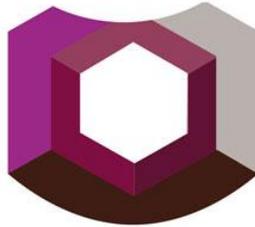


Aérial<sup>®</sup>



Parc d'Activités des Fourches  
Cherbourg-en-Cotentin

# LES APPLICATIONS DE L'IRRADIATION

**04 et 05 AVRIL 2018**

MERCREDI 14h30 à 17h30 / JEUDI 08h30 à 16h30



Mesure de la dose absorbée lors de l'irradiation par un faisceau d'électrons ou de rayons X

Florent Kuntz, Eric Moszczynski, Abbas Nasreddine, Sébastien Riegler, Alain Strasser

- Aérial: Qui sommes nous? Que faisons nous?
- Systèmes dosimétriques
- Grandeurs d'influence
- Etalonnage des systèmes dosimétriques et incertitudes
- De nouveaux besoins? Quoi de neuf?



Aérial



# Présentation d'Aérial



- Centre de Ressources Technologiques
- Institut Technologique Agro-Industriel
- Accréditation COFRAC
- Centre de collaboration avec l'AIEA





Aérial



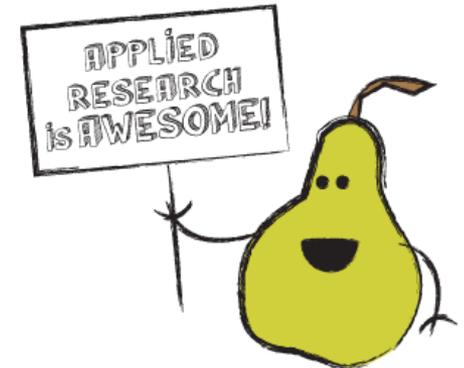
# Présentation d'Aérial



- Depuis 1985, la vocation d'Aérial est d'anticiper les problèmes industriels et d'assister toute entreprise, notamment les PME en :



Recherche appliquée  
Conseils – expertise  
Assistance technique  
Formation





Aérial



# Présentation d'Aérial



- 3 domaines d'activité:
  - Les applications industrielles des rayonnements et la dosimétrie
  - La qualité des produits alimentaires (nutritionnelle, sensorielle, microbiologique)
  - La lyophilisation au service de la pharmacie et de la bio industrie





Aérial

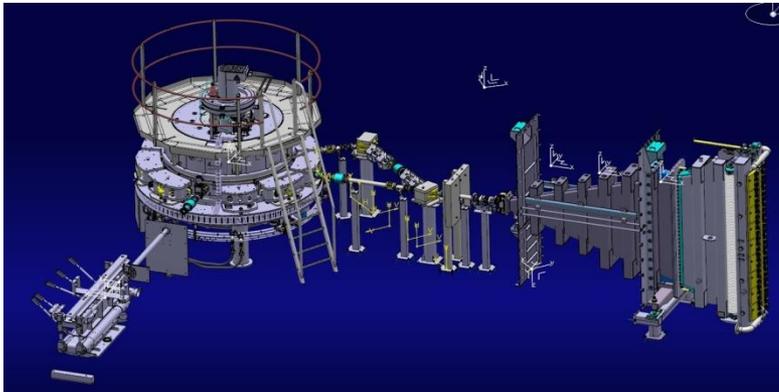


# Présentation d'Aérial



## ■ Moyens d'irradiation:

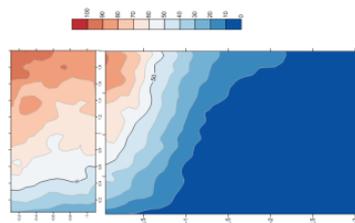
- Accélérateur d'électrons:
  - électrons **2.3MeV**
  - rayons X jusqu'à **2.3MV**
- Générateur de rayons X :
  - rayons X jusqu'à **100kV**
- *Rhodotron – FEERIX:*
  - électrons *10MeV*
  - rayons X *5 ou 7MV*





Aérial

## ■ Prestations en dosimétrie:



- Simulations
- Mesure de dose et étalonnage (COFRAC)
- Formations en dosimétrie industrielle et applications
- Développement de systèmes dosimétriques innovants



**Dosimétrie RPE**  
AerEDE (alanine)



**DosASAP**  
Profils de dose avec CTA



**Dosimétrie Optique**  
AerODE (FWT, GEX, Harwell,  
GafChromic, CTA)



Une plateforme d'essais, de développement et de formation aux caractéristiques industrielles

**Rhodotron (10 MeV, 100 kW)**

**Convoyeur 'Electrons'**  
**Convoyeur 'Rayons X'**





## Dosimétrie :

Mesure de dose absorbée au moyen de dosimètres

## Dosimètre :

Matière ou dispositif présentant une réponse mesurable et reproductible lors de l'irradiation et qui peut être utilisée pour mesurer la dose absorbée à un endroit donné

## Système dosimétrique :

Système comprenant les dosimètres, les appareils de mesure, l'étalonnage et les procédures de mise en oeuvre



Le système dosimétrique mesure la dose absorbée par le dosimètre !

Quid de la dose absorbée par l'échantillon irradié?



Aérial



# Classification des dosimètres



## Type I

Dosimètre de haute qualité métrologique, dont la réponse est affectée par des grandeurs d'influence d'une manière bien définie **qui peut** être exprimée en termes de facteurs de correction indépendants

## Type II

Un dosimètre dont la réponse est affectée par des grandeurs d'influence d'une manière complexe qui **ne peut pas** être exprimée en termes de facteurs de correction indépendants



Aérial®

## Exemples de Dosimètres de Type I

<b>Dosimeter</b>	<b>Description</b>	Reference ISO/ASTM Reference
<b>Alanine/EPR</b>	Pellet or film containing alanine. Measured by EPR spectroscopy of radiation-induced radicals.	51607
<b>Ceric-Cerous Sulphate</b>	Liquid solution of ceric and cerous ions in sulphuric acid. Measured by spectrophotometry or potentiometry.	51205
<b>Ethanol Chlorobenzene</b>	Liquid solutions containing chlorobenzene in ethanol. Measured by titration	51538



Aérial®



# Classification des dosimètres



## Exemples de Dosimètres de Type II

Dosimeter	Description	Reference ISO/ASTM
<b>Calorimeter</b>	Calorimetric body (absorber), thermal insulation, and temperature sensor with wiring.	51631
<b>Cellulose Triacetate</b>	Cellulose triacetate (CTA) film. Measured by spectrophotometry.	51650
<b>Ethanol Chlorobenzene</b>	Liquid solution containing chlorobenzene in ethanol. Measured by spectrophotometry or oscillometry.	51538



Aérial®



# Classification des dosimètres



## Exemples de Dosimètres de Type II

Dosimeter	Description	Reference ISO/ASTM
<b>LiF photo-fluorescent</b>	Lithium fluoride in film. Measured by photo-stimulated luminescence.	E2304
<b>PMMA</b>	Specially developed dyed or clear polymethylmethacrylate. Measured by spectrophotometry.	51276
<b>TLD</b>	A phosphor, either alone, or incorporated in a material. Measured by thermoluminescence.	51956

## Exemples de Dosimètres de Type II

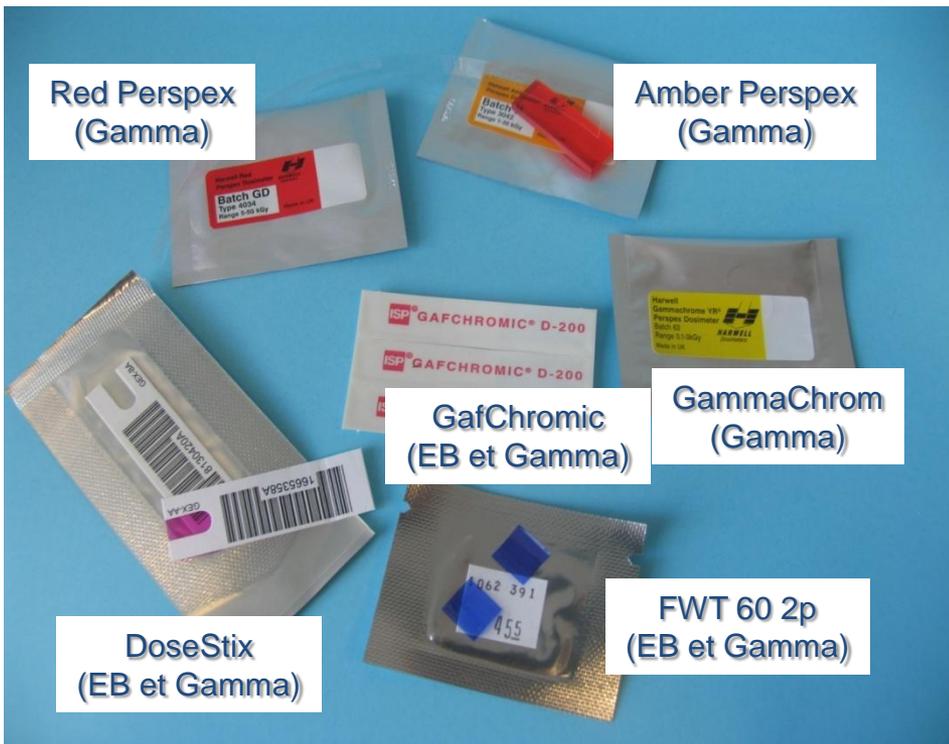
Dosimeter	Description	Reference ISO/ASTM
<b>Radiochromic Film</b>	Specially prepared film containing dye precursors. Measured by spectrophotometry.	51275
<b>Radiochromic Liquid</b>	Specially prepared solution containing dye precursors. Measured by spectrophotometry.	51540
<b>Radiochromic Optical Waveguide</b>	Specially prepared optical waveguide containing dye precursors. Measured by spectrophotometry.	51310



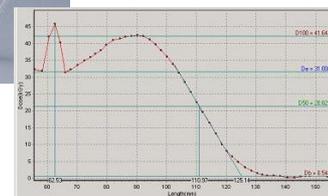
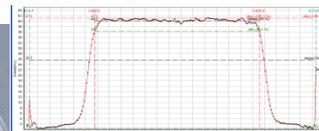
# Exemples de Dosimètres (routine/reference)



Aérial®



CTA strip  
(EB et Gamma)



Pour profils de Dose  
(Energie, Scanning, ...)



