

Hérouville-Saint-Clair, le 24 octobre 2011

N/Réf. : CODEP-CAE-2011-059218

**Monsieur le Directeur de SGS Multilab
Technopole du Madrillet
65, rue Ettore Bugatti
BP 90014
76 801 Saint Etienne du Rouvray Cedex**

OBJET : Inspection de la radioprotection - Visite de contrôle de SGS Multilab Rouen
du 11 octobre 2011 - Inspection n° INSNP-CAE-2011-0683

Réf. :

1. Décision ASN homologuée n°2008-DC-0099 du 29 avril 2008 portant organisation du réseau national de mesures de la radioactivité de l'environnement et fixant les modalités d'agrément des laboratoires.
2. Lettre ASN CODEP-CAE-2011-045562 du 12 août 2011.

Monsieur le directeur,

Dans le cadre du contrôle prévu à l'article 14 de la décision mentionnée en référence 1, l'ASN a procédé le 11 octobre 2011 à une visite de contrôle de conformité des pratiques de l'Unité d'Analyses Radioactivité UA de SGS Multilab Rouen pour ses activités se rapportant aux mesures de la radioactivité de l'environnement.

Cette visite, annoncée par courrier cité en référence 2, a été préparée sur la base des dossiers de demande d'agrément de l'UA Radioactivité et du manuel qualité de SGS Multilab.

A la suite des constatations faites par les inspecteurs de l'ASN, j'ai l'honneur de vous communiquer ci-dessous la synthèse de cette inspection ainsi que les principales constatations, demandes et observations qui en résultent.

Synthèse de l'inspection

Cette visite était principalement destinée à vérifier, par sondage, que le fonctionnement et les pratiques de l'UA Radioactivité sont conformes au référentiel réglementaire défini par la décision homologuée de l'ASN n°2008-DC-0099 du 29 avril 2008 ainsi qu'aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour les mesures de radioactivité dans l'environnement.

La visite de contrôle a comporté plusieurs aspects :

- l'examen de divers points du système qualité de SGS Multilab pour ses activités de mesure de la radioactivité de l'environnement ;
- l'examen par sondage de quelques exigences techniques portant sur les mesures de radioactivité effectuées par l'UA radioactivité ;
- la visite d'une partie du laboratoire de l'UA radioactivité.

La visite de contrôle de conformité s'est déroulée de manière satisfaisante en présence du directeur de SGS Multilab et de l'ensemble du personnel concerné qui se sont montrés très disponibles. Les inspecteurs soulignent la forte implication et le partage des responsabilités de l'équipe de direction dans la démarche qualité du laboratoire. Ils ont pu noter l'intérêt manifesté par le laboratoire pour améliorer ses pratiques. Les inspecteurs n'ont pas relevé d'écart notable à la décision précitée pour les points examinés lors de l'inspection. Cependant, ils ont relevé quelques actions correctives et mis en évidence plusieurs axes d'amélioration qui sont développés ci-après.

A. Demandes d'actions correctives

A.1. Prise en compte des dispositions de la norme NF ISO 11929 (2010) portant sur la détermination des limites caractéristiques pour mesurages des rayonnements ionisants

Les inspecteurs ont noté que tous les modes opératoires internes portant sur les mesures de radioactivité dans l'environnement agréées par l'ASN, à l'exception du mode opératoire MO-367-B correspondant à la mesure des émetteurs gamma dans les sols, sont basés sur des normes qui ont été remplacées par de nouvelles normes intégrant les dispositions de la norme NF ISO 11929 (2010) portant sur la détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection, ...) pour mesurages des rayonnements ionisants.

Je vous demande de réviser l'ensemble de vos modes opératoires internes pour les mettre en conformité avec les normes actuellement en vigueur en y intégrant notamment les dispositions de la norme NF ISO 11929 (2010) relative à l'évaluation des limites caractéristiques. Vous me transmettez votre calendrier de remise à niveau de ces modes internes et de leur application par votre laboratoire. Ce calendrier devra, a minima, respecter les prochaines échéances de renouvellement de vos agréments.

