HAL
open science

Rapport de contrôle -Radioprotection Microscopie 1

Jean-Yves Botquélen, Anthony Rousseau

To cite this version:

Jean-Yves Botquélen, Anthony Rousseau. Rapport de contrôle -Radioprotection Microscopie 1. [Rapport Technique] IMMM. 2018. hal-02071501

HAL Id: hal-02071501

https://univ-lemans.hal.science/hal-02071501

Submitted on 18 Mar 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Rapport de contrôle - Radioprotection Microscopie [1]

Jean-Yves Botquélen[2], Anthony Rousseau[3]

1er octobre 2018

1. Rapport rédigé pour le Plateaux Microscopie sur recommandation du CNPS.
2. jean-yves.botquelen@univ-lemans.fr - PCR.
3. Responsable Plateaux Microscopie.

Table des matières

1 Objectif **2**

2

2 Contrôles d'absence de fuite **3**

3

3 Conclusions **6**

6

4 ANNEXES **7**

1 Caractéristiques Microscopes électronique 8
2 Limites règlementatires de dose public 8
3 Rapport d'étalonnage du radiamètre 8
4 Description du domaine d'activité de l'établissement 10
5 Certificats PCR 12
6 PrevInfo45 - Lettre CNPS du CNRS 15

Chapitre 1

Objectif

Recommandations de la Coordination Nationale de Prévention et de Sécurité du CNRS :

En conditions normales d'installation et d'utilisation, les utilisateurs de microscopes électroniques sont protégés des rayonnements X produits par l'interaction du faisceau d'électrons avec les éléments constitutifs de la colonne optique par des blindages en plomb de conception, installés par le fabriquant ou le distributeur à la mise en service du microscope. De ce fait, ces équipements ne sont pas soumis à la réglementation « radioprotection », et les unités qui en disposent ne sont pas censées nommer de personne compétente en radioprotection (PCR) et sont exemptées d'autorisation ou déclaration auprès de l'ASN.

Cependant, un évènement récent survenu dans une plate-forme de microscopie électronique de l'un de nos laboratoires a révélé un défaut de protection des utilisateurs lorsque l'appareil est en fonctionnement, conduisant ainsi à une exposition des utilisateurs à des rayonnements ionisants. Ce défaut était dû à l'absence complète de deux protections en plomb qui, a priori, n'ont jamais été montées sur l'appareil depuis sa mise en fonctionnement dans l'unité (les blindages en plomb ont été retrouvés dans un placard). L'installation et la maintenance de cet équipement de marque FIE (rachetée par Thermo Fischer Scientific) sont assurées par un ingénieur de cette même société, qui lui-même a probablement en charge la maintenance d'autres équipements similaires dans d'autres laboratoires.

Par ailleurs, divers autres incidents au cours de ces dernières années, notamment suite à des modifications apportées à des microscopes pour les coupler à différents équipements (voir l'accident récemment relaté par Prévention infos n° 45 dans les annexes), nous amènent à porter une vigilance accrue à ces dispositifs. Il pourrait être utile de profiter de ce retour d'expérience pour s'assurer de la sécurité des utilisateurs de microscopes électroniques, quelle qu'en soit la marque, en vérifiant que ces appareils n'ont pas subi de modification lors de leur mise en fonctionnement et, en cas de doute sur les conditions d'installation et d'utilisation, en faisant procéder à des contrôles d'absence de fuite du faisceau.

