



Au laboratoire d'analyse pour les garanties de l'AIEA, scientifiques et techniciens déterminent la concentration et la composition isotopique de matières nucléaires sous garanties en analysant des échantillons prélevés dans les installations nucléaires.

# Les services d'analyse pour les garanties: leur rôle dans les vérifications

L'AIEA procède à des mesures indépendantes sur les matières nucléaires soumises aux garanties en vertu des accords qu'elle a conclus avec ses Etats Membres. Ces mesures sont faites à l'occasion de l'inspection des installations nucléaires et contribuent à détecter promptement le détournement éventuel de quantités significatives de matières nucléaires à d'autres fins que leurs applications pacifiques.

Deux méthodes sont employées pour effectuer ces mesures:

- Les matières nucléaires sont contrôlées dans l'installation au cours d'une inspection par des méthodes d'analyse non destructive (AND).
- Des spécimens de matières nucléaires sont prélevés au cours de l'inspection de l'installation pour être examinés ailleurs par des méthodes d'analyse destructive (AD).

Les résultats sont consignés dans les conclusions techniques des opérations de vérification. Associées aux autres activités de contrôle, ces mesures donnent à l'Agence la confirmation qu'il n'y a pas eu détournement de quantités significatives de matières nucléaires à des fins non déclarées.

Le Département des garanties de l'AIEA consacre environ 7% de son budget à la gestion des services d'analyse pour les garanties (SAG). Ce vaste réseau a été constitué il y a plus de dix ans pour faire les analyses destructives et collaborer aux mesures par AND nécessaires dans le cadre des activités d'inspection.

M. Deron est chef du Laboratoire d'analyse pour les garanties du Département de la recherche et des isotopes de l'AIEA et M. Wenzel est membre de la Division des études et de l'appui technique du Département des garanties. Les auteurs tiennent à remercier tous ceux de leurs collègues et amis qui ont apporté leur appui et leur contribution aux SAG.

### L'analyse et les garanties de l'Agence

L'AD et l'AND sont des méthodes de mesure complémentaires:

- Les méthodes non destructives sont appliquées pour vérifier les articles manufacturés et détecter les anomalies générales ou partielles dans des matières en vrac. Les mesures sont faites à l'aide d'un matériel mobile mis en place pendant l'inspection puis comparées aux caractéristiques d'étalons de matières nucléaires ayant des propriétés physiques et chimiques analogues. Les résultats sont immédiats, mais on ne dispose pas toujours sur place des étalons nécessaires pour en vérifier l'exactitude.

- Les méthodes d'analyse destructive demeurent les plus précises et les plus exactes, mais elles ne permettent toujours pas, vu les délais qu'exige le transport des échantillons jusqu'au laboratoire, de détecter à temps les détournements ponctuels de matières névralgiques, tels les produits contenant du plutonium ou les solutions provenant du retraitement du combustible épuisé. Elles servent donc plus particulièrement à détecter des anomalies moins évidentes qui échappent à l'analyse non destructive mais peuvent s'accumuler avec le temps et représenter des quantités significatives non déclarées. Elles permettent ainsi de vérifier les bilans matières et les différences d'inventaire. Elles servent aussi à définir les caractéristiques des matières de référence.

### Les services d'analyse pour les garanties (SAG)

Ces services sont assurés par un réseau d'extension mondiale dont les tâches se répartissent comme suit:

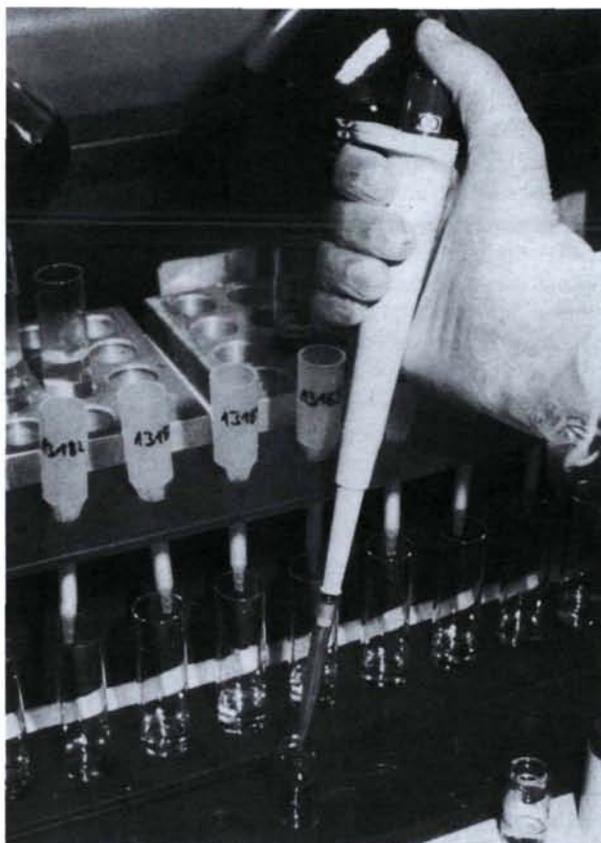
- Le Département des garanties de l'AIEA est chargé de coordonner les services, de gérer les matières nucléaires analysées et d'évaluer les résultats.