A.2. Correction de l'expression des résultats de mesure de l'activité

Les inspecteurs ont remarqué, au paragraphe 9 du MO-356-A sur la détermination de l'activité volumique du carbone 14 dans l'air par scintillation liquide, l'expression du résultat en activité par volume d'air à partir de la détermination de l'activité volumique dans la soude est erronée.

Je vous demande de corriger l'équation rendant compte de l'activité volumique du carbone 14 dans l'air.

Des erreurs de typographie et des dénominations inadaptées comme « limite de quantification » ont été relevées par les inspecteurs au paragraphe 10 du mode opératoire ME-0073 F se rapportant à l'analyse par spectrométrie gamma dans les produits agroalimentaires, établi selon le référentiel technique du programme COFRAC 99-4.

Je vous demande de corriger ce mode opératoire pour le mettre en conformité avec le référentiel technique applicable.

A.3. Fournitures critiques

Les inspecteurs ont noté qu'il n'existe pas de liste de services et fournitures critiques comme les petits équipements de laboratoire (flacons, coupelles, ...) et les réactifs chimiques (liquide scintillant, gaz Argon/Méthane, ...) utilisés spécifiquement par l'UA Radioactivité, ce qui n'est pas conforme aux exigences de l'article 4.6 de la norme NF EN ISO/CEI 17025.

Je vous demande d'identifier les services et les fournitures ayant une incidence sur la qualité des essais réalisés spécifiquement par l'UA Radioactivité.

L'UA radioactivité n'a pas de définition ni de suivi de son stock minimum de fournitures critiques à l'exception de la gestion d'un des réactifs pour les mesures par scintillation liquide (liquide scintillant). Vous avez indiqué aux inspecteurs que, faute de stock chez les fournisseurs, seule une partie de vos commandes de 2011 (coupelles pour le comptage global) a pu être honorée, le solde n'étant livré qu'au fur et à mesure de la reconstitution du stock du fournisseur. L'absence de stock minimum, notamment en période estivale, peut conduire le laboratoire à ne pas respecter ses engagements vis-à-vis de ses clients ou à faire appel à la sous-traitance.

Je vous demande de compléter les procédures et enregistrements relatifs à la sélection et à l'achat des services et fournitures critiques, mentionnés au chapitre 7-08 du manuel qualité de votre laboratoire, par une formalisation des stocks minimum des fournitures critiques indispensables au fonctionnement de l'UA Radioactivité et par une formalisation adaptée du lancement de nouvelles commandes.

A.4. Stockages des sources étalons et des matériaux de référence

Pour les mesures de radioactivité, le laboratoire utilise différentes sources étalons, scellées et non scellées, ainsi que des matériaux de référence constitués d'échantillons provenant des essais d'intercomparaison organisés par l'IRSN ou d'échantillons préparés en interne. Ces sources étalons et matériaux de référence sont conservés, par type, dans différentes enceintes fermées à clé dans la salle référencée 1.17.

Les sources étalons radioactives non scellées sous forme liquide sont conservées dans un réfrigérateur. Si les étagères supérieures sont dotées d'un bac de rétention, cela n'est pas le cas pour les sources stockées en partie basse. Les inspecteurs ont par ailleurs noté qu'un des flacons contenant une solution liquide était stocké en position horizontale car il ne pouvait être stocké en position verticale compte tenu de sa hauteur. En cas de rupture ou de fuite des emballages, l'absence ou le dimensionnement inadéquat des capacités de rétention des sources liquides stockées dans ce réfrigérateur peut entraîner un risque de contamination du laboratoire.

Je vous demande, en application des règles de radioprotection et des exigences sur les conditions ambiantes fixées à l'article 5.3 de la norme NF EN ISO/CEI 17025, de mettre en place les capacités de rétention adaptées au stockage des sources liquides.

