

Dans les coulisses: Analyse d'échantillons prélevés lors des inspections des installations nucléaires d'Iraq

Les scientifiques des laboratoires de l'AIEA de Seibersdorf ont coordonné leurs travaux d'analyse pour étayer d'importantes conclusions

Depuis un an, les inspecteurs de l'AIEA qui enquêtent sur les capacités nucléaires de l'Iraq sous l'autorité du Conseil de sécurité de l'ONU ont souvent été la vedette de la rubrique internationale des grands journaux, mais les travaux menés derrière la scène, bien moins en vue, se sont avérés tout aussi importants en confirmant les résultats des inspections réalisées sur place par l'équipe de l'AIEA au service des Nations Unies.

Dans les laboratoires de recherche de l'Agence, à Seibersdorf (Autriche), scientifiques et techniciens ont mis tout leur soin à la mesure et à l'analyse des centaines d'échantillons prélevés lors de ces inspections — frottis pratiqués en divers sites d'Iraq pour détecter d'éventuelles activités nucléaires non déclarées, échantillons de composés d'uranium et de plutonium, échantillons de matériaux de construction tels que graphite, acier et béryllium, échantillons de sols, de végétaux, d'eau, de roches et de minerais. Les résultats ont permis aux inspecteurs de faire le point du programme nucléaire iraquien en ce qui concerne les activités tant déclarées que non déclarées.

Pour analyser ces échantillons, les spécialistes ont eu recours à toute une série de techniques analytiques très fines et sensibles en vue de déterminer la composition chimique et isotopique de composés et d'éléments (*voir encadré*). Ces méthodes comptent parmi celles qui sont couramment utilisées dans les laboratoires de Seibersdorf, installés il y a une trentaine d'années pour fournir un appui scientifique aux programmes de l'AIEA.

Nous parlerons ici de cette activité scientifique coordonnée et mentionnerons quelques résultats

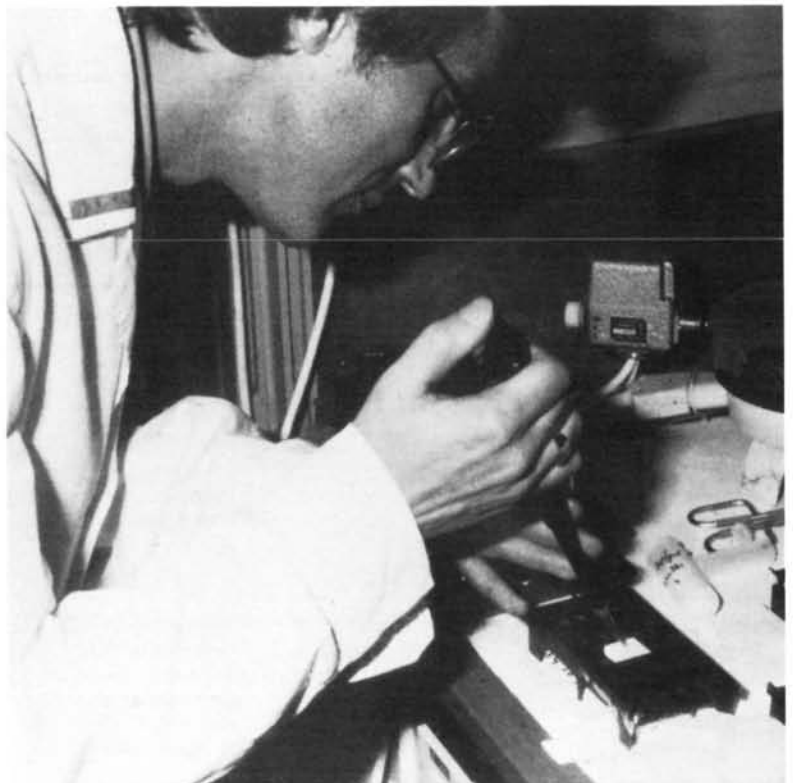
significatifs. Nous décrirons notamment comment ont été analysés certains échantillons très spécifiques prélevés en Iraq, essentiellement des échantillons du milieu et de matériaux de construction, pour lesquels il a fallu appliquer ou mettre au point de nouvelles méthodes et procédures analytiques.