## les garanties

La technique du grain de résine est utilisée pour prélever de petits échantillons, néanmoins représentatifs, de solutions de combustible épuisé.

### Réseau mondial de laboratoires, de spécialistes et d'appui technique

par S. Deron et U. Wenzel



● Le *Département de la recherche et des isotopes*, par l'intermédiaire du *Laboratoire d'analyse pour les garanties (LAG)*, assure l'analyse des échantillons et la définition des matières de référence; il participe en outre à l'étude et à l'essai des méthodes d'échantillonnage, ainsi qu'à l'exploitation du réseau international de laboratoires d'analyse et à l'évaluation de la performance du système.

● Le *Réseau de laboratoires d'analyse* de l'AIEA se compose de laboratoires désignés par les Etats Membres à la demande de l'Agence. Ces laboratoires assurent une partie des analyses et aident le LAG dans ses divers travaux (voir la carte, page 26).

● Les *Programmes nationaux de soutien* contribuent à l'étude, à l'essai et à l'application de nouvelles techniques et assurent d'autres services telle la fourniture de matières brutes et de référence spéciales.

(Voir dans ce même numéro l'article intitulé: *Comment améliorer l'appui technique aux garanties de l'AIEA*).

#### Quand et comment on utilise ces services

Aux fins des garanties, l'analyse destructive est nécessaire dans trois cas:

● *Mesure de vérification directe*. Représente 80% des services demandés.

● *Mesure après étalonnage*. Elle sert à analyser certains échantillons prélevés pendant l'inspection. Les prélèvements sont faits sur des articles utilisés comme références dans l'installation pour normaliser les mesures AND.

● *Mesure de certification*. Elle est faite sur des matières de référence spécialement préparées pour l'étalonnage AND et AD.

Dans tous les cas, les mesures AD comportent plusieurs opérations qu'il faut exécuter selon des méthodes précises et surveiller de près pour que les résultats soient exacts et obtenus à temps. Les services pour chaque opération sont commandés par un groupe directeur\*.

● *L'échantillonnage* est opéré par le personnel de l'installation en présence de l'inspecteur de l'Agence. La procédure de prélèvement, volet très sensible du système, est définie en consultation avec le groupe directeur et incluse dans un accord conclu avec l'exploitant de l'installation et avec l'Etat.

● *Le transport* des échantillons jusqu'aux laboratoires de l'AIEA, à Seibersdorf (Autriche), est organisé par l'inspecteur de l'Agence. Le groupe directeur a élaboré pour ces transferts une procédure type fondée sur les règlements et les accords internationaux relatifs aux privilèges et immunités de l'Agence qui permet, quand on peut l'appliquer, de beaucoup abrégier la durée des transferts. Le groupe directeur se charge également de faire distribuer les échantillons au LAG ou aux laboratoires du réseau, dès leur réception à Vienne.

● *Les analyses* sont faites par le LAG et par les laboratoires du réseau selon des méthodes qui respectent les normes internationalement agréées de précision et de justesse (voir le tableau). Les résultats vont au Département des garanties, qui les soumet à une évaluation statistique par comparaison avec les résultats communiqués par les exploitants des installations. Cette évaluation

\* Les services d'analyse pour les garanties de l'Agence sont administrés par un groupe directeur composé de membres de la Division des études et de l'appui technique et de la Division de l'évaluation des garanties (Département des garanties), et du Laboratoire de Seibersdorf (Département de la recherche et des isotopes).

tion est nécessaire pour que l'Agence puisse établir la déclaration d'inspection qui est envoyée à l'Etat intéressé et le rapport sur l'application des garanties présenté chaque année au Conseil des gouverneurs.