Chapitre 2

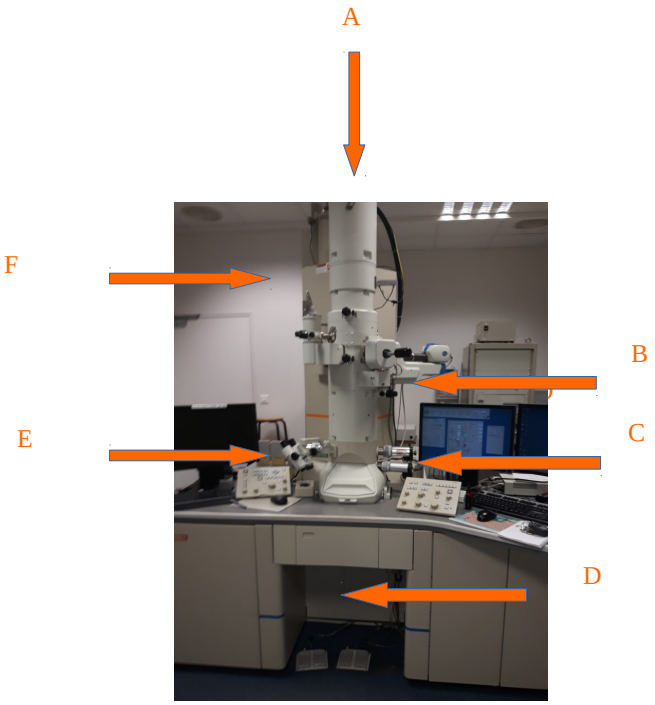
Contrôles d'absence de fuite

Programme des contrôles MET-MEB

Département de Chimie

MET JEOL JEM 2100 – sous-sol– Bâtiment Chimie

- Contrôle interne effectué le 19/09/18 par Jean-Yves Botquélen (PCR).
- Contrôle interne effectué au maximum de la puissance du MET (200kV).
- vérification de l'absence de point anormal au moyen du radiamètre RadEye B20 (seuil détection: 0 à 2 mSv/h, gamme de 0,01-250 µSv/h). Bruit de fond égal à 0,08 µSv/h (Dose équivalente Hp(0,07)) .
- vérifications au niveau des caméras (E,C,D), Passage optique (F), câble HT(A).

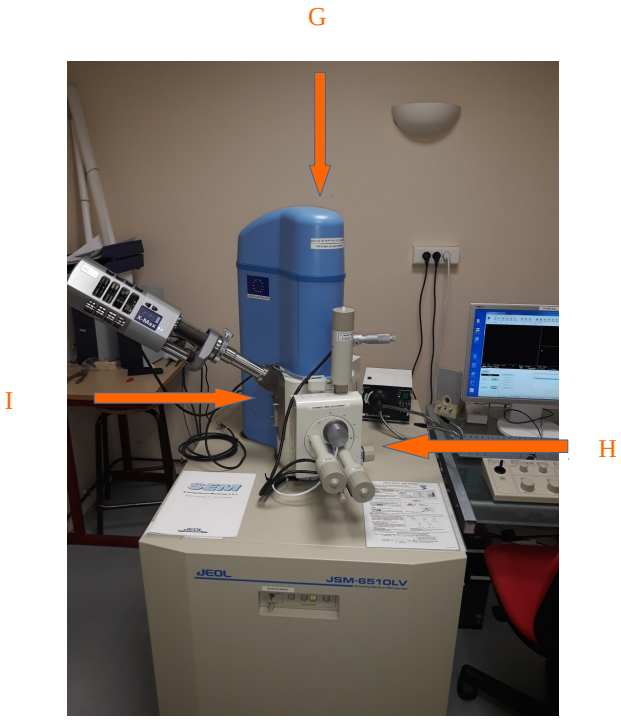


Résultats contrôle interne:

Toutes les mesures sont égales au bruit de fond de mesure du RadEye B20. Le blindage est suffisant, il n'est pas nécessaire de rajouter de protection supplémentaire. Aucune dosimétrie d'ambiance près du pupitre de contrôle n'est requise.

MEB JEOL JSM 6510LV – sous-sol– Bâtiment Chimie

- Contrôle interne effectué le 19/09/18 par Jean-Yves Botquélen (PCR).
- Contrôle interne effectué au maximum de la puissance du MEB (30kV).
- vérification de l'absence de point anormal au moyen du radiamètre RadEye B20 (seuil détection: 0 à 2 mSv/h, gamme de 0,01-250 µSv/h). Bruit de fond égal à 0,08 µSv/h (Dose équivalente Hp(0,07)).
- vérifications au niveau du détecteur (I), sas (H), câble HT(G).



Résultats contrôle interne:

Toutes les mesures sont égales au bruit de fond de mesure du RadEye B20. Le blindage est suffisant, il n'est pas nécessaire de rajouter de protection supplémentaire. Aucune dosimétrie d'ambiance près du pupitre de contrôle n'est requise.