Certains matériaux de référence non scellés de nature solide comme les essais de comparaison inter laboratoires (EIL) ou les échantillons d'autocontrôle interne sont stockés dans un coffre spécifique. Les inspecteurs ont noté qu'il s'agissait d'un stockage en vrac et que vous ne disposiez d'aucun inventaire de ces matériaux. Ces matériaux pouvant être réutilisés par le laboratoire à des fins d'autocontrôle, il importe que le laboratoire veille à mettre en place des conditions de stockage aptes à garantir l'intégrité des échantillons et l'absence de contamination croisée.

Je vous demande de dresser un inventaire qualitatif et quantitatif (masse et activité pour chaque radionucléide) des matériaux de référence et de mettre en place un stockage apte à prévenir toute contamination ou détérioration de l'échantillon afin d'en préserver l'intégrité. Dans la mesure où certains de ces matériaux n'auraient plus aucune utilité, je vous demande de les évacuer selon les filières adaptées.

A.5. Manutention des échantillons et contrôle de réception

Seuls les échantillons présentant un débit de dose inférieur à 2 fois le bruit de fond ambiant sont transférés dans leur emballage d'origine de la salle de réception (RdC) jusqu'au laboratoire (salle 1.17) pour être préparés et/ou conditionnés en fonction des mesures demandées. Lors de l'inspection de la salle 1.17, les inspecteurs ont remarqué que plusieurs lots d'échantillons agroalimentaires sous simple enveloppe de vinyle étaient positionnés sur un charriot dont les plateaux présentaient des grains de blés provenant d'un sac éventré ou non fermé hermétiquement. Vous avez indiqué aux inspecteurs qu'il ne pouvait y avoir de risque de contamination croisée entre les échantillons car sur ce chariot n'étaient déposés que des échantillons mesurés et dont le résultat indiquait une absence de contamination.

Si la procédure PS-0097-B sur les contrôles techniques d'ambiance (contrôles du débit de dose et de contamination surfacique) et la procédure PS-0003-J sur la sécurité et la radioprotection décrivent les dispositions prises pour assurer la sécurité en termes de radioprotection des travailleurs, ces procédures ne définissent pas les dispositions prises par le laboratoire pour éviter la détérioration, la perte ou l'endommagement de l'objet d'essai au niveau du laboratoire jusqu'à son élimination.

Je vous demande, en application de l'exigence 5.8.4 de la norme NF EN ISO/CEI 17025 relative à l'intégrité des objets d'essai lors de leur stockage, leur manutention et leur préparation, de mettre en place la procédure et les instructions de manutention des échantillons aptes à garantir toute perte de produit dans le laboratoire et tout risque de contamination croisée dans le cas où l'un des échantillons présenterait une faible activité bêta ou alpha, et de me communiquer cette procédure.

Je vous demande de me transmettre la procédure relative au contrôle de réception des échantillons à des fins de mesure de radioactivité, précisant les critères de réception et les contrôles effectués. Vous indiquerez également les dispositions prises en cas de constat d'écart sur les consignes de conditionnement que votre laboratoire a convenues avec ses clients.

B. Compléments d'information

B.1. Contrôles de réception des fournitures critiques

Vous avez indiqué aux inspecteurs que les fournitures critiques faisaient l'objet d'un premier contrôle administratif (respect de la nature et du volume de la commande) à leur réception à SGS Multilab et que certains critères techniques concourant à la qualité des mesures étaient contrôlés au moment de leur utilisation par le laboratoire.

Ainsi pour les coupelles de comptage, vous vérifiez l'absence de contamination de la tôle emboutie par l'intermédiaire de la mesure du « blanc de comptage ». Le laboratoire ne procède à aucune autre vérification.