Alanine  
(EB and Gamma)

Dosimétrie de référence  
(Etalonnage, Vérification)

Pour dosimétrie ponctuelle  
(Routine, OQ/PO, ...)

Sample N°	BGD	Cell	Abs	T(µm)	(A-B)/T(1/cm)	9.976	20090418@12h13m05
10b	0.102	0.163	4.8800	9.88	9.805	0.082	20090418@12h15m35
25a	0.102	0.245	11.250	24.46	24.44	-0.690	20090418@12h18m12
25b	0.102	0.336	18.320	41.55	41.52	-0.413	20090418@12h20m13
40a	0.102	0.436	26.720	60.31	60.56	-0.724	20090418@12h23m04
40b	0.102	0.437	26.800	60.31	60.75	-0.430	20090418@12h25m53
60a	0.102	0.532	34.400	78.82	79.16	-0.430	20090418@12h27m50
60b	0.102	0.530	34.240	78.82	78.77	0.063	20090418@12h29m33
75a							
75b							



Aérial®



# Exemples de Dosimètres (routine/reference)



Aérial - La bonne dose d'innovation

Exemple :      Système dosimétrique  
Spectrophotomètre / GEX B3

→ coloration rose

→ Réponse  $R = (A - A_0) / e$



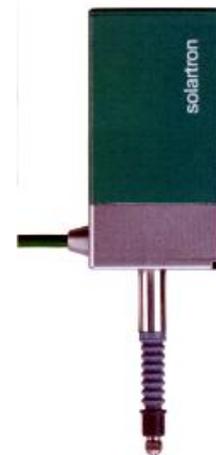
## Equipments de dosimétrie optique

$$\text{Réponse } R = (A - A_0) / e$$

Spectrophotomètre UV-Vis



Jauge Digitale



# Systeme dosimétrique Paramagnétique

Réponse  $R = f (H_{pp}, (m), k_{standard}, k_T, k_{fading}, \dots)$

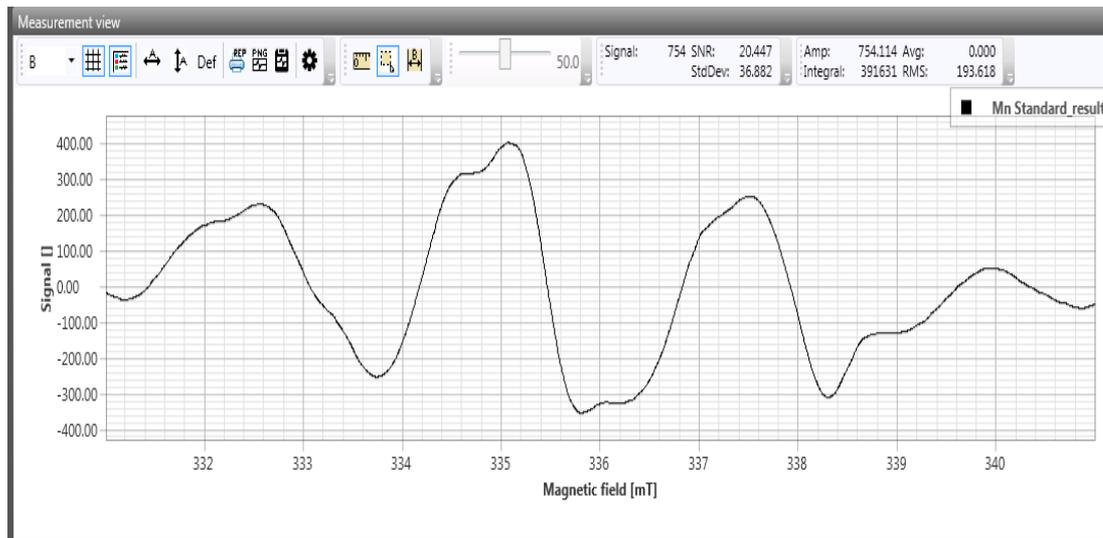
Spectromètre RPE (Magnetech Type MS 300 – 400 - 5000) (+ balance)



# Systeme dosimetrique Paramagnetique

Exemple : Systeme dosimetrique RPE/Alanine

Substance : Alanine  $\text{CH}_3\text{CHNH}_2\text{COOH}$   
(Acide aminé :  $\text{COOH}$ ,  $\text{NH}_2$ )



Systeme dosimetrique  
secondaire de reference

## Avant irradiation

- HR, Température, lumière, atmosphère ...

## Lors de l'irradiation

- HR, Température, lumière, débit de dose, atmosphère, énergie, type de rayonnement, ...

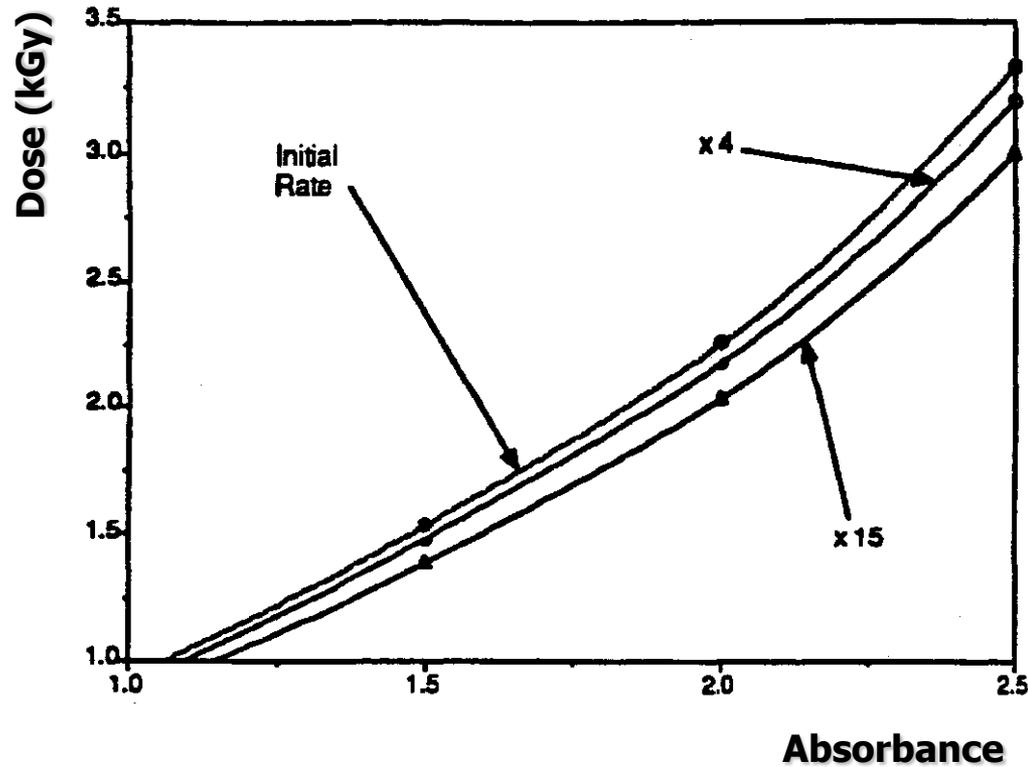
## Post irradiation

- HR, Température, lumière, atmosphère, durée (fading), ...



Beaucoup de littérature mais souvent mono factorielle ...

Effet du débit de dose sur la réponse du dosimètre



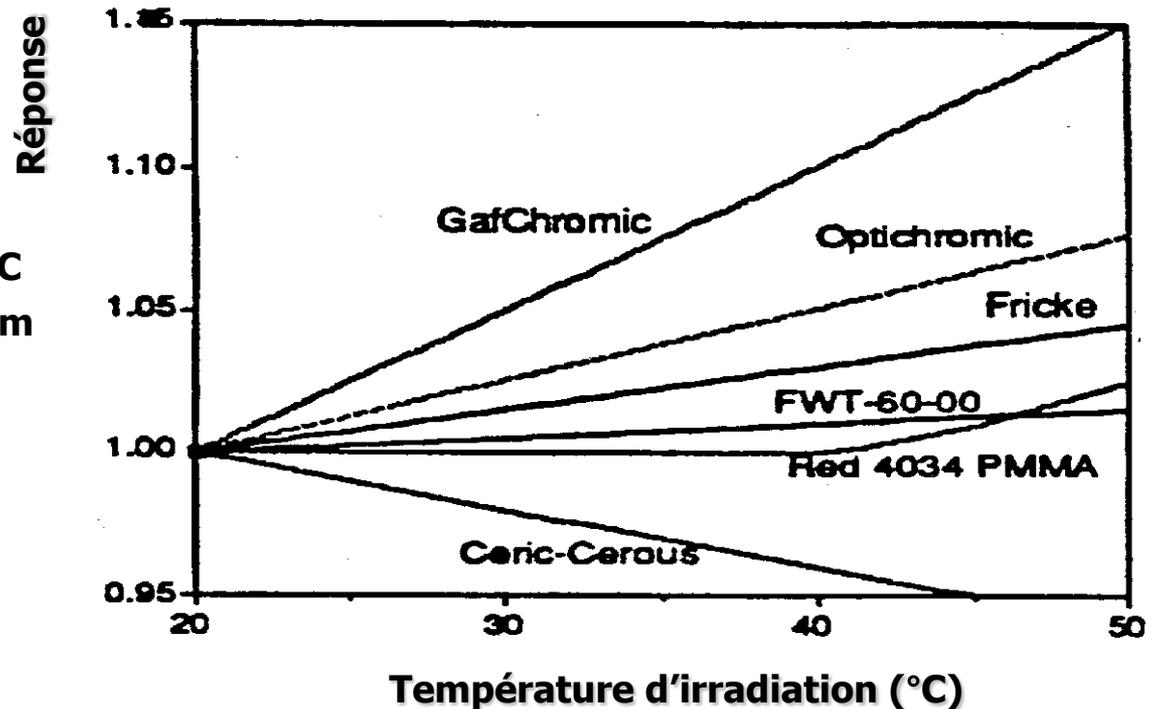
Doc. Harwell

## Effet de la température d'irradiation sur la réponse du dosimètre

Exemple : **FRICKE**

$G(\text{Fe III}) = 1,62 \cdot 10^{-6} \text{ mol / J}$  à 25°C  
 $\epsilon_m = 216,4 \text{ m}^2/\text{mol}$  à 25°C et 304 nm