Chapitre 3

Conclusions

Ces appareils n'ont pas subi de modification lors de leur mise en fonctionnement, il n'y a pas de doute sur les conditions d'installation et d'utilisation, les mesures effectuées confirment l'absence de fuites du faisceau pour les deux appareils et l'intégrité des blindages d'origine.

Chapitre 4

ANNEXES

ANNEXE :

1 Caractéristiques Microscopes électronique

— MET : JEOL JEM-2100 n° EM 1743000550055.
— MEB : JEOL JSM-6510LV n° MP1331000940094.

2 Limites règlementatires de dose public

La réglementation française fixe à 1 millisievert (mSv) par an la dose efficace maximale admissible pour le public en général, en dehors de la radioactivité naturelle et des doses reçues en médecine. Il s'agit de doses «corps entier».

$$\begin{aligned} 1\,\mathrm{mSv/an} &= 1000\,\mu\mathrm{Sv/an} \\ &\simeq 0.1\,\mu\mathrm{Sv/h} \end{aligned}$$

3 Rapport d'étalonnage du radiamètre

apvl ingénierie

Certificat d'étalonnage N°
RADEYEB20_ECPE32482_0218.xlsm

FOR-RB20_ECPE.V1-31032014_E
Page 1/1

Client : Institut des molécules et des matériaux du Mans

Appareil : RadEye B20 **N° série :** 32482

Version progiciel : E3.06

Paramètres d'étalonnages :

Date d'étalonnage : 13/02/2018 Grandeur : H*(10) Temps mort [µs] : 1,5150 E+02

Facteur d'étalonnage [(µSv/h)/cps] : 1,9091 E-01

Vérification de la justesse de mesure (^{137}Cs, référencé auprès des étalons nationaux du PTB) :

Réelle [mSv/h]	Lue [mSv/h]	Ecart [%]	Temps de mesure [s]	Tolérance [%]
0,0800	0,0818	2,3	60	10
0,800	0,815	1,9	30	10
1,60	1,54	-3,9	20	10

Source	Rendement nominal (cps/Bq)	Rendement mesuré [cps/Bq]	Ecart [%]	Temps de mesure [s]	Tolérance [%]
Am241, n° XR6	0,130	0,124	-4,5%	20	20
Sr90, n° XR7	0,240	0,267	11,1%	20	20

L'incertitude sur la valeur nominale est inférieure à ±3%

Bruit de fond [cps]: 0,55 Tolérance : 0,30 < bdf < 0,80

Dépassement de gamme correct : oui Enregistrement alarme : oui

Date d'émission : 28/02/2018

Opérateur
Nom : DALUS (Ref. technique)
Signature

Document(s) utilisé(s) :
Manuel d'utilisation
Fiches d'instruction : 4250685-PRF (version en cours)
FI-MAI-RB20 (version en cours)

Validation
Nom : DURAND (Resp. métrologie)
Signature

Ce certificat d'étalonnage fait office de Contrôle Périodique de l'Etalonnage conformément à l'arrêté du 21 mai 2010.
Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation FD X 07-012 définissant le certificat d'étalonnage.
La reproduction de ce certificat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral.
Ce document contient des informations extraites du document original pour traduction."

4 Description du domaine d'activité de l'établissement

— Recherche et enseignement.

SECRETARIAT D'ETAT AUX UNIVERSITES

Décret n° 77-458 du 20 avril 1977 relatif à la transformation du centre universitaire du Mans en université de plein exercice.

Le Premier ministre,

Sur le rapport du secrétaire d'Etat aux universités,

Vu la loi n° 68-978 du 12 novembre 1968 d'orientation de l'enseignement supérieur, ensemble les lois n° 71-557 du 12 juillet 1971 et n° 75-573 du 4 juillet 1975 aménageant certaines de ses dispositions ;

Vu le décret n° 70-923 du 6 octobre 1970 relatif aux centres universitaires du Mans, d'Angers, de Mulhouse, de Perpignan, de Valenciennes, de Chambéry, de Toulon, des Antilles et de Saint-Denis-de-la-Réunion ;

Vu le décret n° 70-1174 du 17 décembre 1970 portant érection en établissements publics à caractère scientifique et culturel d'universités et centres universitaires ;

Vu l'avis du conseil national de l'enseignement supérieur et de la recherche en date du 18 mars 1977,

Décrète :

Art. 1er. — L'établissement public à caractère scientifique et culturel créé au Mans par le décret du 17 décembre 1970 susvisé est constitué en université.