Je vous demande, en application de l'exigence 4.6.2 de la norme NF EN ISO/CEI 17025, d'identifier l'ensemble des critères techniques des fournitures critiques (réactifs, coupelle, flacons, ..) de vérifier et de mettre en place les contrôles de réception à réaliser avant leur utilisation dans l'UA Radioactivité.

B.2. Cartes de contrôle des mesures à l'aide du compteur proportionnel

A la suite de l'essai 106SH300, votre laboratoire a ouvert en mai 2011 une fiche de non-conformité à la suite de l'écart enregistré sur la mesure de l'indice d'activité bêta globale. Après avoir vérifié le respect des modalités de préparation et de mesure de l'échantillon ainsi que la qualité du mélange argon/méthane, vos modalités de surveillance du compteur proportionnel à l'aide de cartes de contrôle (blanc de comptage et rendement) ne vous ont pas permis de détecter rapidement le dysfonctionnement de la haute tension à l'origine de l'écart.

Je vous demande de revoir les dispositions de contrôle de bon fonctionnement du compteur proportionnel en mettant en place un suivi adapté, par exemple par cartes de contrôle. Vous me transmettez les documents du système qualité qui décrivent les dispositions destinées à détecter aussi rapidement que possible tout dysfonctionnement du détecteur.

B.3. Justesse des mesures d'émetteurs gamma dans les matrices solides environnementales

Le mode opératoire interne MO-0367 B sur la mesure des émetteurs gamma dans les matrices solides environnementales fait état des résultats des tests de performance obtenus par l'UA Radioactivité sur le nouveau spectromètre gamma et ses logiciels associés Génie 2000 et LABSOCS, permettant de traiter les spectres et d'exprimer l'activité des échantillons de l'environnement, en tenant compte des corrections de coïncidences et de matrice. Vous signalez dans ce mode opératoire au paragraphe 11.2 qu'il pourrait y avoir une augmentation de l'atténuation de la matrice au cours du temps, en vous basant sur les résultats de mesure sur l'échantillon référencé 105SL300 et vous proposez de vérifier cet effet par l'étude d'un échantillon préparé en interne.

Votre laboratoire n'a pu préciser aux inspecteurs les dispositions prises pour garantir le maintien dans le temps de l'homogénéité de l'échantillon dans les différentes parties du conteneur Marinelli (couronne et partie supérieure) compte tenu du risque de ségrégation de cet échantillon sous forme de poudre très fine. L'information selon laquelle la densité dans l'échantillon conditionné en

conteneur Marinelli présentait une densité nettement inférieure à celle de l'échantillon initial transmis par l'IRSN fait craindre un phénomène de foisonnement lors des différentes manipulations avec pour conséquence, une modification de l'atténuation du fait de la matrice.

Je vous demande d'examiner les conditions de remplissage et de manutention des conteneurs Marinelli 500 ml avec des échantillons solides afin de garantir, dans les différentes parties du conteneur entourant le détecteur, une répartition homogène et stable dans le temps, et ceci pour les différentes classes de granulométrie mesurées dans votre laboratoire. Vous me transmettez les conclusions de votre étude.

L'examen du MO-0367 B ne permet pas d'identifier clairement l'aptitude du laboratoire à traiter les spectres en tenant compte des corrections de coïncidences et d'effet de matrice faute d'identification des logiciels associés et des corrections qu'ils permettent de réaliser.

Je vous demande de compléter le paragraphe 7 de votre mode opératoire interne par l'ajout des logiciels de traitement de spectre (version à mentionner), en précisant la nature des corrections assurées par Génie 2000 et LABSOCS en regard de celles définies dans la norme NF ISO 18589-3.