- *L'assurance de la qualité* fait la preuve de la qualité des résultats des analyses faites par le LAG et par les laboratoires du réseau. Le contrôle de la qualité comporte d'autres opérations telles que l'identification des échantillons et la surveillance du processus, toutes deux à la charge du groupe directeur.

- *L'élimination des résidus d'échantillons* relève également du groupe directeur; elle consiste à renvoyer ces résidus au pays d'origine, tandis que les déchets radioactifs provenant des analyses sont envoyés à des installations qui travaillent sous contrat conclu avec l'Agence ou un Etat Membre.

- *La formation des nouveaux inspecteurs* consiste en un exposé, par le groupe directeur, des conditions et des méthodes qui régissent le système, suivi d'une visite du LAG. Lors de ces réunions, le groupe cherche surtout à encourager les contacts personnels entre inspecteurs, analystes et statisticiens.

- *La mise au point des techniques AD* est une activité continue qui a pour objet de maintenir les normes de qualité des mesures faites par l'Agence.

#### Assistance fournie par les Etats Membres

Pour tous ces travaux, l'Agence compte sur les programmes d'appui de ses Etats Membres dont elle reçoit une aide dans les cinq domaines suivants:

- adaptation aux fins des garanties des méthodes analytiques de pointe, telles la coulométrie du plutonium, l'ampérométrie et la spectrométrie de masse à dilution isotopique;

- étude et réalisation de postes fixes de mesure analytique auprès des installations, tels le densimètre à rayons X de discontinuité K, l'instrument mixte à fluorescence X/discontinuité K, le spectromètre de masse quadropolaire et le spectrophotomètre optique;

- achat de matériel et de matières brutes et de référence spéciales;

- mise en place du programme d'assurance de la qualité des analyses du LAG et des laboratoires du réseau, avec l'aide d'analystes et de statisticiens;

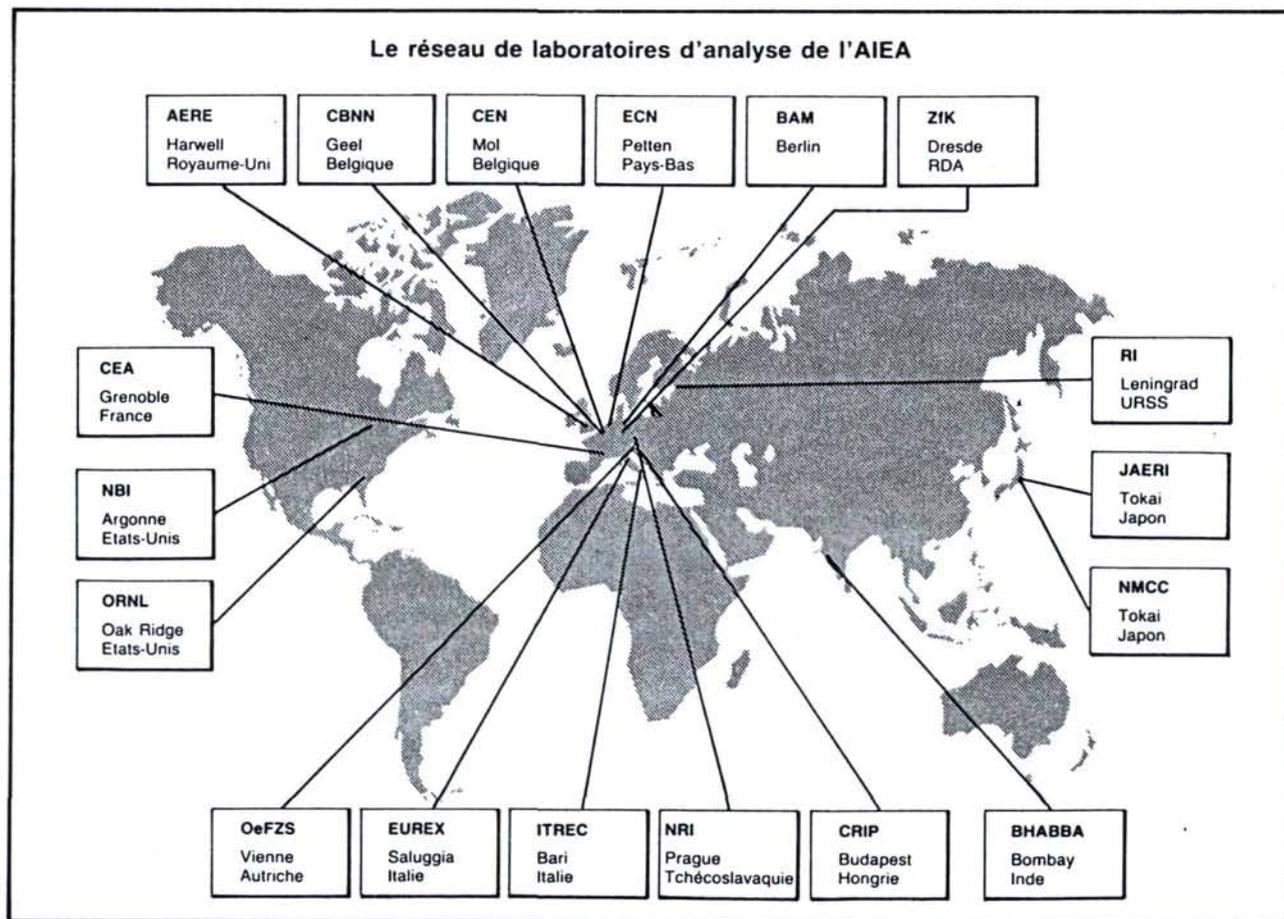
- étude de faisabilité et conception d'unités d'analyse qui seraient exploitées par l'Agence dans les grandes usines de combustible au plutonium.