Manipulation des échantillons

Les procédés d'analyse des échantillons de matières non nucléaires ont été spécialement adaptés

par D.L. Donohue
et R. Zeisler

Analyste
d'un laboratoire
de Seibersdorf
utilisant
un spectromètre
alpha.



M. Donohue est chef de la section d'analyse isotopique du laboratoire d'analyse pour les garanties, et M. Zeisler est chef de la section de chimie du laboratoire de physique, chimie et instrumentation, à Seibersdorf. Les auteurs remercient leurs collègues de leur précieuse collaboration à la rédaction de cet article.

aux besoins des inspecteurs pour obtenir des mesures rapides et sélectives sans rechercher une précision optimale. Le plus souvent, une première mesure était faite pour repérer les échantillons contenant d'importants composants tels que l'uranium, le plutonium ou autres radionucléides.

On a eu recours pour cette opération à la spectrométrie gamma à haute résolution et à la spectrométrie par fluorescence X à dispersion d'énergie. La première méthode est extrêmement sensible (de l'ordre du nanogramme au microgramme) pour le dosage des radionucléides de période relativement courte, comme le sont nombre de produits de fission et certains isotopes du plutonium. La fluorescence X a été utilisée pour détecter la présence d'uranium jusqu'à 1 microgramme par centimètre carré. Il faut rappeler ici que l'uranium est un élément qui se rencontre normalement dans la nature, où il est présent, dans le sol en particulier, à la concentration d'environ 1 microgramme par gramme. Il en est résulté quelques difficultés pour les analystes dues aux niveaux «témoins», surtout quand il s'agissait d'échantillons de l'environnement.

A la suite de ce premier dépistage, les échantillons à forte teneur en uranium ou en plutonium ont été soumis à des essais non destructifs suivis de

dissolution et d'analyse chimique. La plupart de ces échantillons ont été traités par la section de chimie du laboratoire de physique, chimie et instrumentation de Seibersdorf pour minimiser les risques de contamination. Avant dissolution, certains échantillons ont été remis à l'Institut atomique de l'Université de Vienne pour le dosage du fluor et du chlore par analyse par activation neutronique.

L'uranium a été dosé principalement par fluorescence optique à excitation laser et par spectrométrie de masse à dilution isotopique. Ces deux méthodes indépendantes assistées par divers autres procédés se sont avérées particulièrement utiles pour l'analyse des minerais d'uranium de Al Qaim, comme nous le verrons plus loin.

Les échantillons contenant de l'uranium ou du plutonium ont été soumis à divers traitements chimiques selon la matrice; les frottis sur papier filtre ont été digérés dans de l'acide nitrique; les échantillons de sol, de minerais et de roches ont été dissous à l'acide nitrique/fluorhydrique, et les échantillons de graphite ou de métal soupçonnés de contamination superficielle ont été lessivés à l'acide nitrique ou à l'acide chlorhydrique. Certaines méthodes d'analyse, telle la spectrométrie de masse à dilution isotopique, exigeaient un complément de traitement chimique, de sorte que l'analyse d'un seul échantillon pouvait impliquer le recours à plusieurs méthodes analytiques et aux services d'un nombre appréciable de chimistes et d'analystes. En bref, près de 900 échantillons provenant de huit inspections sur place en Iraq ont été traités à Seibersdorf en 1991.

Analyses effectuées en 1991 à Seibersdorf d'échantillons prélevés en Iraq

Inspection	Matières non nucléaires	Matières nucléaires
1ère	48	31
2ème	35	0
3ème	139	51
4ème	41	0
5ème	49	61
6ème	7	0
7ème	139	141
8ème	6	105
Total	464	389

Analyses demandées

Matières échantillonnées	Type d'échantillons	Objet de l'analyse	
Matières non nucléaires (Environnement)	Frottis	Présence de U, Pu ou radionucléides	
	Végétaux		
	Sol	Teneur en U, Pu	
	Débris	Présence de F, Cl	
(Matériaux de construction)	Roches, minerais	Isotopes U, Pu	
	Eau	Présence d'explosifs puissants	
	Graphite	Pureté, type ou identité	
Matières nucléaires	Aciers	Teneur en U, Pu	
	Béryllium		
	Métaux inconnus		
	Uranium métal		Isotopes U, Pu
	Composés d'uranium		Teneur en polonium
Composés de plutonium	Composés de U, Pu		
Polonium	Eléments traces dans les composés de U		
Déchets et riblons U, Pu			

Quelques résultats

Les résultats des analyses ont fourni d'importants renseignements à l'équipe AIEA/ONU. Combinés avec les constatations faites par les inspecteurs en Iraq, ils ont permis de se faire une idée plus précise des activités nucléaires à l'examen.