$G \cdot \epsilon_m$  dépend de la température  
 (+0,16 % / °C)

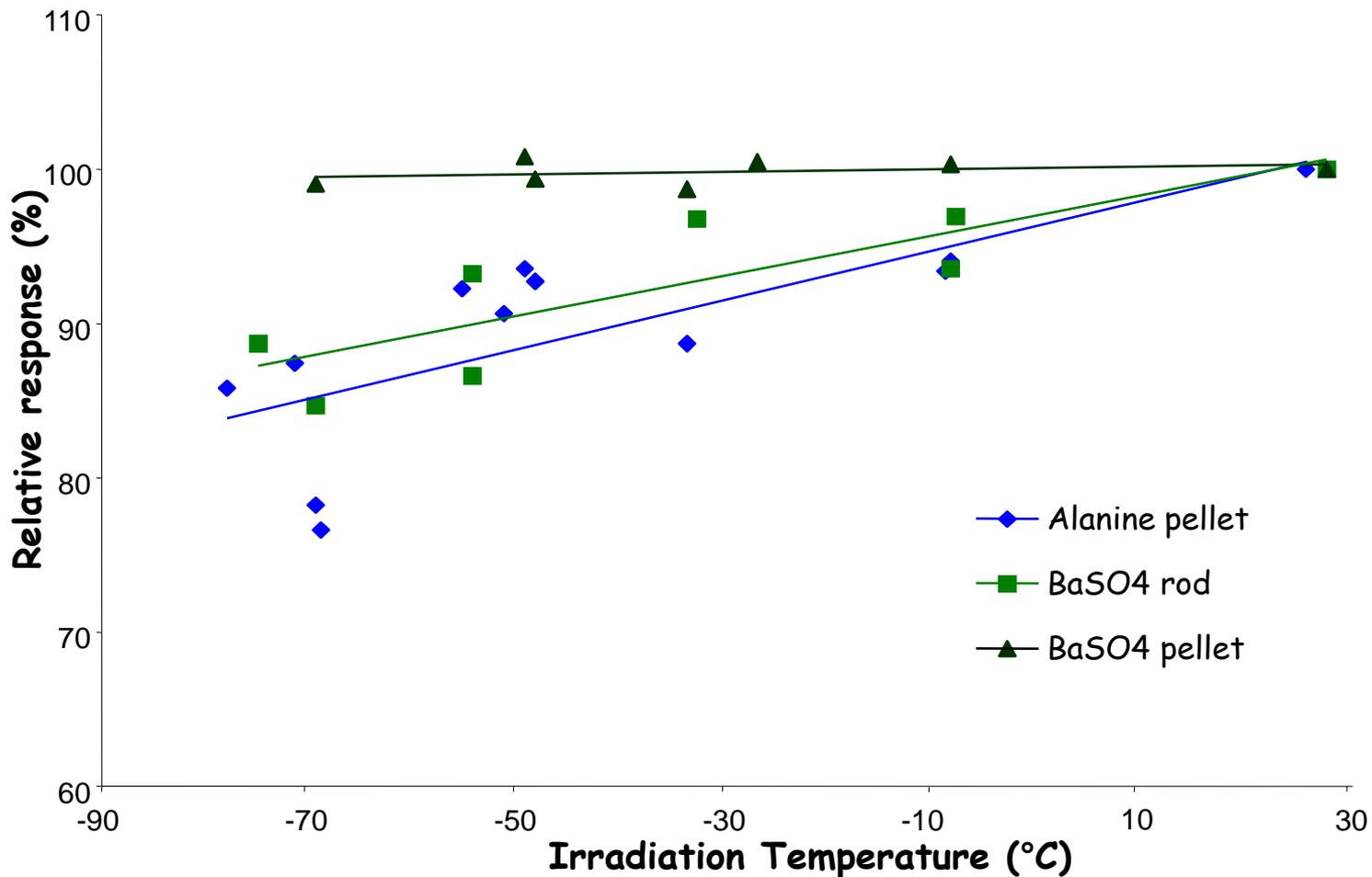




Aérial®



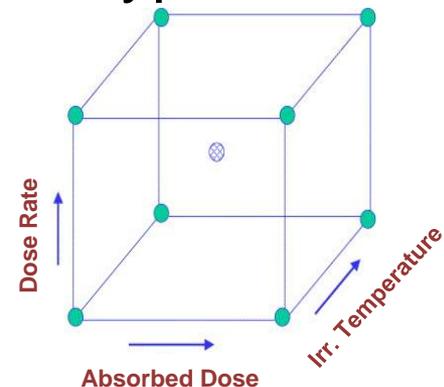
# Grandeurs d'influence



## Projet DosCryoTemp: Approche multi factorielle

→ 3 facteurs pour chaque type de dosimètre et un type de rayonnement donné

Plan factoriel complet avec point central



- **Dose absorbée** (2 kGy, 50 kGy et 26 kGy au point central)
- **Température d'irradiation** (-78°C, 0°C et -40°C point central)
- **Débit de dose** ( 0,1 kGy/s, 2 kGy/s et 1 kGy/s au point central)

Type de rayonnement (faisceau d'électrons de 2,2 MeV)

Types de dosimètres (FWT, GEX, Alanine)



# Grandeurs d'influence

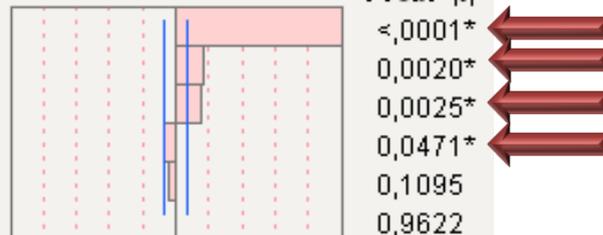


**FWT 60**  
LAMI 90



## Coefficient estimation

Terme	Erreur		Rapport t	Prob.> t
	Estimation	standard		
Dose(2,50)	24,738774	0,580276	42,63	<,0001*
Température(-78,0)	4,443891	0,615697	7,22	0,0020*
Température*Dose	4,148617	0,613678	6,76	0,0025*
Débit de dose(0,1,2)	-1,65511	0,583608	-2,84	0,0471*
Dose*Débit de dose	-1,154672	0,562894	-2,05	0,1095
Température*Débit de dose	0,0309727	0,614807	0,05	0,9622





# Grandeurs d'influence

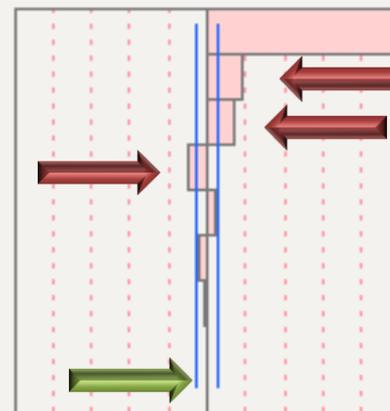


# Alanine



## Coefficient estimation

Terme	Estimation	Erreur standard	Rapport t	Prob.> t
Dose(2,50)	98,403381	2,328865	42,25	<,0001*
Température*Dose	20,223516	2,656743	7,61	0,0004*
Température(-78,0)	25,271332	4,30522	5,87	0,0046*
Dose*Dose	-19,92375	5,114225	-3,90	0,1020
Débit de dose*Débit de dose	8,7292065	4,727636	1,85	0,1463
Température*Température	-9,937254	6,175772	-1,61	0,6348
Dose*Débit de dose	-1,141074	2,311302	-0,49	0,9118
Température*Débit de dose	0,3082729	2,697102	0,11	0,9335
Débit de dose(0,1,2)	-0,190508	2,211928	-0,09	



$$\text{Response} = 127,96 + 98.40 \times \text{Dose} + 25,27 \times \text{Temp} + 20,22 \times \text{Dose} \times \text{Temp} - 19,92 \times \text{Dose} \times \text{Dose}$$



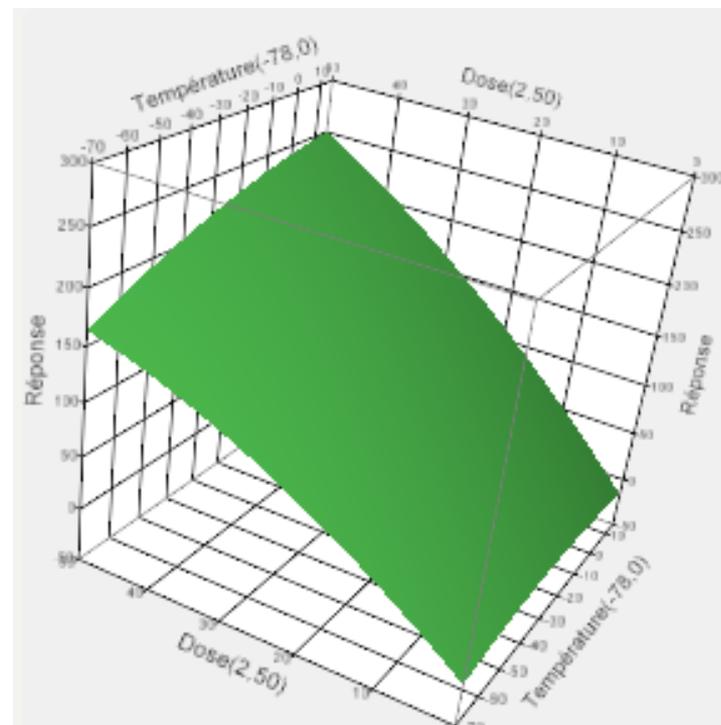
# Grandeurs d'influence



Aérial®

## Coefficient estimation

Terme	Estimation
Dose(2,50)	98,403381
Température*Dose	20,223516
Température(-78,0)	25,271332
Dose*Dose	-19,92375
Débit de dose*Débit de dose	8,7292065
Température*Température	-9,937254
Dose*Débit de dose	-1,141074
Température*Débit de dose	0,3082729
Débit de dose(0,1,2)	-0,190508