B.4. Maintenance des équipements de mesure

Le compteur proportionnel NU-20 dont l'origine de la panne a été identifiée mi-septembre 2011 lors du traitement de l'écart enregistré sur un essai (EIL 106SH300) organisé par l'IRSN, n'était toujours pas en état de fonctionnement le jour de l'inspection. En l'absence de contrat de maintenance pour ce compteur mais aussi pour les autres équipements de mesure de radioactivité, votre laboratoire est tributaire des disponibilités d'intervention des fournisseurs. Cette absence de contrat de maintenance devient critique pour les équipements de mesure non doublés comme le compteur à scintillation liquide. Vous avez informé les inspecteurs de la réflexion engagée au niveau de la direction sur la mise en place de contrat de maintenance incluant une maintenance préventive et le respect de délais d'intervention destiné à réduire les durées d'indisponibilité de vos équipements de mesure.

Je vous demande de me tenir informé de la remise en fonctionnement du compteur NU-20 et de me communiquer les contrôles effectués avant la reprise des essais.

Je vous demande de me faire part de vos conclusions en matière de mise en place ou non de contrat de maintenance pour tous vos équipements de mesure de radioactivité.

B.5. Mesurage du tritium par scintillation liquide

Les inspecteurs ont examiné le mode opératoire interne ME-0152 relatif à la mesure du tritium dans l'eau par scintillation liquide. Outre la révision de ce mode opératoire pour sa mise en conformité avec les normes NF ISO 9698 et NF ISO 11929, les inspecteurs ont noté que, lorsque la préparation exige une distillation de l'échantillon à mesurer, le laboratoire élimine les fractions de tête et de queue du distillat sans s'assurer de l'absence de fractionnement isotopique, comme l'exige l'article 7.1.2 de la norme NF ISO 9698 (2010).

Je vous demande de réviser dans les meilleurs délais le mode opératoire et la rédaction des documents concernant la mesure du tritium de l'eau, en cohérence avec la norme NF ISO 9698, et de me transmettre ces documents.

B.6. Mesure du carbone 14 dans l'eau par scintillation liquide et solution étalon fille

L'UA Radioactivité a participé en 2010 à l'essai EIL 104EE300 organisé par l'IRSN. Le laboratoire a expliqué son écart, par rapport à la valeur de référence, par les difficultés rencontrées par le laboratoire pour sélectionner correctement et optimiser la fenêtre de comptage du carbone 14 en présence de tritium, agissant comme interférent. Le compteur à scintillation liquide ne dispose pas d'un écran de visualisation du spectre, mais le choix de la fenêtre de comptage ne semble a priori pas à l'origine de l'écart. D'autres causes d'écart sont à rechercher comme celles liées à la qualité des solutions étalons filles.

Le laboratoire n'a pas été en mesure de répondre aux questions soulevées par les inspecteurs sur la préparation de ces solutions filles, notamment sur les précautions prises pour s'assurer que les caractéristiques physico-chimiques du milieu de dilution de la source mère n'entraînent pas de perte de carbone 14 au fur et à mesure des opérations de préparation des solutions filles.

Je vous demande de me fournir le mode opératoire de préparation des solutions filles à partir de la solution étalon mère, et en particulier celui concernant le carbone 14, en précisant les caractéristiques physico-chimiques du milieu de dilution garantissant le maintien en solution du C-14 dans les solutions filles.

B.7. Mise à jour des documents relatifs aux locaux de mesure l'UA Radioactivité.

L'acquisition d'un deuxième spectromètre gamma a conduit le laboratoire à déménager les deux compteurs proportionnels de la pièce 1.17 dans un local situé en sous-sol. Je vous invite à mettre à jour tous les documents associés à ce changement de localisation, notamment les procédures PS-0097 B relative aux contrôles techniques d'ambiance et PS-0003-J qui portent sur la sécurité et la radioprotection dans les unités d'analyses détenant des sources radioactives.

Je vous demande d'actualiser ces documents et de me transmettre, pour chacune des salles dédiées aux mesures de radioactivité, le plan d'implantation des équipements.