#### Fonctionnement du système

La performance de ces services peut être appréciée d'après les indicateurs suivants:

- *Le volume des analyses* a triplé au cours des dix dernières années (voir le graphique relatif aux vérifications par analyse destructive).

- *Le temps de réponse* s'est amélioré. Au cours des cinq dernières années les délais de transport et d'exécution des analyses ont été réduits malgré l'augmentation rapide du volume de travail. Une expérience faite pendant toute la campagne 1985 d'une usine de retraitement de combustible épuisé a montré que l'on pouvait obtenir, dans les trente jours suivant le prélèvement, les résultats



**Laboratoire d'analyse pour les garanties (LAG): teneur isotopique et titrage des éléments des matières nucléaires sensibles**

Isotope	Teneur (% en poids)	Performance type du LAG		Valeur cible ESARDA 1983	
		Aléatoire	Systématique	Aléatoire	Systématique
U-235	90	0,03	0,03	0,05	0,03
Pu-238	0,3	2,0	2,0	2,0	2,0
	1,5	1,0	1,0	1,0	1,0
Pu-239	50-80	0,10	0,10	0,15	0,10
Pu-240	10-30	0,30	0,30	0,30	0,30
Pu-241	3	0,50	0,50	0,50	1,0
	15	0,30	0,30	0,50	0,30
Pu-242	1-5	0,50	0,50	0,50	0,50

Nature de la matière	Elément	Aléatoire	Systématique	Aléatoire	Systématique
Oxyde d'uranium fritté	U	0,02	0,05	0,05	0,10
Combustible épuisé à l'entrée	U	0,50	0,50	0,50	0,50
	Pu	0,50	0,50	0,50	0,50
Echantillons de Pu (de l'ordre du gramme)	Pu	0,15	0,20	0,20	0,20
	Nitrate de Pu ou de U/Pu	U	0,15	0,20	0,20
PuO <sub>2</sub> en poudre	Pu	0,15	0,20	0,20	0,20
MOX, FBR	Pu	0,15	0,20	0,30	0,20
	U	0,15	0,20	0,30	0,20
MOX, LWR	Pu	0,20	0,40	1,0	0,50
	U	0,15	0,20	0,30	0,20
Echantillons de Pu (de l'ordre du milligramme)	Pu	0,50	1,0	—	—
	U	0,50	0,50	—	—