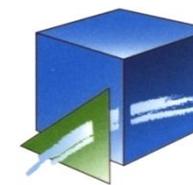
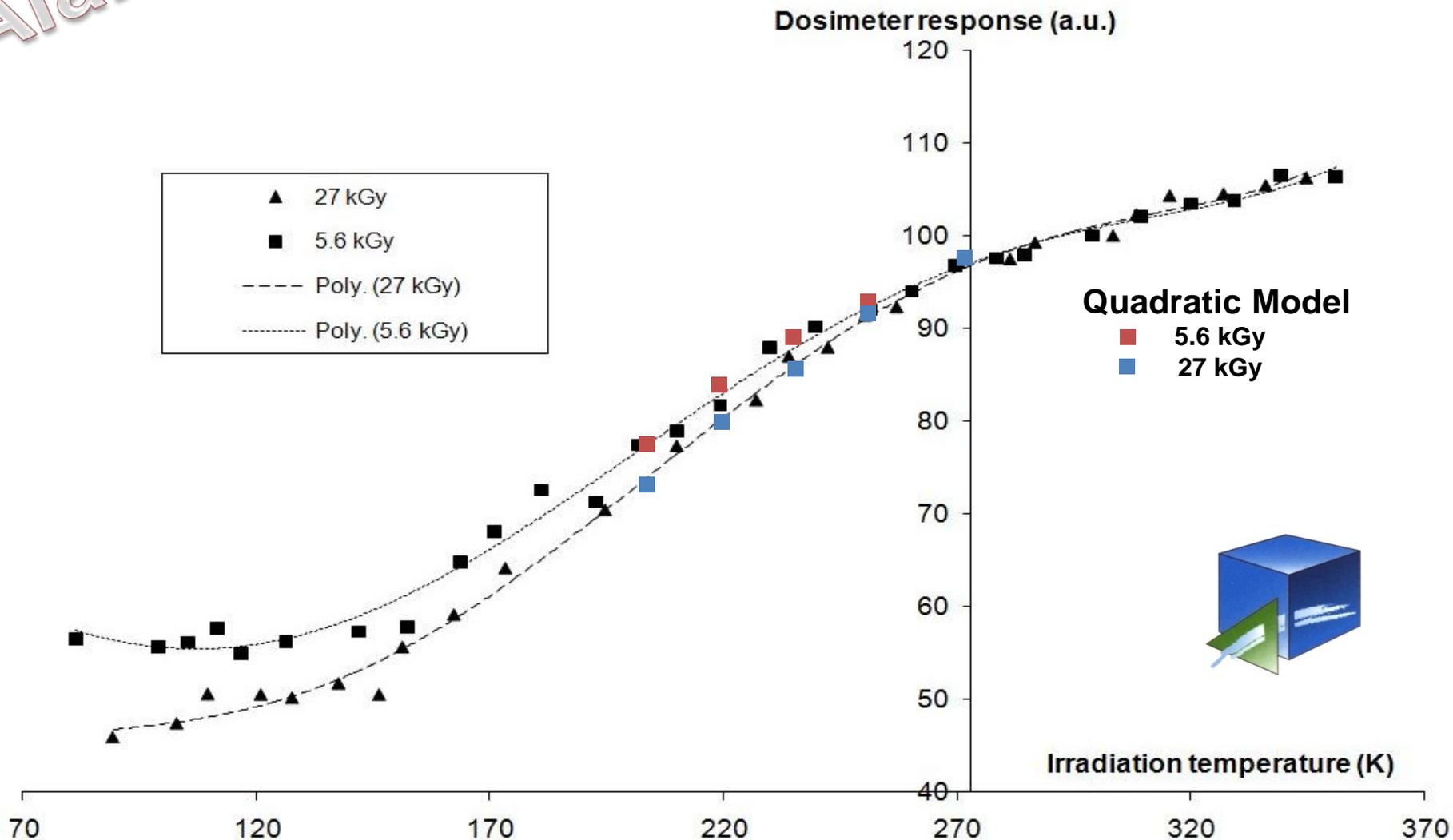


$$\text{Response} = 127,96 + 98,40 \times \text{Dose} + 25,27 \times \text{Temp} + 20,22 \times \text{Dose} \times \text{Temp} - 19,92 \times \text{Dose} \times \text{Dose}$$

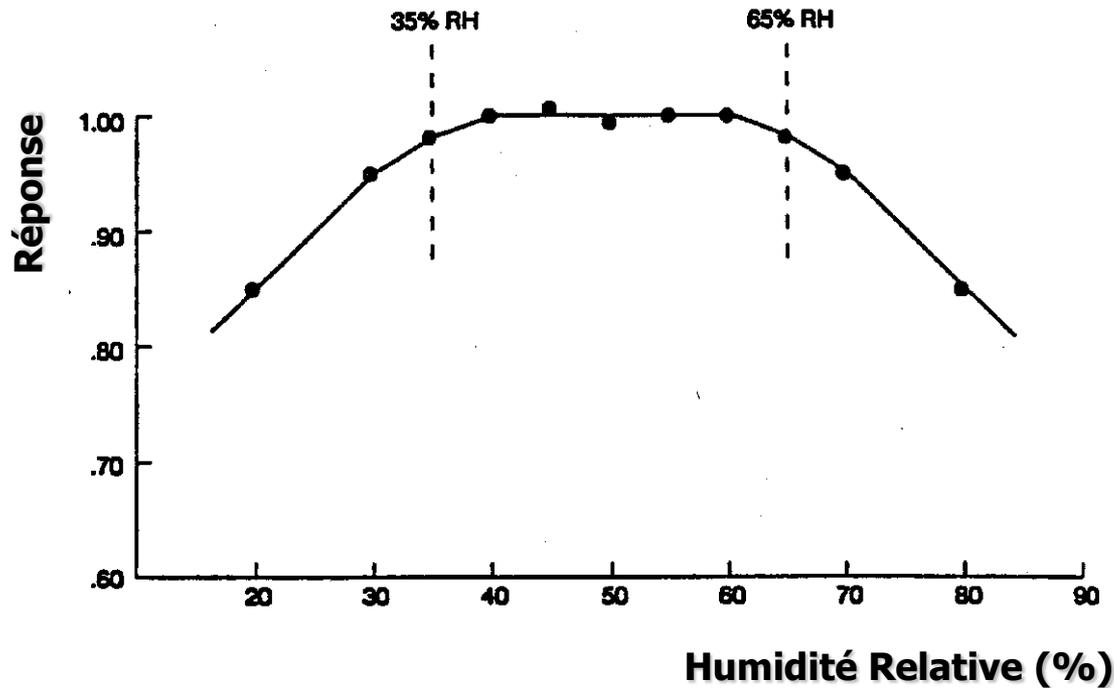


Aérial<sup>®</sup>

## Comparison with Former Results



Effet de l'humidité sur la réponse d'un dosimètre optique



Stabilité du signal RPE de l'alanine avec l'humidité relative

**Après 6 jours de stockage    Après 33 jours de stockage**

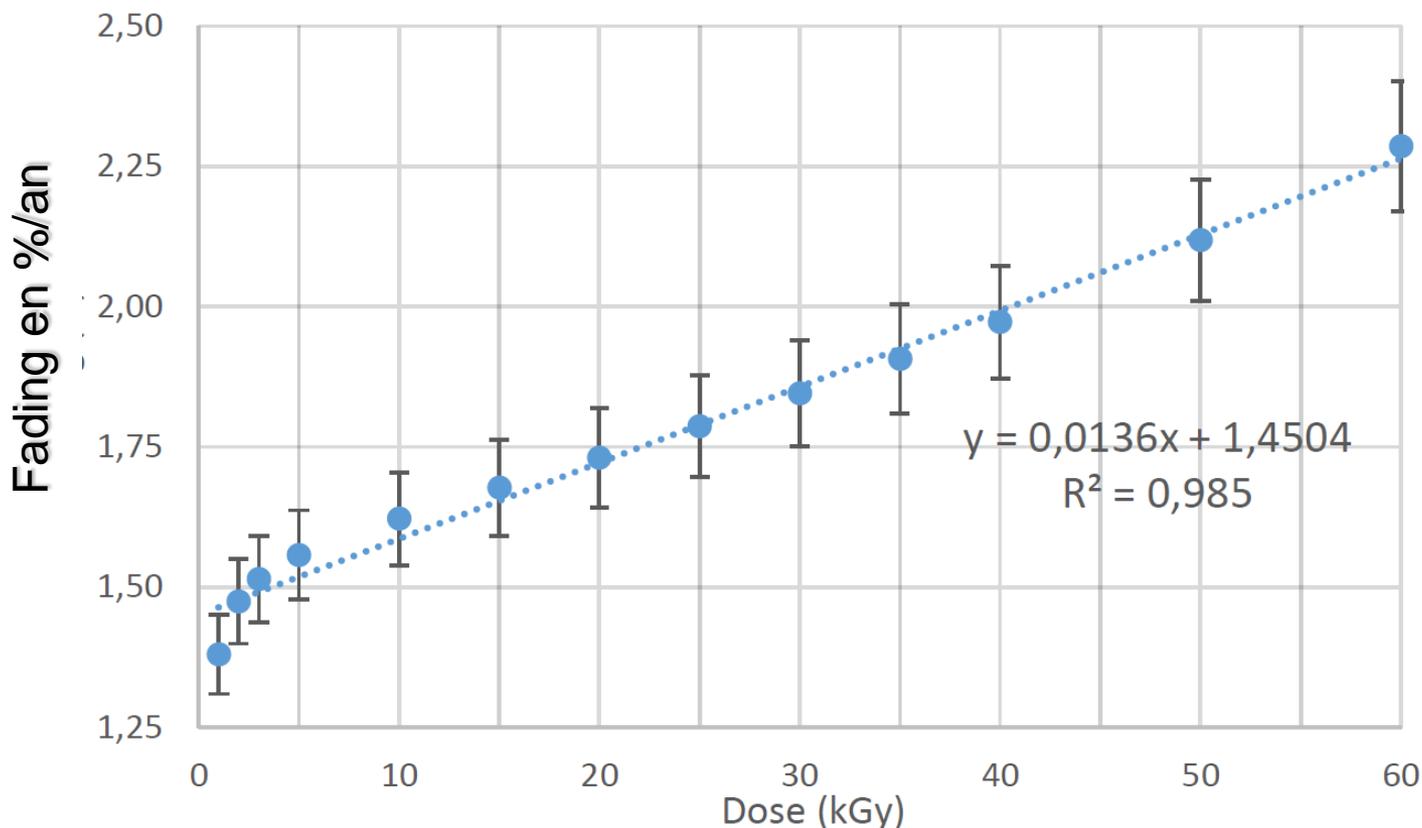
22 % RH	100.0 %	100.0 %
43 % RH	99.2 %	98.8 %
75 % RH	96.5 %	92.5 %
Dans l'eau	0 %	0 %