Preuve de la séparation électromagnétique des isotopes de l'uranium. La révélation que l'Iraq utilisait le procédé électromagnétique de séparation isotopique pour l'enrichissement en uranium 235 a surpris bon nombre de scientifiques. Ce n'est qu'à l'occasion de la troisième inspection, en juillet 1991, que les autorités iraqiennes ont admis l'existence de ce programme et donné un compte rendu détaillé de leurs activités.

Dans leur déclaration, les Iraquiens ont donné des renseignements sur les grandes installations de Tarmiya et de Ach Charqat, sur le nombre de séparateurs d'isotopes (calutrons) en service à Tuwaitha et à Tarmiya et sur les quantités d'uranium 235 qui avaient été extraites. La troisième équipe d'inspection a pu voir certaines parties des séparateurs d'isotopes qui avaient été démontés, détruits et enfouis pour tenter de dissimuler le programme. Quelques pièces des sources d'ions et des collecteurs des calutrons ont été amenées à Seibersdorf pour

analyse. En outre, des échantillons ont été prélevés sur des lots déclarés de matière produite, correspondant à toute une gamme d'enrichissement en uranium 235 depuis l'uranium épuisé, moins de 0,1% jusqu'à environ 6% en poids.

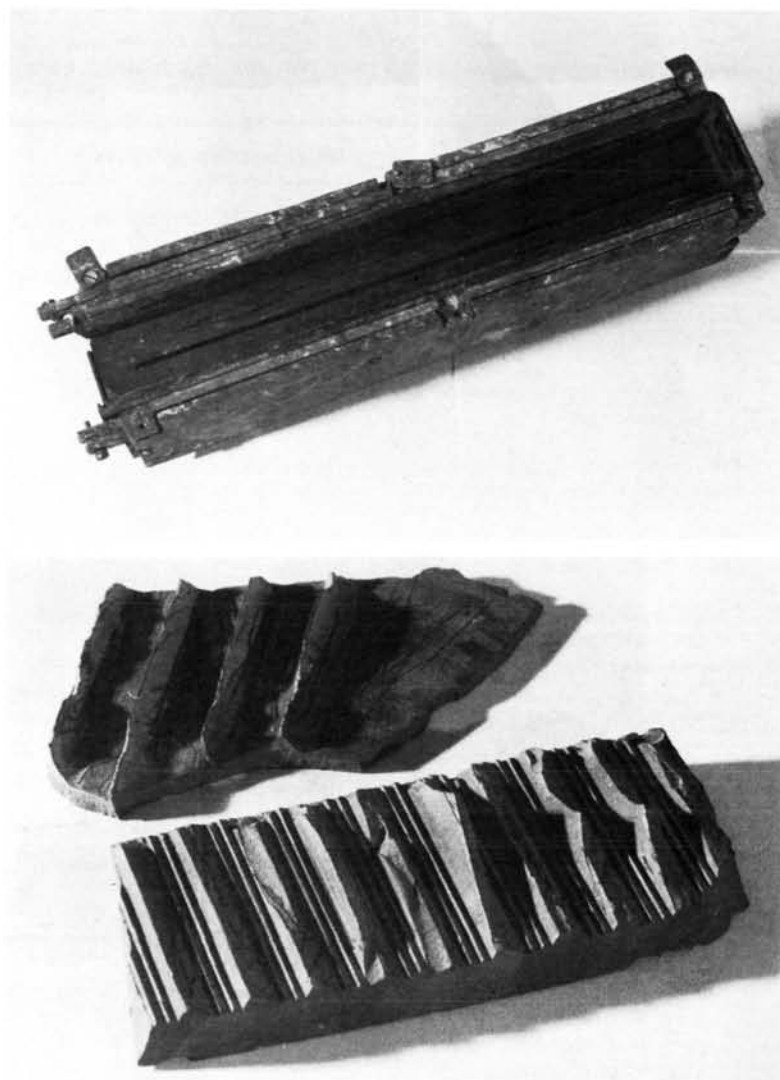
Les fragments de sources d'ions et de collecteurs provenaient des grands calutrons (1200 mm) qui avaient été en service à Tarmiya, comme l'ont déclaré les autorités iraqiennes. Ces fragments de graphite ont été grattés avec une lame de rasoir jusqu'à obtenir environ un gramme de poudre que l'on a ensuite lessivée dans de l'acide nitrique pour dissoudre l'uranium. On a ensuite procédé à l'analyse isotopique à l'aide du spectromètre de masse du laboratoire d'analyse pour les garanties de Seibersdorf.