Art. 2. — Les dispositions du décret du 6 octobre 1970 susvisé ne lui sont plus applicables.

Art. 3. — Le présent décret prendra effet à compter du 1er octobre 1977.

Art. 4. — Le secrétaire d'Etat aux universités est chargé de l'exécution du présent décret, qui sera publié au *Journal officiel* de la République française.

Fait à Paris, le 20 avril 1977.

RAYMOND BARRE.

Par le Premier ministre :

Le secrétaire d'Etat aux universités,

ALICE SAUNIER-SEÏTÉ.

Décret n° 77-459 du 21 avril 1977 prorogeant le mandat des membres du conseil d'administration de l'école française de Rome.

Le Premier ministre,

Sur le rapport du ministre délégué à l'économie et aux finances et du secrétaire d'Etat aux universités,

Vu le décret n° 74-115 du 6 février 1974 fixant l'organisation administrative et financière de l'école française de Rome,

Décrète :

Art. 1er. — Le mandat des membres du conseil d'administration de l'école française de Rome, qui vient à expiration le 27 juin 1977, est prorogé de six mois.

Art. 2. — Le ministre délégué à l'économie et aux finances et le secrétaire d'Etat aux universités sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent décret, qui sera publié au *Journal officiel* de la République française.

Fait à Paris, le 21 avril 1977.

RAYMOND BARRE.

Par le Premier ministre :

Le ministre délégué à l'économie et aux finances,

ROBERT BOULIN.

Le secrétaire d'Etat aux universités,

ALICE SAUNIER-SEÏTÉ.

Liste complémentaire des écoles d'ingénieurs auxquelles le concours spécial de recrutement organisé en faveur des élèves de l'enseignement technique donne accès.

Le ministre de la défense, le ministre de l'équipement, le ministre de l'industrie et de la recherche, le secrétaire d'Etat aux postes et télécommunications et le secrétaire d'Etat aux universités,

Vu le décret n° 59-897 du 30 juillet 1959 portant organisation dans l'enseignement technique de sections préparatoires à un concours de recrutement spécial ouvrant accès aux grandes écoles d'ingénieurs ;

Vu les arrêtés des 22 février 1962, 23 novembre 1962, 22 juin 1965, 27 mai 1968, 18 juin 1969, 13 janvier 1971 et 16 novembre 1971 fixant la liste des écoles d'ingénieurs auxquelles le concours spécial de recrutement organisé en faveur des élèves de l'enseignement technique donne accès,

Arrêtent :

Art. 1er. — La liste des écoles prévues à l'article 1er du décret n° 59-897 du 30 juillet 1959 et fixée par les arrêtés des 22 février 1962, 23 novembre 1962, 22 juin 1965, 27 mai 1968, 18 juin 1969, 13 janvier 1971 et 16 novembre 1971 susvisés est complétée comme suit :

Etablissements relevant du secrétariat d'Etat aux universités.

. . . . . .

Ecole supérieure de physique et de chimie industrielles de la ville de Paris.

Art. 2. — Le présent arrêté sera publié au *Journal officiel* de la République française.

Fait à Paris, le 28 mars 1977.

Le ministre de la défense,

Pour le ministre et par délégation :

Le directeur du cabinet civil et militaire,

MICHEL DUPUCH.

Le ministre de l'équipement,

Pour le ministre et par délégation :

Le directeur du cabinet,

JEAN COSTET.

Le ministre de l'industrie et de la recherche,

Pour le ministre et par délégation :

Le directeur de l'administration générale,

J. P. PUISSOCHET.

Le secrétaire d'Etat aux universités,

Pour le secrétaire d'Etat et par délégation :

Le directeur des enseignements supérieurs,

J. IMBERT.

Le secrétaire d'Etat aux postes et télécommunications,

Pour le secrétaire d'Etat et par délégation :

Le directeur du cabinet,

PHILIPPE PONTET.

Conseil de perfectionnement du Conservatoire national des arts et métiers.