## Stabilité du signal RPE du BaSO<sub>4</sub> avec l'humidité relative

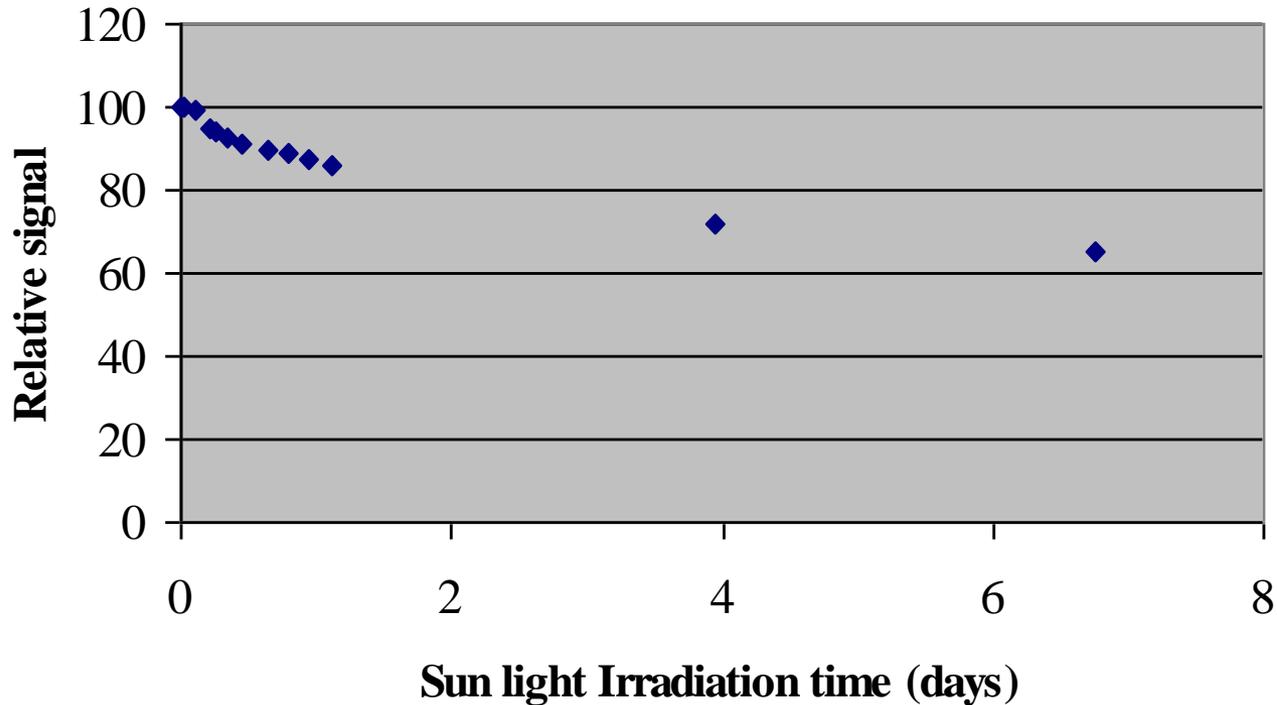
Après 40 jours de stockage

22 % RH	100.0 %
43 % RH	99.8 %
75 % RH	96.6 %
Dans l'eau	85.7 %

Coefficient de perte de la réponse de l'Alanine  
→ dépend de la dose absorbée



## Stabilité du signal RPE sous irradiation UV (SUNTEST)





Aérial®

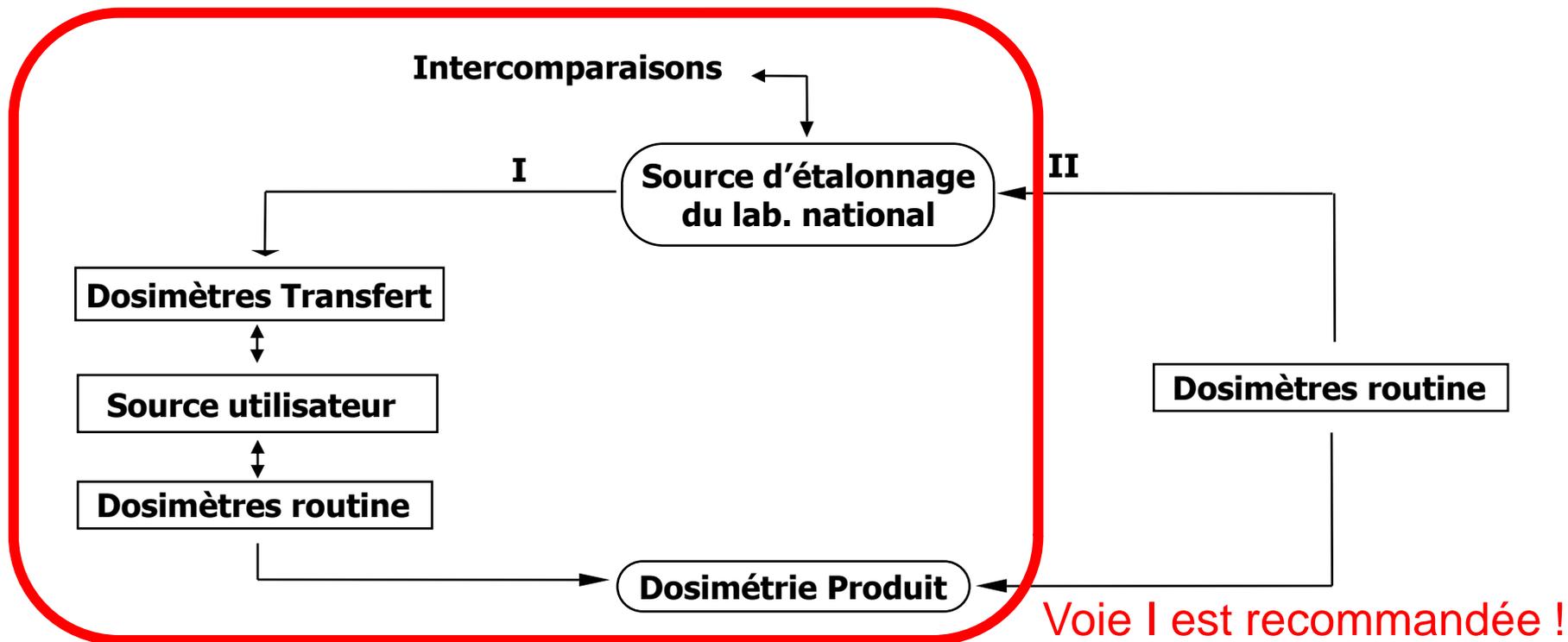


# Création des étalons



Garantir la traçabilité à un étalon (inter)national

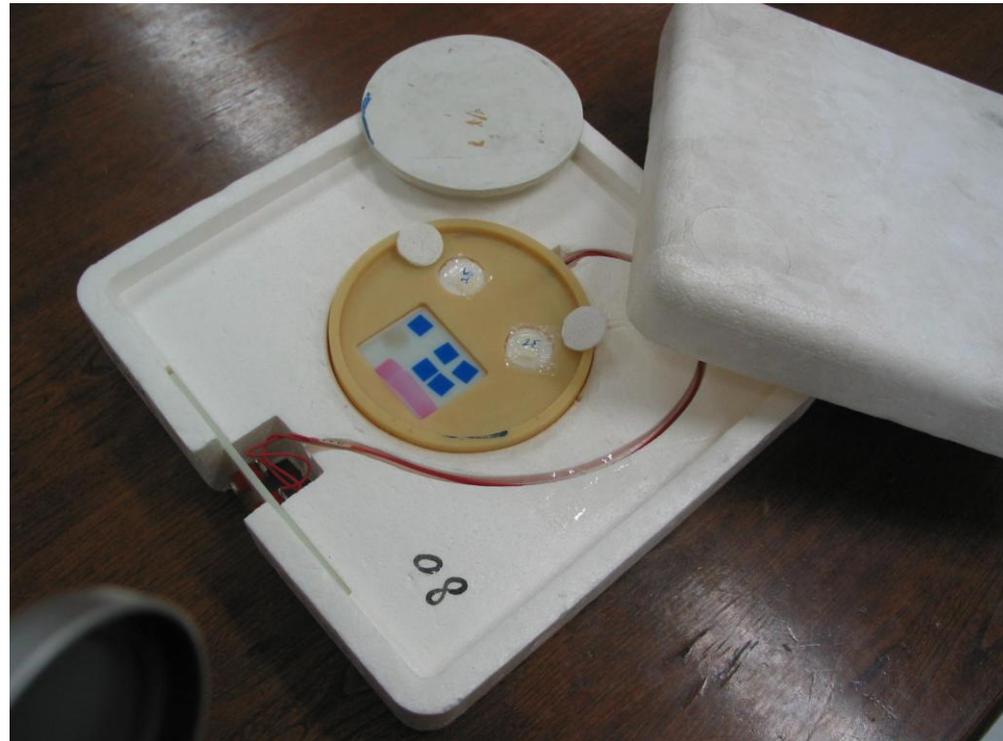
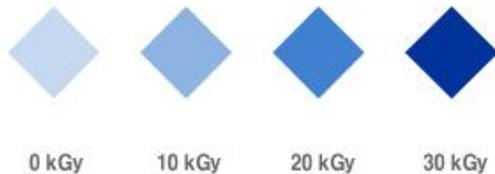
ISO/ASTM 51261: **Etalonnage annuel !**



Étalons :

Irradiation de dosimètres de manière traçable à un étalon (inter)national

Faisceau d'électrons  
forte énergie



Étalons : Irradiation de dosimètres de manière traçable à un étalon (inter)national

**Energie E Beam > 300 keV (surface)**



Dosimètres placés sur  
plaque de PS

Dosimètre routine (FWT, Windose...)