Les résultats ont montré que les échantillons prélevés sur les sources d'ions ne contenaient que de l'uranium naturel. L'analyse des échantillons prélevés sur les fragments de collecteurs a révélé des enrichissements qui ne dépassaient pas 6%.

La déclaration des autorités iraqiennes mentionnait cinq lots de solution de nitrate d'uranium provenant des séparateurs électromagnétiques de Tarmiya. Il était précisé que ces lots contenaient plusieurs centaines de grammes d'uranium enrichi dont la teneur en isotope 235 se situait entre 3 et 6% en poids, ainsi que d'autres matières récupérées dont la teneur en uranium 235 était appauvrie ou proche de la teneur naturelle. Ces solutions avaient été transvasées de cinq réservoirs de l'installation de Tarmiya dans des bouteilles en matière plastique que l'on avait ensuite enfouies. Les inspecteurs de l'AIEA ont prélevé des échantillons de chacune d'elles que le laboratoire d'analyse pour les garanties a analysés par spectrométrie de masse à ionisation thermique pour déterminer la composition isotopique et par spectrométrie de masse à dilution isotopique pour déterminer la teneur en uranium.

Les résultats de ces analyses montrèrent que les compositions isotopiques correspondaient bien aux déclarations. Connaissant les concentrations et le volume des bouteilles, il a été facile de calculer la quantité totale des matières présentes.

Preuve de la production de plutonium. L'Iraq avait déclaré en juillet 1991 qu'il avait un programme de traitement du combustible épuisé pour récupérer le plutonium. Environ 2,26 grammes de plutonium ont été obtenus par dissolution d'un assemblage combustible épuisé provenant du combustible enrichi à 10% utilisé par le réacteur de recherche soviétique IRT-5000. Les inspecteurs ont également appris que les Iraquiens avaient irradié des aiguilles de combustible à l'uranium naturel dans ce réacteur, ce qui avait produit un complément de 2,7 grammes de plutonium. Les inspecteurs de l'AIEA ont prélevé des échantillons sur toutes ces matières contenant du plutonium et les ont envoyés au laboratoire pour analyse immédiate. On a jugé que la méthode la plus rapide serait la spectrométrie gamma à haute résolution, qui permettrait de déter-



miner les teneurs en isotopes du plutonium (à l'exception du plutonium 242) et en américium 241. Les résultats obtenus ont permis de déduire la date la plus récente du traitement chimique des échantillons, ce qui a permis d'établir un calendrier approximatif des irradiations et du traitement qui avaient été entrepris. On a pu situer le moment du travail de séparation entre octobre 1988 et décembre 1990.

Pièces de calutrons utilisés par l'Iraq pour son programme d'enrichissement de l'uranium: source d'ions (en haut) et fragments de graphites de collecteur.

Résultats de l'analyse isotopique des pièces de calutrons

Echantillon	Concentration de ²³⁵ U (% en poids)	Observations
Source d'ion 1	0,71	Uranium naturel
Source d'ion 2	0,71	Uranium naturel
Collecteur 1-1	0,76	Légèrement enrichi
Collecteur 1-2	5,82	Enrichi
Collecteur 1-3	4,76	Enrichi
Collecteur 1-4	0,39	Légèrement appauvri
Collecteur 1-5	6,84	Enrichi
Collecteur 2-1	0,06	Très appauvri
Collecteur 2-2	5,94	Enrichi
Collecteur 2-3	4,22	Enrichi
Collecteur 2-4	0,79	Légèrement enrichi