Par arrêté du secrétaire d'Etat aux universités en date du 14 avril 1977, le bureau du conseil de perfectionnement du Conservatoire national des arts et métiers est constitué, pour l'année 1977, comme suit :

Président.

M. Debiesse (Jean).

Vice-président.

M. Ache (Jean-Baptiste), professeur.

Secrétaire.

M. Mouton (Claude), professeur.

CONSEIL CONSTITUTIONNEL

Décisions du 27 avril 1977.

Le Conseil constitutionnel,

Saisi le 30 mars 1977 par le Premier ministre, dans les conditions prévues à l'article 37 (2e alinéa) de la Constitution, d'une demande tendant à l'appréciation de la nature juridique des dispositions ci-après :

Article 1er (§ I, 1er alinéa, 1re phrase) de la loi n° 64-1278 du 23 décembre 1964, en tant qu'il désigne l'autorité exerçant la tutelle de l'Etat sur l'office national des forêts ;

Article 1er (§ I, 1er alinéa, 2e phrase, partie) de la loi n° 64-1278 du 23 décembre 1964, en tant qu'il désigne les autorités sur le rapport desquelles interviendraient des décrets prévus par la loi ;

Article 1er (§ I, 2e alinéa, partie) de la loi n° 64-1278 du 23 décembre 1964, en ce qu'il désigne le ministre compétent pour accorder une autorisation prévue par la loi ;

Article 1er (§ II, 1er alinéa, partie) de la loi n° 64-1278 du 23 décembre 1964, en ce qu'il vise un règlement d'administration publique pris sur le rapport de deux ministres expressément désignés ;

5 Certificats PCR

	code de formation	code session	identifiant candidat
ENR :	2 RE # IR 1	- 1808 -	18 / 179 J BOT

En date du : 27/02/2018

UNIVERSITÉ DE CAEN • NORMANDIE

FORMULAIRE
PCR-FORM_0330
indice de révision : E

CERTIFICAT DE PERSONNE COMPETENTE EN RADIOPROTECTION

L'université de Caen Normandie,
en qualité d'organisme de formation certifié par le CEFRI sous la référence N°001 OF R
et dont la date de validité expire le 1er juin 2020, certifie que :

Monsieur, Jean-Yves BOTQUELEN

a été évalué conformément aux dispositions de l'arrêté du 6 décembre 2013 relatif aux modalités de formation de la personne compétente en radioprotection, au cours de la session du 20/02 au 22/02/2018 (Matin) qui s'est déroulée à l'Université de Caen Normandie,

a passé avec succès les épreuves du contrôle des connaissances organisé durant la dite session,
en rapport avec les niveaux, secteurs et options tels que définis à l'article 2 dudit arrêté :

- niveau 2

- secteur "Industrie"

- option "sources radioactives scellées"

et notamment

- l'épreuve du module théorique référencée : PCR-FORM_1154 (indice de révision A)

- l'épreuve du module appliqué portant sur l'analyse des cas pratiques référencés : PCR-FORM_1210 (indice de révision A)

s'agissant d'une demande de renouvellement

considérant l'existence d'un précédent certificat PCR expirant le 16/05/2018, délivré par Université de Caen, pour le niveau 2, dans le secteur "Industrie" avec pour option "sources radioactives scellées"

se voit délivrer le présent certificat de formation,

au sens de l'article R. 4451-108 du Code du Travail,

pour exercer au niveau 2 dans le secteur "Industrie" avec l'option "sources radioactives scellées"

lequel expire le 15/05/2023

CEFRI
Certification N° 001 OF R

Fait valoir ce que de droit, le 27/02/2018

Pour le Président de l'Université, et par délégation
Le responsable de la formation certifiée,
Pierre BARBEY

Université de Caen Normandie
IMOGERE / UFR des Sciences
Esplanade de la paix CS 14032
14032 CAEN Cedex 05
secretariat.imogere@unicaen.fr / 02 31 56 54 17
http://www.unicaen.fr/services/imogere

Normandie Université

Université du Maine

NOMINATION
PERSONNE COMPÉTENTE EN RADIOPROTECTION

NOM : BOTQUELEN Prénom : Jean-Yves

Fonction : Ingénieur d'études

Composante : UFR de Sciences et Techniques

Laboratoire/Unité : Institut Matériaux, Molécules du Mans, département Oxydes et Fluorures, UMR 6283

