10.3 Tritium ^3H /Carbone ^{14}C /air et eau

Ces mesures se pratiquent, en règle générale, par scintillation liquide en simple ou double marquage. Si le laboratoire utilise une courbe d'étalonnage définissant le rendement de détection en fonction de l'affaiblissement lumineux, la mesure est réalisée dans ce cas dans le domaine validé du paramètre d'affaiblissement lumineux.

Il appartient au laboratoire de définir dans ses dispositions, sa position concernant la prise en compte ou non du rendement de piégeage pour le rendu des résultats pour les échantillons issus de prélèvements d'air.

7.10.4 Spectrométrie alpha

Pour ce principe de mesure, il est recommandé d'être vigilant sur les conditions de mesure (vide, distance source-détecteur).

Pour l'analyse des échantillons, le laboratoire s'affranchit de l'étalonnage intrinsèque du détecteur en utilisant un traceur (raccordé au SI) de la famille chimique de l'isotope à mesurer subissant l'ensemble des étapes de prise en charge de l'échantillon (préparation, mise en solution, séparations chimiques, électrodéposition ou co-précipitation en couche mince, mesurage).

Par ailleurs, le bruit de fond est estimé via la réalisation d'un blanc réactif dans des conditions équivalentes aux conditions de mesurage (matrice, phases de préparation et paramètres de comptage).

Pour le traitement spectral, l'utilisation du mode « aire brute » pour l'analyse bas niveau est privilégié au détriment du mode « déconvolution ».

7.10.5 Mesure d'émetteurs bêta par scintillation liquide après séparation chimique

Les mesures des émetteurs bêta tels que ^{90}Sr , ^{63}Ni , ^{99}Tc , ^{210}Pb ... peuvent se faire par scintillation liquide après une séparation sélective sur résine chromatographique. Si le laboratoire utilise une courbe d'étalonnage définissant l'efficacité en fonction de l'affaiblissement lumineux, la mesure est réalisée dans le domaine validé d'affaiblissement lumineux.

Le rendement de séparation peut être évalué sur la base de la mesure chimique d'un entraîneur stable (Sr, Fe, Pb...). Dans ce cas, cette mesure devra avoir été validée comme une étape de la méthode globale.

Par ailleurs, le bruit de fond est estimé via la réalisation d'un blanc réactif dans des conditions équivalentes aux conditions de mesurage (matrice, phases de préparation et paramètres de comptage). Une attention particulière devra être portée aux conditions de validité du lot de liquide scintillant utilisé. Il est recommandé de réaliser un blanc réactif à chaque préparation d'une série d'échantillons.

8 Bibliographie

Les laboratoires peuvent également s'appuyer sur les livres suivants :

- Spectrométrie gamma appliquée aux échantillons de l'environnement : Dossier de recommandations pour l'optimisation des mesures (Auteurs : CETAMA, GRANIER Guy, LE PETIT Gilbert) (2002),
- Mesure du rayonnement alpha : Dossier de recommandations pour l'optimisation des mesures (Auteurs : CETAMA, ANSOBORLO Éric, AUIPAIS Jean, BAGLAN Nicolas),
- Les Mesures de radioactivité à l'aide des compteurs à scintillateur liquide (Auteurs SIMONNET Gérard, ORIA Michel). Edition Eyrolles (1986),
- Mesures de radioactivité par scintillation liquide (Auteur : CASSETTE Philippe). Editions Techniques de l'Ingénieur (2004).

ANNEXE 1

Calcul de l'activité bêta résiduelle :

L'activité bêta résiduelle est déterminée à partir des résultats de l'activité bêta globale et de la contribution du potassium 40 à l'activité bêta globale. Cette valeur peut être déterminée directement à partir de la concentration en potassium stable dans l'eau, en utilisant la formule suivante :

$$Cb_{GR} = Cb_G - 28,0 \times [K]$$

où

Cb_{GR} désigne l'activité volumique bêta globale résiduelle (en Bq/l)

Cb_G désigne l'activité volumique bêta globale (en Bq/l)

28,0 est le coefficient d'activité équivalente bêta par g de potassium (en Bq/g) *

[K] désigne la concentration de potassium (en g/l)

* : L'abondance isotopique du potassium 40 étant constante (0,0117 %), il est possible de déduire sa concentration à partir de celle du potassium total. La valeur du coefficient d'activité équivalente β par g de potassium utilisée ici est très légèrement différente de celle prescrite par la circulaire de la DGS du 13 juin 2007 (27,6) car depuis lors, certaines données nucléaires de base ont été modifiées.

Calcul de la DI :

La méthode de calcul de la DI est celle préconisée par la circulaire du 13 juin 2007 de la DGS et au correspond à un scénario de consommation de 2 litres d'eau par jour par un adulte pendant un an. Elle prend en compte la totalité des radionucléides détectés (i.e. les mesures donnant un résultat supérieur à la limite de détection), à l'exclusion du radon-222 et de ses descendants à vie courte (polonium-218, plomb-214, astate-218, bismuth-214, polonium-214, thallium-210).

$$DI = 730 \times \left(\sum C_i \times h(g)_i \right) \times 10^3$$

DI désigne la dose indicative (en mSv/an)

C_i désigne l'activité volumique significative du radionucléide i (en Bq/l)

$h(g)_i$ désigne la dose efficace engagée par unité d'incorporation de radionucléide i pour un adulte de plus de 17 ans (en Sv/Bq)

730 correspond au volume annuel d'eau consommée (en l/an)