Dosimètre Alanine (référence)

## Irradiation Dosimètres de Routine:

- Traçabilité (Labo Accrédité)
- Irradiation sur installation industrielle recommandée
- 5 niveaux de doses par décade ( $N_{DL} > 5 * \log_{10}(D_{max}/D_{min})$ )
  - $D_{min}$  0,1 kGy,  $D_{max}$  10 kGy → min 10 niveaux de dose
- 4 dosimètres par niveau de dose minimum

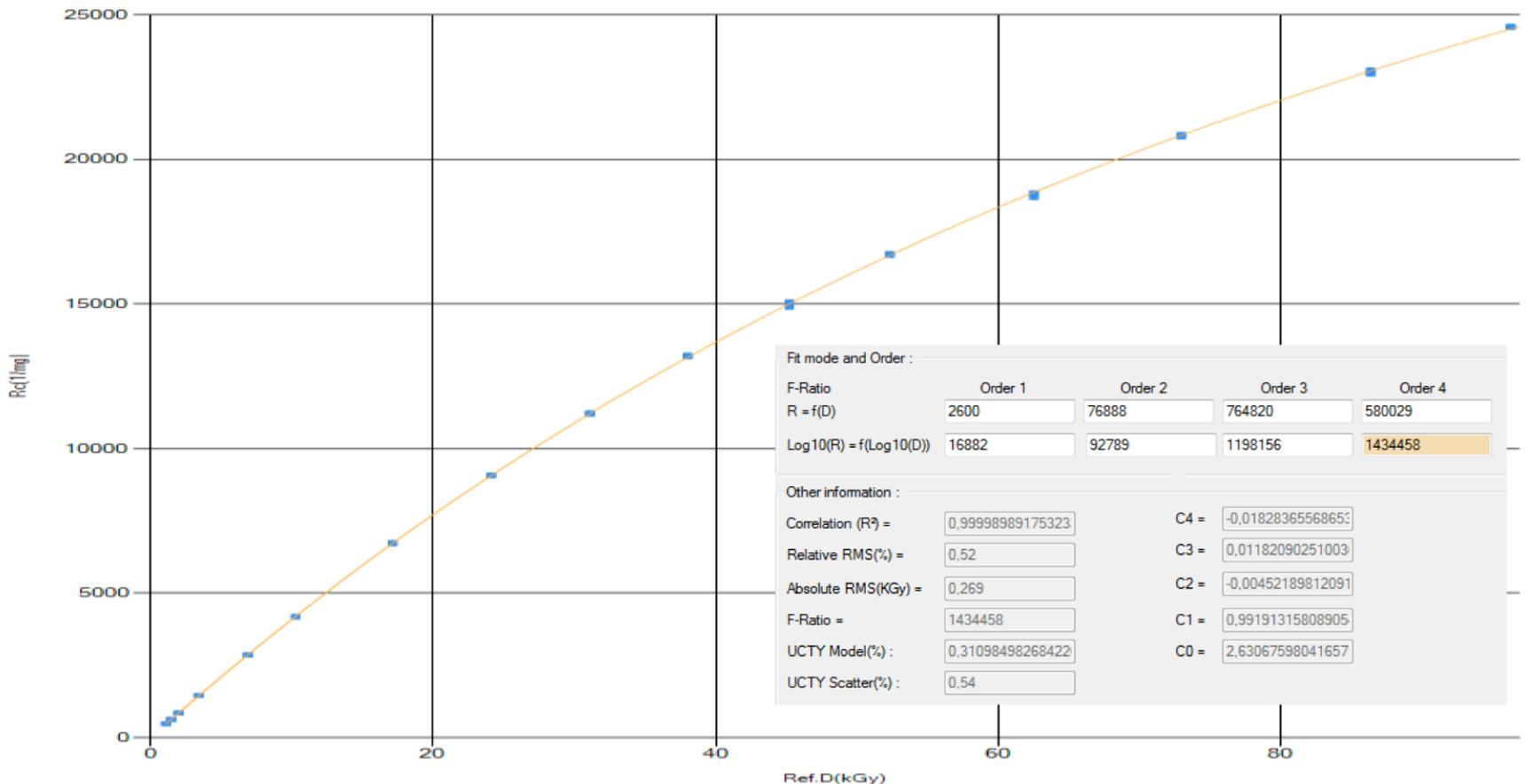
## Lecture des dosimètres de routine (Réponse):

- Instrumentation étalonnée/vérifiée
- Instrumentation étalonnage = instrumentation routine
- Modèle Réponse en fonction de la dose absorbée
- Choix du meilleur modèle (Résidus faibles et F Statistic fort)

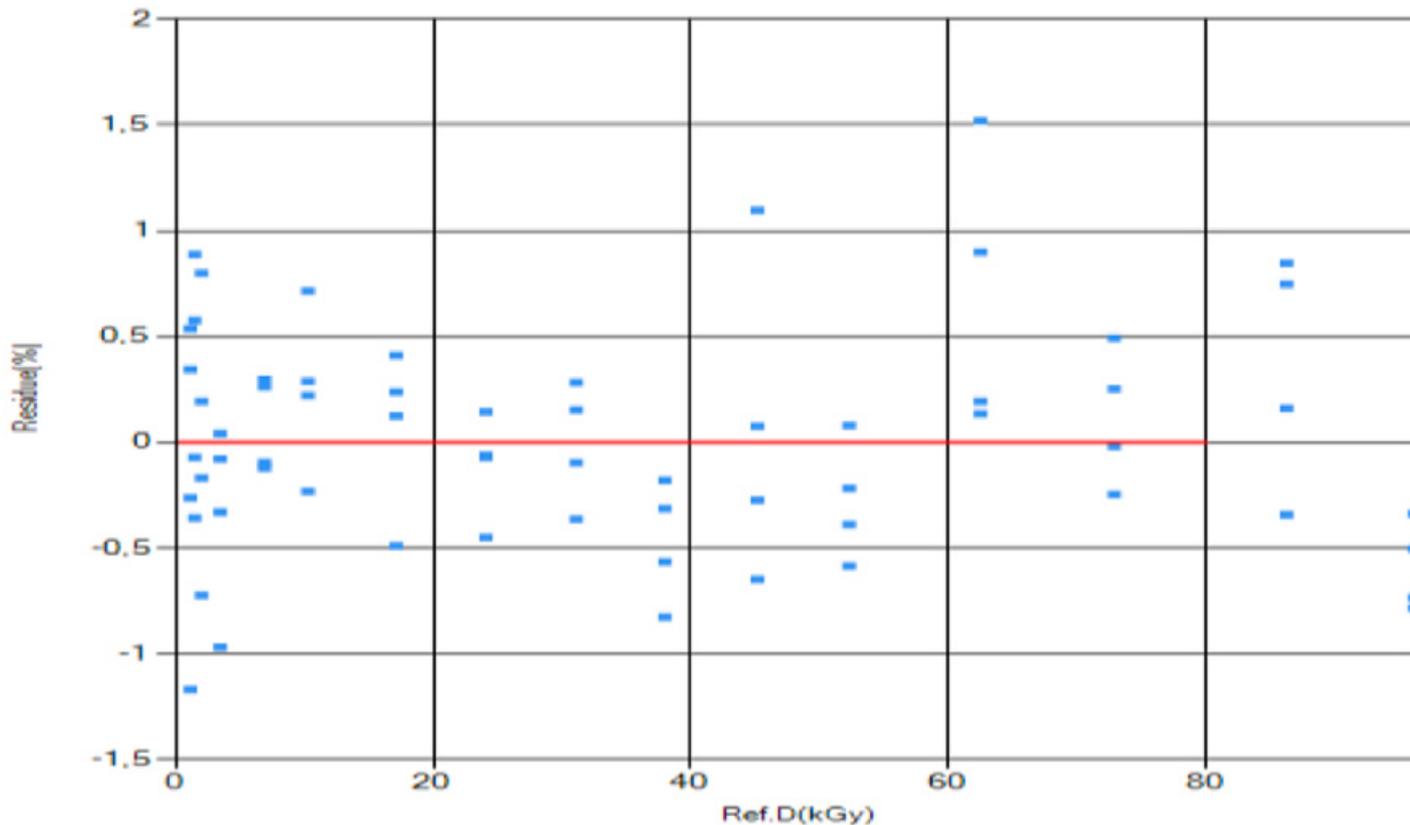
## Vérification de l'étalonnage:

- Après étalonnage (avec labo accrédité) et une fois par an au moins

⇒ Modélisation par un polynôme  
 ⇒ Établissement de la courbe de référence



⇒ Établissement du graphe des résidus





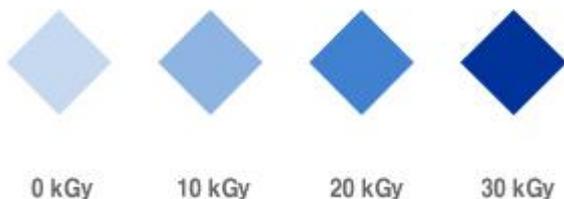
Aérial®



# Et l'incertitude ?



**Incertitude de la mesure de dose et non de la dose produit !**



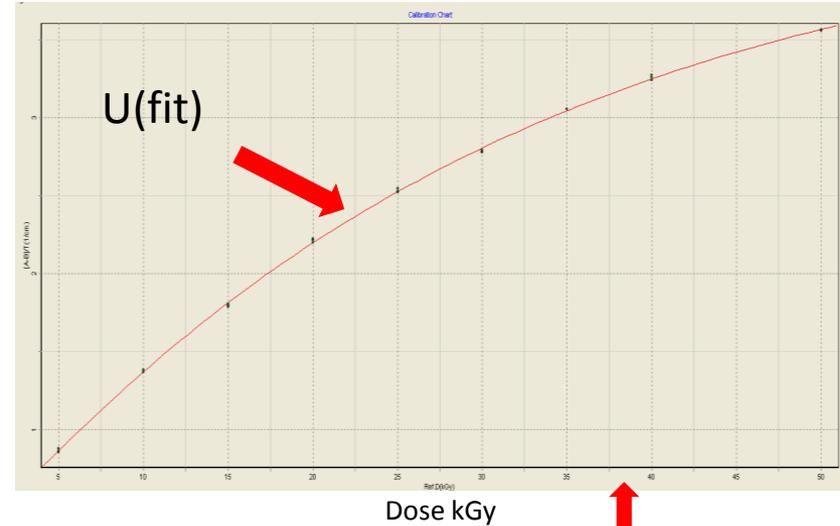
Deux principales sources à considérer

- Courbe d'étalonnage
- Mise en oeuvre des dosimètres en routine

U(Réponse:  
instrumentation,  
conditions d'irradiation)