Responsable du laboratoire : Jean-Marc GRENECHE

Numéro d'autorisation : **T 720020**

Organisme agréé de formation : Université de Caen

Année de la formation Mai 2013

Monsieur Jean-Yves BOTQUELEN a suivi avec succès une formation à la radioprotection

X	Option détention ou gestion de sources radioactives scellées, d'appareils électriques émettant des rayons X et d'accélérateurs de particules

selon l'article R 4451-103 de la section VI du Livre IV, TitreV du Code du Travail (Décret n° 2010-750 du 02/07/2010) relatif à la protection des travailleurs contre les risques dus aux rayonnements optiques artificiels

De ce fait, M. **Jean-Yves BOTQUELEN** est reconnu
Personne Compétente en Radioprotection au sein de l'Université du Maine. Cette nomination est valable jusqu'en 2018

A ce titre, M. **Jean Yves BOTQUELEN** est tenu d'assurer les missions afférentes aux personnes compétentes en radioprotection, telles qu'elles sont définies dans la section VIII du Livre II, Titre III du Code du Travail et en annexe I de la présente habilitation.

Au Mans, le 28 octobre 2013

Le Président de l'Université	Le Directeur de l'unité	La Personne Compétente en Radioprotection
Pour le Président Le Directeur Général des Services Anne-Marie RIOU	J.M. GRENECHE Directeur Institut des Molécules & Matériaux du Mans UMR CNRS 6283	

6 PrevInfo45 - Lettre CNPS du CNRS

RETOUR D'EXPÉRIENCE

Exposition incidentelle à des rayons X lors de manipulations sur un MET* modifié

Rappel des faits

Un laboratoire a acheté auprès d'un fournisseur un microscope électronique à transmission (MET) dont il a ensuite demandé en 2016, dans le cadre d'un Equipex, sa modification par une société spécialisée dans l'intégration de système de laser. Ces modifications avaient pour but de convertir ce MET conventionnel en un puissant outil d'imagerie et de spectroscopie appelé UTEM (Ultrafast Transmission Electron Microscopy).

Par construction et choix des matériaux (colonne optique, hublot de visualisation, porte échantillons, lentilles...), un MET n'engendre pas d'exposition aux rayonnements ionisants. Un tel équipement n'est donc pas soumis au régime d'autorisation ou de déclaration auprès de l'Autorité de Sûreté Nucléaire (ASN). Dans le cas particulier présenté ici, il a toutefois été à l'origine d'un incident radiologique