C. Observations

C.1. Mesure du strontium 90 dans les échantillons biologiques

Le laboratoire réalise régulièrement des mesures de strontium 90 dans les matrices biologiques basées sur la norme NF M60-806-2, sans que ces mesures ne soient couvertes par une accréditation ou par un agrément. Vous avez indiqué que cela s'explique par l'absence d'exigences en la matière de la part de vos clients.

L'IRSN organisant périodiquement des essais de comparaison interlaboratoires sur la mesure du strontium 90 dans les matrices biologiques comme le lait qui correspond à une mesure réglementaire

de surveillance de l'environnement des INB, je vous invite à examiner les dispositions complémentaires à mettre en œuvre au niveau de votre laboratoire pour solliciter un agrément de l'ASN.

C.2. Informations à reporter sur le rapport d'essais

Sur le rapport d'essais, outre les indications minimales fixées à l'article 5.10.2 de la norme NF EN ISO/CEI 17025, je vous invite à mentionner systématiquement la valeur du coefficient d'élargissement k (égal à 1,96, sauf demande particulière du client) associée au calcul de l'incertitude lorsque le résultat est supérieur au seuil de décision. Si le résultat de la mesure est inférieur au seuil de décision, il importe que le rapport précise le niveau de risque α ou la valeur du coefficient k ($1-\alpha$) associée au seuil de décision. Si le laboratoire rend compte de la limite de détection, il convient de la même façon d'indiquer le niveau de risque β ou la valeur du coefficient k ($1-\beta$) associée à la limite de détection affichée.

C.3. Ergonomie d'accès au coffre blindé renfermant les sources scellées solides

L'ASN a noté que le positionnement du coffre blindé renfermant les sources scellées solides situé sur une paillasse derrière une armoire ainsi que l'angle d'ouverture de la porte rendent difficile l'accès aux sources scellées et peuvent entraîner des risques de chute de ces sources. Les inspecteurs pensent qu'il serait bon de faciliter l'accès à son contenu.

C.4. Amélioration des performances des mesures du Carbone 14 atmosphérique

Pour atteindre les performances adaptées aux besoins de la surveillance de l'environnement au voisinage de certaines installations nucléaires, l'ASN pense qu'il serait de l'intérêt du laboratoire de faire évoluer le mode opératoire MO-356 A de mesure de l'activité du carbone 14 dans l'air en complétant la mesure directe du carbone 14 dans la solution de soude par une méthode intégrant une étape préalable de concentration du carbone 14 avant sa mesure par scintillation liquide.

C.5. Tests de performance

Les procédures techniques associées aux mesures de radioactivité comprennent un chapitre dédié aux tests de performance faisant état du bilan des essais de validation de la méthode de mesure, ce qui constitue une bonne pratique. Pour que ces données soient exploitables, l'ASN estime qu'il serait utile d'afficher l'ensemble des résultats des mesures de chacun des tests sans se limiter aux seules conclusions du test de fidélité comme c'est le cas du MO-367-B. Par ailleurs je vous invite à veiller à ce que les abréviations utilisées soient aisément déchiffrables ou d'ajouter un glossaire pour que le dossier soit autoporteur.

C.6 Coordonnées de la division ASN de Caen

Les inspecteurs ont remarqué que l'adresse postale de la division ASN de Caen mentionnée sur les affiches apposées sur les coffres de la salle 1-17 est erronée. Je vous invite à les modifier avec l'adresse qui convient.

Vous voudrez bien me faire part de vos observations et réponses concernant ces points dans un délai qui n'excèdera pas **deux mois**. Pour les engagements que vous seriez amenés à prendre, je vous demande de bien vouloir les identifier clairement et d'en préciser, pour chacun, l'échéance de réalisation.

Je vous prie d'agréer, Monsieur le Directeur, l'assurance de ma considération distinguée.

**Pour le Directeur général de l'ASN et par délégation,
Le Chef de division,**

SIGNEE PAR

Simon HUFFETEAU