Routine Dosimeter response

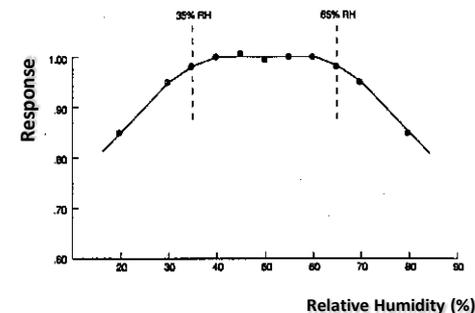
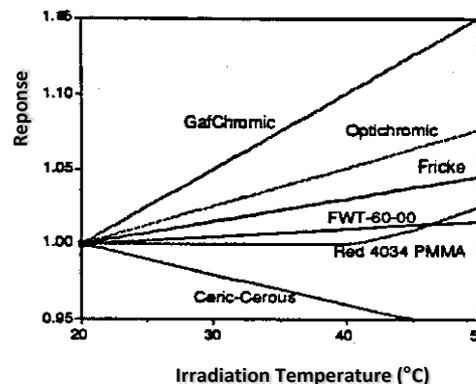
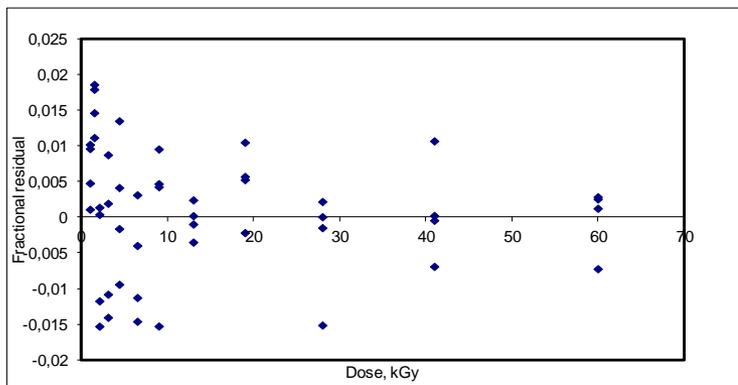


U(Doses de référence)

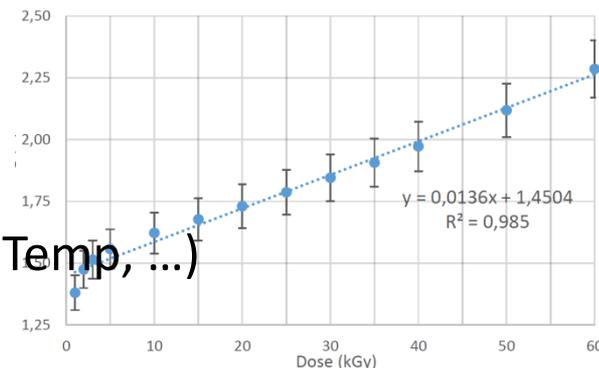
- Incertitude des doses de référence
- Incertitude de la modélisation
- Incertitude de la réponse (instrumentation, condition d'irradiation, ...)



# Mise en œuvre des dosimètres



- Reproductibilité des dosimètres
- Incertitude liée aux conditions d'irradiation (RH%, Temp, ...)
- Incertitude liée à la l'instabilité de la réponse des dosimètres
- Incertitude de l'instrumentation de mesure





# Incertitude de la dose mesurée

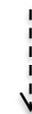


Données à k=1 (multiplier par 2 pour k=2)

Combinaison quadratique  $u_c = (u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + \dots)^{1/2}$

Analyse statistique

Autre source



Component of uncertainty	Type A (%)	Type B (%)
Calibration irradiation doses		1.1
Fit of calibration function	0.6	
Dosimeter-to-Dosimeter scatter	1.0	
Effect of temperature on reference dosimeter		1.2
Difference in dose to reference and calibration dosimeters		0.6
Variation in plant environmental conditions		?
Instability of dosimeter readings		?
Instability of instrumentation		?
Calibration curve correction (influence factors)		?
Quadrature sum	1.2	1.7 ?
Overall quadrature sum		2.2 ?



→ Incertitude à  $k=1$  : 2.2 %

→ Incertitude à  $k=2$  : 4.4 %

**Dose mesurée = 19.6 +/- 0.9 kGy ( $k=2$ )**



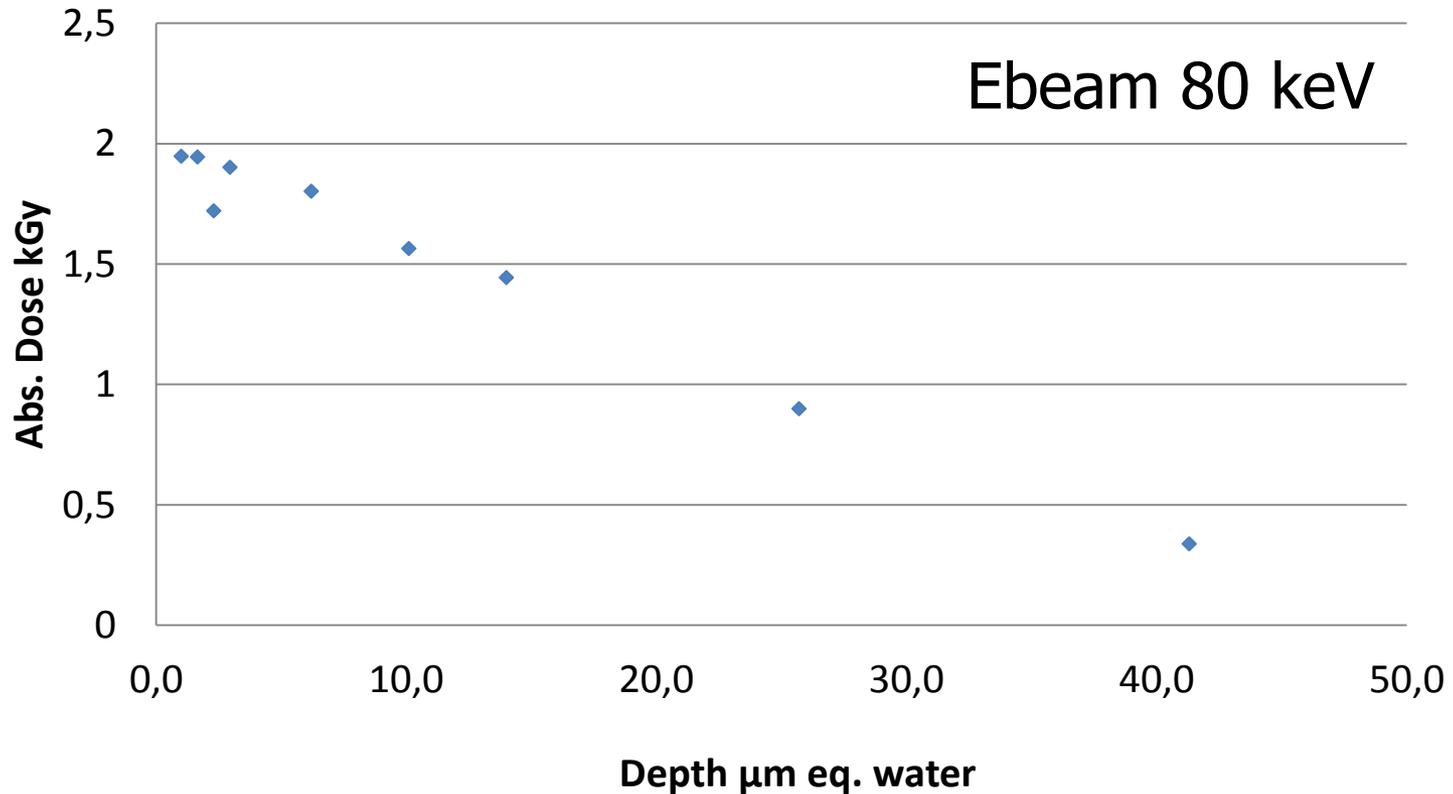
Qu'en est-il de l'incertitude de la dose produit ?