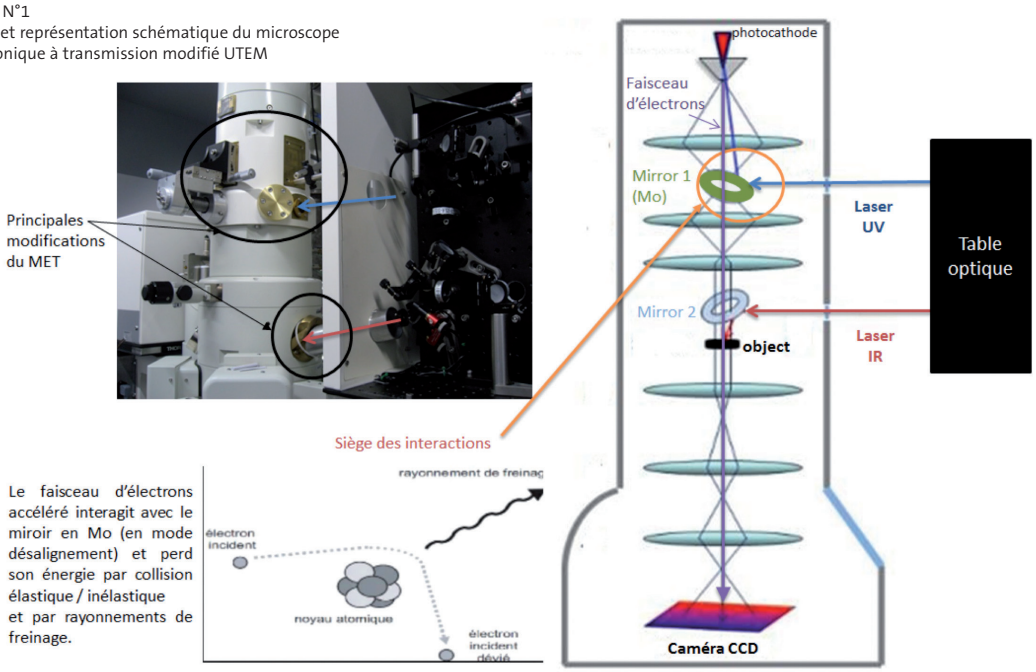
Modifications apportées au MET

Elles ont consisté en la mise en place en août 2016 de deux passages optiques dans la partie haute de la colonne (UV et IR) et au remplacement d'une des lentilles (miroirs) en aluminium par un miroir en molybdène (*mirror1 sur la figure 1*). En décembre 2016, un déflecteur d'images a été déplacé en partie basse et remplacé par un bouchon de protection (*à proximité du hublot de visualisation et non représenté sur la photo ci-dessous*).

Constat de l'exposition

C'est pour vérifier l'efficacité de ce bouchon que la personne compétente en radioprotection (PCR) de l'unité (disposant d'une autorisation ASN générateurs à rayons X et sources scellées) a procédé à une série de mesures et mis en évidence des rayonnements de fuite, non pas à proximité du bouchon, mais au niveau des passages optiques (UV) réalisés en août 2016 et du hublot en quartz. Des valeurs significatives au niveau du poste de travail (9 µSv/h) et importantes, bien que localisées, au niveau des passages et du hublot en partie haute (200 µSv/h en moyenne) ont été détectées. Ces niveaux d'exposition n'étaient cependant observables qu'en mode désalignement du faisceau d'électrons lors des phases de réglages du microscope.

Figure N°1
Photo et représentation schématique du microscope électronique à transmission modifié UTEM



* *microscope électronique à transmission*

Réf. : SL/CT/13

Affaire suivie par :
Stéphane Leblanc
Tél. 05 61 33 61 07
Mèl : stephane.leblanc@dr14.cnrs.fr

Toulouse, le 29 août 2018

Mesdames et Messieurs les
Directeurs d'Unité

Délégation Midi-Pyrénées
www.cnrs.fr
16 avenue Édouard Belin - BP 24367
31055 TOULOUSE CEDEX 4
T. 05 61 33 60 00
F. 05 62 17 29 01

Objet : Incidents avec des microscopes électroniques

Mesdames et Messieurs les Directeurs d'Unité,

La Coordination Nationale de Prévention et de Sécurité du CNRS nous a alertés suite à différents incidents impliquant des microscopes électroniques utilisés dans des conditions dégradées, et ayant conduit à l'exposition des utilisateurs à des rayonnements ionisants.

En conditions normales d'installation et d'utilisation, les utilisateurs sont protégés des rayonnements X produits par l'interaction du faisceau d'électrons avec les éléments constitutifs de la colonne optique par des blindages en plomb de conception, installés par le fabriquant/distributeur à la mise en service du microscope. De ce fait, ces équipements ne sont pas soumis à la réglementation « radioprotection ».

Cependant, un évènement récent survenu dans une plate-forme de microscopie électronique a révélé un défaut de protection lorsque l'appareil est en fonctionnement, conduisant ainsi à une exposition des utilisateurs à des rayonnements ionisants. Ce défaut était dû à l'absence complète de 2 protections en plomb qui, a priori, n'ont jamais été montées sur l'appareil depuis sa mise en service (les blindages en plomb ont été retrouvés dans un placard). L'installation et la maintenance de cet équipement de marque FEI (racheté par Thermo Fischer Scientific) sont assurées par un ingénieur de cette même société, qui a peut-être en charge la maintenance d'équipements similaires dans votre unité.

Par ailleurs, d'autres incidents au cours de ces dernières années, notamment suite à des modifications apportées à des microscopes pour les coupler à différents équipements, me conduise à vous demander d'être très vigilant à l'égard de ces dispositifs.

Le CNRS en Midi-Pyrénées participe aux efforts communautaires en matière d'environnement. Imprimé sur du papier en fibre 100% recyclée, certifié FSC, PEFC et ISO 14001.