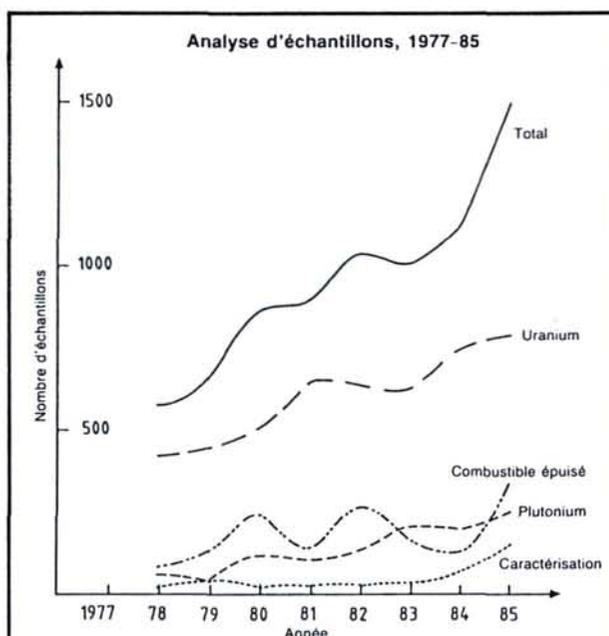
U = uranium MOX = oxyde mixte de plutonium et d'uranium  
 Pu = plutonium FBR = réacteur surgénérateur rapide  
 LWR = réacteur à eau légère  
 ESARDA = Association européenne pour la recherche et le développement dans le domaine des garanties  
 Note statistique: La justesse prévue des mesures est exprimée en pourcentage de l'écart-type de l'erreur aléatoire et de l'erreur systématique.

de l'analyse destructive de matières d'entrée et de sortie si l'on applique la procédure type de transfert des échantillons. On peut même recourir à l'analyse destructive extérieure pour la détection des anomalies générales et partielles (voir le graphique).

● La *qualité des analyses* est comparable, sinon supérieure, aux normes établies par un groupe mondial d'experts sous les auspices de l'Association européenne pour la recherche et le développement dans le domaine des garanties (voir le tableau). Au cours des années, les différences entre les résultats des exploitants et ceux de l'Agence ont diminué dans l'ensemble. Les dosages du plutonium dans les solutions de combustible irradié sont un bon exemple des progrès de la comptabilité des matières fissiles particulièrement névralgiques et de sa vérification (voir le graphique).

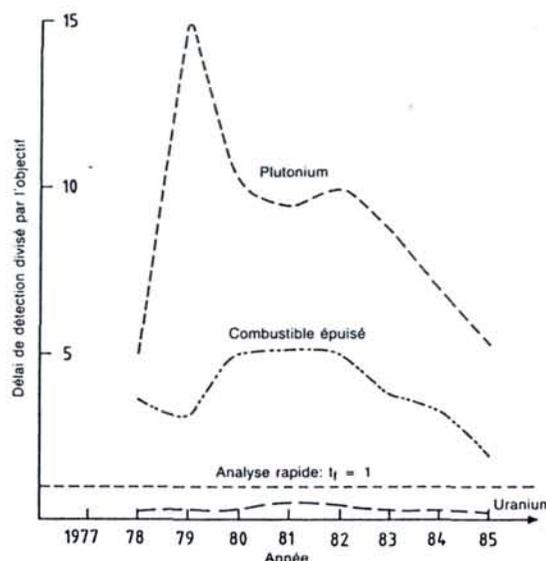
**Tendances et perspectives**

Le Département des garanties s'attend que les analyses d'échantillons prélevés au cours des inspections doublent de volume d'ici à 1990. Aussi faudrait-il

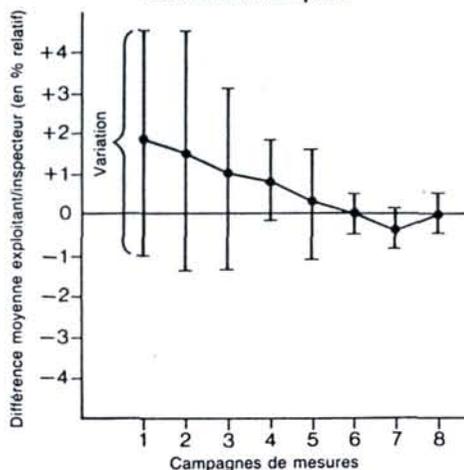


Note: La figure représente l'échantillonnage aux fins des vérifications par analyse destructive.

**Délai de détection par analyse destructive**



**Performance du dosage du plutonium dans les échantillons de combustible épuisé**



développer les structures des SAG de quelque 25%. En outre, on prévoit d'améliorer la performance de ces services en appliquant de nouvelles techniques — marquage quadrupolaire, fréquentes consultations avec des techniciens du réseau de laboratoires et recherche d'un accord avec les autorités compétentes des Etats Membres et les exploitants pour accélérer les transferts d'échantillons.