Techniques utilisées par le LAG pour l'analyse d'échantillons d'Iraq

Méthode analytique	Objet pour les garanties
Spectrométrie gamma à haute résolution	Concentration des isotopes de Pu Teneur en ^{241}Am , ^{237}Np (présence de radionucléides)
Spectrométrie alpha	Concentration de ^{238}Pu (présence de ^{210}Po)
Spectrométrie par fluorescence X	Analyse des éléments traces principaux et secondaires
Densitométrie de discontinuité K Fluorescence X — discontinuité X	Teneur des solutions en U, Pu, Th, Np
Titration potentiométrique McDonald/Savage	Teneur en Pu de matières nucléaires pures
Titration potentiométrique Davies/Gray modifié (par le New-Brunswick Laboratory)	Teneur en U de matières nucléaires pures
Spectrométrie d'émission optique	Eléments traces dans les composés de U
Spectrométrie de masse par ionisation thermique	Concentrations isotopiques de U, Pu
Spectrométrie de masse à dilution isotopique	Teneur de petits échantillons en U, Pu

Techniques analytiques, moyens et services d'appui

Deux divisions spécialisées des laboratoires de l'AIEA de Seibersdorf sont intervenues dans l'analyse des échantillons prélevés par les inspecteurs en Iraq: le laboratoire d'analyse pour les garanties (LAG) et le laboratoire de physique, chimie et instrumentation (PCI). La plupart du travail a été exécuté par la section d'analyse chimique et d'analyse isotopique du LAG et par la section de chimie du PCI.

Le Centre de recherche de Seibersdorf, l'Institut atomique de l'Université de Vienne ainsi que plusieurs laboratoires d'analyse (un privé et les autres d'Etat) d'autres pays ont également participé aux opérations. Le Centre de recherche de Seibersdorf s'est chargé de la mesure rapide du rayonnement alpha pour repérer les échantillons de matières non nucléaires contenant de l'uranium.

Des échantillons d'acier ont été confiés à un laboratoire de métallurgie privé pour en déterminer le type et, par conséquent, l'utilité pour la construction de composants d'une centrifugeuse en phase gazeuse. Des laboratoires d'Etat de plusieurs pays ont accepté des échantillons qu'ils ont soumis à des analyses très fines et précises. Une des méthodes appliquées, qui s'est révélée extrêmement utile, était l'analyse isotopique de particules microscopiques contenant des composés d'uranium à l'état pratiquement pur.

Laboratoire d'analyse pour les garanties (LAG). Les moyens d'analyse de ce laboratoire ont été développés au cours des années à deux fins essentielles:

- *Analyse des échantillons prélevés au cours des inspections régulières et contenant des quantités signifi-*

catives d'uranium ou de plutonium. Ce service d'analyse destructive en laboratoire offre le plus haut degré de précision et de justesse, ce qui permet de détecter de faibles pertes cumulées de matières soumises aux garanties.

- *Application de techniques d'analyse chimique pour les mesures faites sur place, soit par le système national de garanties, soit par les inspecteurs de l'AIEA.* A cet égard, le laboratoire est un banc d'entraînement pour l'équipe d'inspecteurs de l'AIEA et peut la conseiller sur les méthodes analytiques employées dans les installations soumises aux garanties.

Dans le cas de l'Iraq, les techniques choisies pour les analyses du premier genre, c'est-à-dire celles des échantillons prélevés lors des inspections régulières, l'ont été pour leur haute précision et leur exactitude, leur sélectivité en ce qui concerne l'uranium ou le plutonium et, dans certains cas, leur sensibilité (à cause du problème que pose le transport d'échantillons volumineux).

Certaines techniques, telles la spectrométrie gamma à haute résolution et la spectrométrie par fluorescence X, permettent de mesurer de nombreux isotopes ou éléments. Aussi ont-elles été largement utilisées pour trier les échantillons non nucléaires, tandis que les méthodes les plus courantes d'analyse pour les garanties ont été appliquées aux échantillons nucléaires.