Aérial®



→ Dosimétrie pour applications faisceau d'électrons de faible énergie

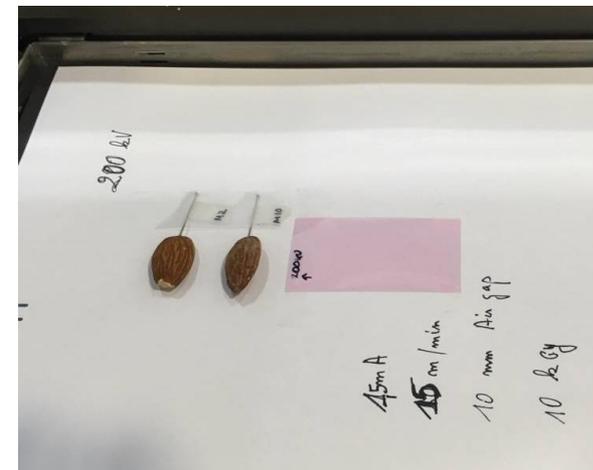
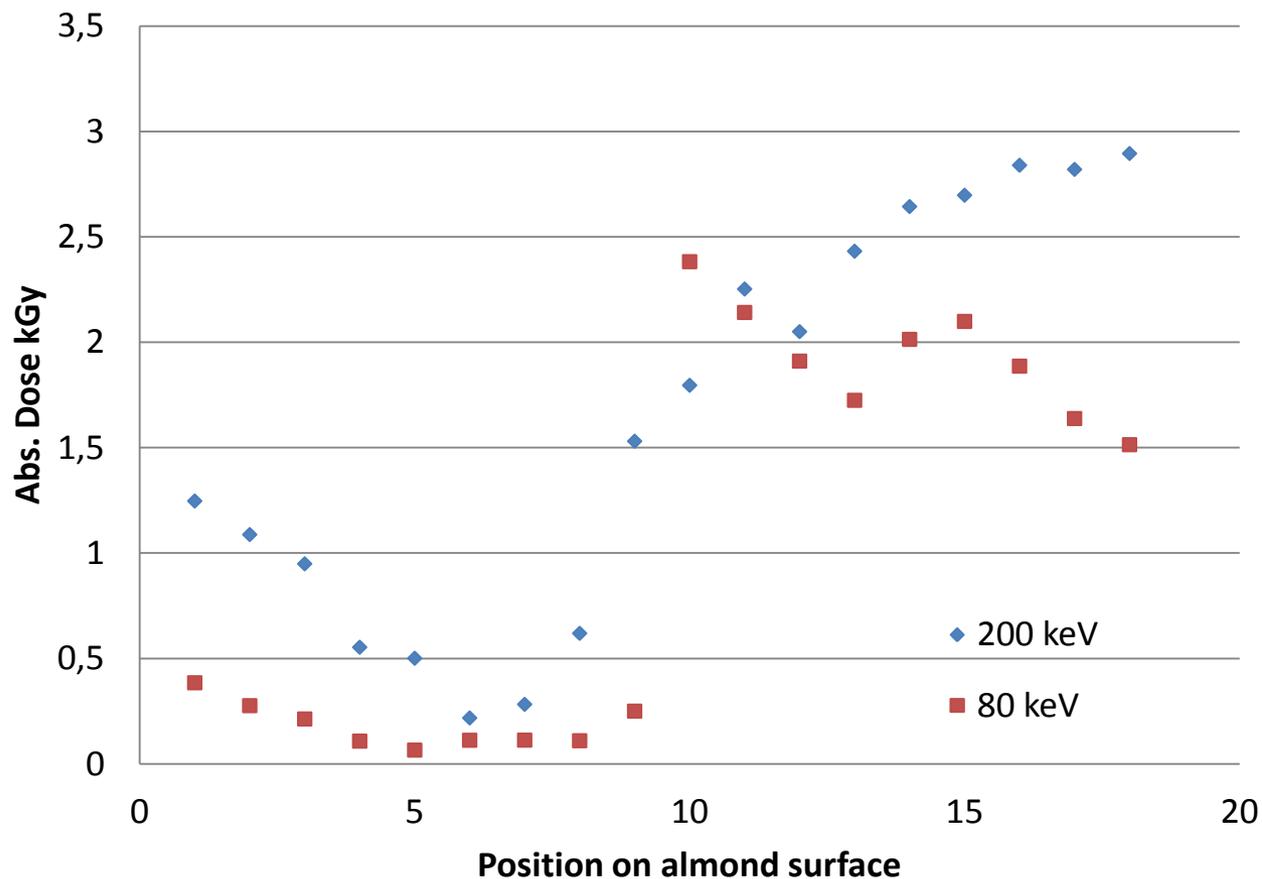




Aérial®



## → Dosimétrie pour applications Ebeam basse énergie





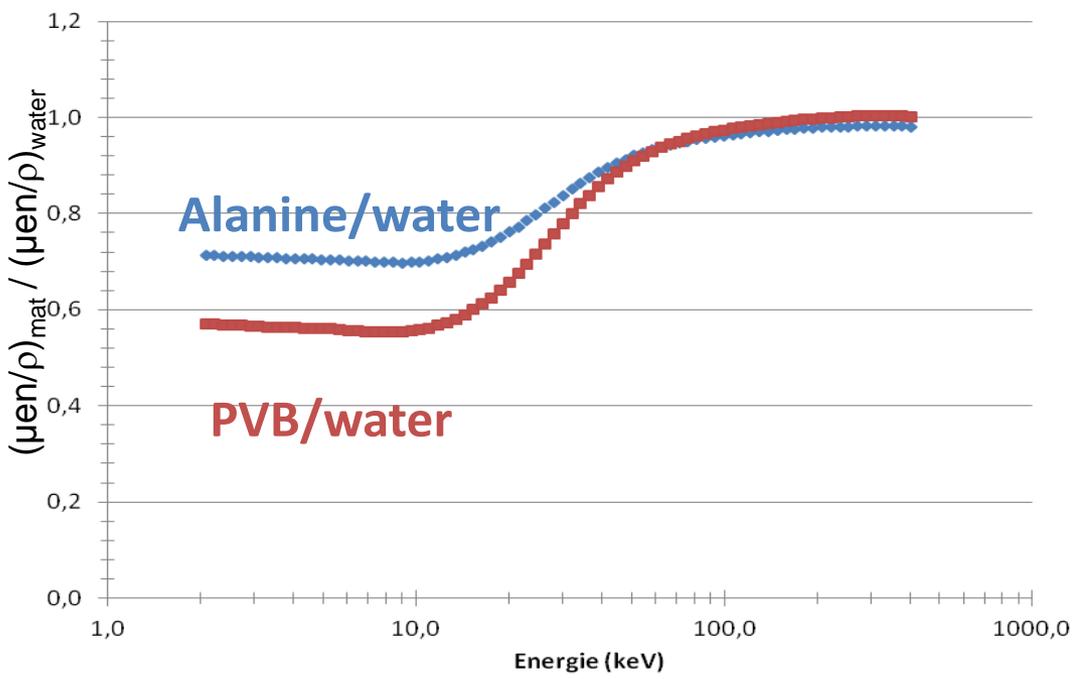
Aérial®



# De nouveaux besoins? Quoi de neuf ?



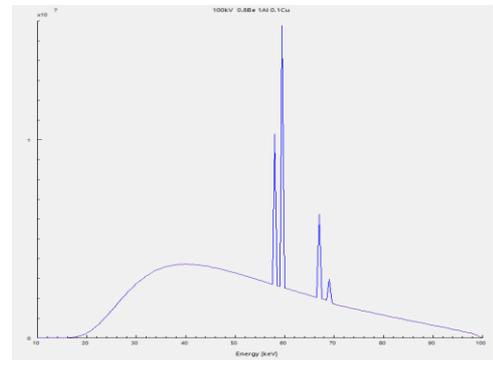
→ Dosimétrie pour irradiation aux rayons X de faible énergie.  
• Comment assurer la traçabilité ?



## Problématique:

Pour des énergies inférieures à 100keV, l'alanine n'est plus considérée comme 'équivalent' eau !

E eff. vs.



→ Déterminer un facteur correctif à appliquer à la réponse de l'alanine afin d'estimer la « vraie » dose dans l'eau (Thèse Abbas Nasreddine en cours)

- Dosimétrie pour applications Ebeam basse énergie :  
dosimètre de référence et de routine
  - Quelle est la dose dans les premiers microns ?
  
- Dosimétrie pour irradiation aux rayons X de faible énergie.
  - Comment assurer la traçabilité ?
  
- Dosimétrie pour irradiations liquides et produits en vrac
  - Quelle est la distribution de dose dans le produit ?
  
- De quoi avons-nous encore besoin ?

## Mesure de la dose absorbée lors de l'irradiation par un faisceau d'électrons ou de rayons X

- Un domaine largement porté (piloté) par l'industrie de l'irradiation (radiostérilisation DM, Pharma, polymères, ...)
- Les normes et guides existent
- Les groupes de travail sont actifs (ASTM, Panel on gamma and electron irradiation, ...)
- Des questions encore ouvertes et des nouveaux besoins



# IMRP 2019



## A vos agendas !

 **IMRP19** | STRASBOURG  
FRANCE 

19<sup>th</sup> INTERNATIONAL MEETING ON RADIATION PROCESSING

**The Premier World Event in Radiation Processing:  
WHERE BUSINESS AND SCIENCE CONNECT**

**April 1-5 2019**

**PRESENTED BY:**

 **iia**  
INTERNATIONAL  
IRRADIATION  
ASSOCIATION

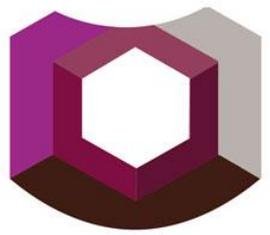
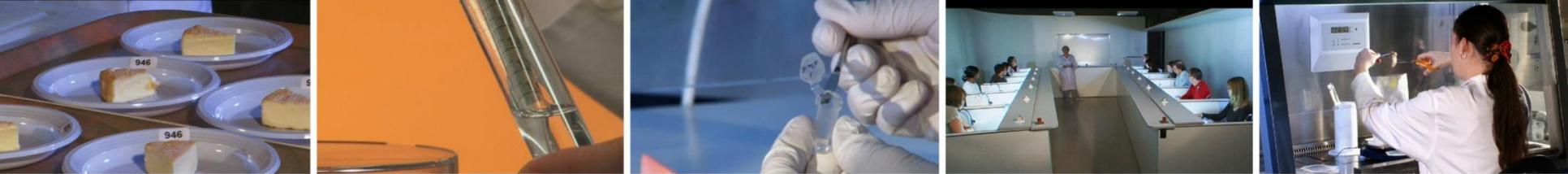
**REGIONAL SPONSORS:**

**PARTNERED WITH:**

 **IAEA**

**SAVE THE DATE**



Parc d'Activités des Fourches  
Cherbourg-en-Cotentin



# LES APPLICATIONS DE L'IRRADIATION

**04 et 05 AVRIL 2018**  
MERCREDI 14h30 à 17h30 / JEUDI 08h30 à 16h30

# Merci !

Mesure de la dose absorbée lors de l'irradiation par un faisceau d'électrons ou de rayons X

Florent Kuntz, Eric Moszczynski, Abbas Nasreddine, Sébastien Riegler, Alain Strasser