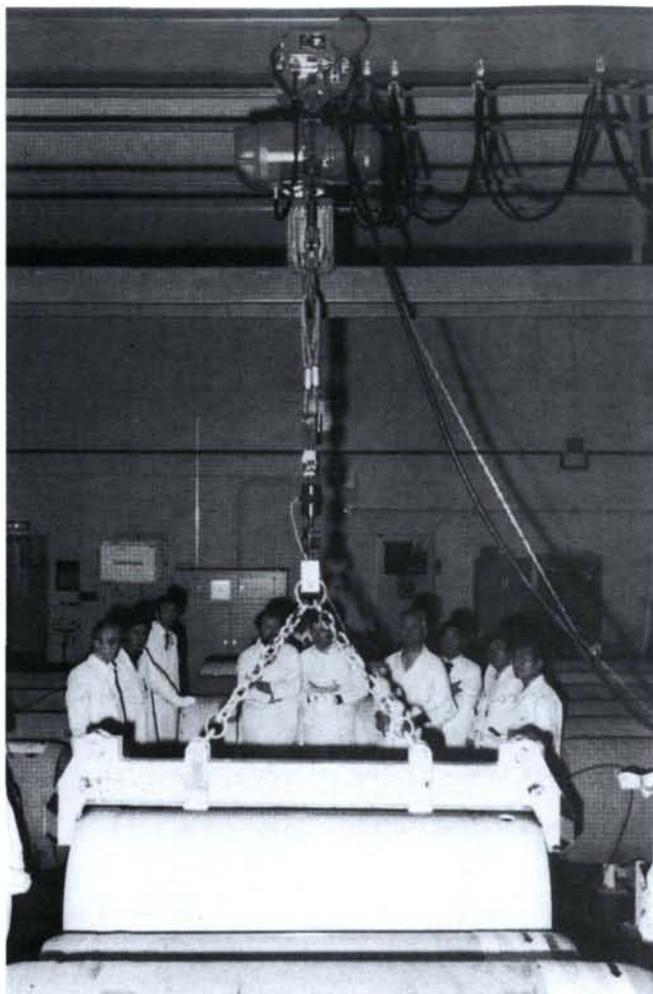
A partir de 1990, les grandes usines de traitement du plutonium et d'enrichissement de l'uranium actuellement à l'étude ou en construction entreront en exploitation. Leur production sera telle que les anomalies, même de moindre importance, se multiplieront rapidement jusqu'à représenter des quantités significatives. Leur détection dans le cadre des objectifs des garanties exigera que l'on dispose dans les meilleurs délais de résultats d'analyses ayant la précision nécessaire. C'est pourquoi les SAG étudient actuellement la possibilité de remplacer les analyses destructives faites à l'extérieur par d'autres méthodes, notamment les suivantes:

- prévoir, dans les installations, l'instrumentation nécessaire aux inspecteurs pour faire les analyses sur place;
- créer, dans les installations, des laboratoires d'analyse dont le personnel serait fourni par l'Agence.

Ces solutions impliquent que la nature des services d'analyse demandés serait sensiblement différente. En effet, les SAG seront appelés à former les inspecteurs et les analystes, à étudier et évaluer les possibilités offertes par les nouvelles méthodes et à les adapter aux conditions particulières à chaque installation, et à assurer les services d'étalonnage, de logiciel et d'entretien pour l'instrumentation mise en place. Les SAG devront aussi mettre en œuvre un programme d'assurance de la qualité des résultats des analyses obtenus par les mesures faites sur place.

Il faudra, bien entendu, que les postes de mesure et les laboratoires implantés dans les installations soient acceptés par les Etats Membres concernés. C'est pourquoi les SAG cherchent à renforcer leurs possibilités d'appuyer les solutions envisagées ci-dessus. Comme on l'a vu dans cet article, l'évolution du fonctionnement des SAG semble indiquer qu'une telle approche est possible sans nuire pour autant à la qualité du système de vérification aux fins des garanties.

Les SAG fonctionnent depuis dix ans et sont maintenant bien en main malgré leur complexité, mais ils demeurent suffisamment souples pour s'adapter et répondre aux besoins nouveaux. L'AIEA peut compter sur les ressources considérables en moyens et en connaissances spécialisées que lui offrent tant la collaboration de plus d'une vingtaine de laboratoires nationaux et internationaux et de nombreux laboratoires d'usines, que les maintes relations qu'elle entretient avec les autorités nationales et les transporteurs.



Pesée d'un fût d'hexafluorure d'uranium (environ trois tonnes).

Instrument indispensable à tout inspecteur pour la spectrométrie gamma: le mini-MCA portatif.