Laboratoire de physique, chimie et instrumentation (PCI). Ce laboratoire se charge de toute une série de mesures à l'appui des programmes de l'AIEA. Il peut aussi bien mesurer les radionucléides de l'environnement (comme il l'a fait pour le Projet international sur Tchernobyl) que fournir des normes de contrôle de la qualité dans le cadre du programme des services de contrôle de la qualité des analyses.

Pour le tri et l'analyse des échantillons prélevés par les inspecteurs en Iraq, le laboratoire a disposé d'une grande variété de techniques de mesure partagées entre les méthodes non destructives et les méthodes destructives.

Les méthodes non destructives sont les suivantes:

Analyse par activation neutronique. C'est la méthode essentiellement utilisée pour doser le fluor et le chlore dans les échantillons prélevés lors des inspections spéciales. Elle consiste à irradier les échantillons dans un réacteur afin d'obtenir des radio-isotopes des éléments présents, dont on analyse immédiatement le spectre gamma. D'après l'intensité des raies caractéristiques de ce rayonnement, il est possible de calculer la concentration des éléments initialement présents. Cette méthode peut être très rapide, se prête à l'automatisation, ce qui permet d'étudier un grand nombre d'échantillons, et elle est essentiellement non destructive.

Spectrométrie gamma. Elle a été largement utilisée pour mesurer la radioactivité des échantillons et leur teneur en uranium supérieure au niveau naturel qui est d'un microgramme par gramme d'échantillon. Cette méthode a également servi à mesurer les produits de fission résultant du traitement du combustible irradié. Ici encore, l'avantage de la méthode est sa rapidité, sans nécessité d'une laborieuse préparation des échantillons. Un autre avantage est son universalité qui permet de détecter des radionucléides sans connaître a priori la composition de l'échantillon.

Analyse par fluorescence X. Que l'excitation soit produite par une source radio-isotopique au cadmium 109, par exemple, ou par un tube à rayons X, cette méthode permet un dépistage rapide avec une limite de détection de l'uranium d'un microgramme environ par centimètre carré. Elle permet également de mesurer la

plupart des autres éléments recherchés (exceptés les plus légers); elle est donc idéale pour déterminer la composition des métaux, poudres ou solutions. Elle peut fournir des résultats quantitatifs si l'on emploie les étalons appropriés.

Parmi les techniques d'analyse destructive, le laboratoire a utilisé les suivantes:

Fluorimétrie au laser. Cette méthode est extrêmement sensible et précise pour le dosage de l'uranium. Elle est fondée sur la fluorescence optique des composés d'uranium exposés à un faisceau laser ultraviolet. L'échantillon doit être préparé par incinération dans l'air à 500°C afin d'en éliminer tous les composants organiques, puis par dissolution dans de l'acide nitrique chaud. Dans certains cas, il faut séparer chimiquement l'uranium d'éléments inopportuns par une méthode d'extraction par solvant. La mesure elle-même est faite en milieu phosphaté afin d'obtenir un haut rendement de luminescence.

Spectrométrie d'émission atomique dans un plasma couplé par induction. Cette technique a été utilisée pour déterminer la concentration de l'uranium et de nombreux autres éléments dans des échantillons dissous. Elle est fondée sur l'atomisation et l'excitation des atomes de l'échantillon dans un plasma d'argon à haute température. Les atomes excités émettent de la lumière à des longueurs d'ondes caractéristiques de chaque élément. L'intensité de l'émission donne la mesure de la concentration de l'élément dans l'échantillon initial. Cette méthode est particulièrement bien adaptée à la mesure des éléments traces présents dans les échantillons d'eau prélevés dans la piscine du réacteur de recherche iraquien IRT-5000 et dans les bassins de stockage du combustible épuisé. La présence dans les échantillons d'éléments provenant des gaines du combustible serait l'indice d'une corrosion ou d'un endommagement du combustible, ce qui aurait de graves conséquences. Les résultats de ces analyses spectrométriques, lus avec ceux des mesures du pH et de la conductivité, renseignent de façon cohérente sur l'intégrité des barreaux de combustibles échantillonnés.

Spectrométrie alpha. Certains dosages du plutonium dans les échantillons d'Iraq ont été obtenus par cette technique très sensible et sélective en ce qui concerne cet élément, la limite de détection étant inférieure au

Techniques utilisées par le PCI pour l'analyse d'échantillons d'Iraq

Analyse non destructive

Méthode analytique	Objet
Analyse par activation neutronique	Teneur en F, Cl, U et composition en éléments
Spectrométrie gamma	Teneur en U et radionucléides (produits de fission)
Analyse par fluorescence X	Teneur en U et composition en éléments
Conductivité et pH	Concentration ionique des solutions

Analyse destructive

Fluorimétrie optique par excitation laser	Teneur en U
Spectrométrie d'émission atomique dans un plasma couplé par induction	Teneur en U et éléments traces
Spectrométrie alpha	Teneur en U et Pu

nanogramme. La quantification de la teneur en plutonium est obtenue par l'addition d'une quantité déterminée de plutonium 236 qui sert d'indicateur. Le spectre d'énergie du rayonnement alpha est alors établi par sommation à l'aide d'un détecteur à semi-conducteur au silicium et l'on mesure l'intensité des lignes des isotopes 238, 239 et 240 ainsi que de l'indicateur. Les interférences dues à la présence d'uranium sont minimales à cause de la plus longue période de cet élément et de la moindre énergie de son rayonnement alpha.



Spectromètre à fluorescence X: un des appareils utilisés pour analyser les échantillons prélevés lors des inspections en Iraq.

**Quelques résultats
des analyses
d'échantillons
prélevés en Iraq**

Analyses de solutions de nitrate d'uranium

Echantillon	²³⁵ U déclaré (% en poids)	²³⁵ U mesuré (% en poids)	Concentration de U mesurée (mg/g)
Cuve 1-1	< 0,1	0,088	0,781
Cuve 1-2	< 0,1	0,094	0,787
Cuve 2-1	0,1-0,5	0,176	0,583
Cuve 2-2	0,1-0,5	0,176	0,581
Cuve 3-1	0,5-1,0	0,614	0,294
Cuve 3-2	0,5-1,0	0,614	0,295
Cuve 4-1	1-5	3,23	0,702
Cuve 4-2	1-5	3,26	0,130
Cuve 5-1	5-10	5,80	1,221
Cuve 5-2	5-10	5,81	0,647
Cuve 5-3	5-10	5,81	0,992
Cuve 5-4	5-10	5,80	0,517
Cuve 5-5	5-10	5,81	0,800

Analyse isotopique du plutonium par spectroscopie gamma à haute résolution

Echantillon	Concentration de ²³⁵ U (% en poids)	Teneur en Pu (grammes)	Date approximative de la séparation
Combustible épuisé-1	87,38	0,565	89/02
Combustible épuisé-2	87,38	0,902	89/01
Combustible épuisé-3	87,38	0,100	89/02
Combustible épuisé-4	87,36	0,097	88/10
Naturel-1	94,54	0,047	90/07
Naturel-2	94,57	0,036	90/07
Naturel-3	95,89	0,050	n/a
Naturel-4	98,32	1,087	90/08
Naturel-5	99,10	0,498	90/03
Naturel-6	97,95	0,842	90/12

Dosage de l'uranium dans les minerais phosphatés

Echantillon	Concentration de U par fluorimétrie laser (ppm)	Concentration de U par spectrométrie de masse (ppm)	Concentration de U par spectrométrie gamma (ppm)
Minerai-1	63,8	56,7	61,5
Minerai-2	73,0	72,8	69,0
Minerai-3	84,5	—	87,7
Minerai-4	160,0	—	175,0

Analyse de l'acier par fluorescence X

Echantillon	Concentration — % en poids						
	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Co	Cu
1	47,4	18,8	25,7	1,1	4,7	0,2	1,1
2	67,5	15,2	12,2	1,4	2,2	0,2	0,3
3	67,0	16,0	11,8	1,5	2,1	0,3	0,3
4	64,6	16,6	13,4	1,5	2,7	0,2	0,2
5	64,8	16,2	13,3	1,5	2,8	0,1	0,3
6	64,8	16,2	13,3	1,5	2,8	0,1	0,3

Récupération de l'uranium des minerais phosphatés. Une bonne partie des matières d'entrée pour le programme de séparation électromagnétique provient des mines d'uranium d'Al Qaim. La quantité d'uranium obtenue peut être calculée à partir du poids de minerai traité et de la teneur de celui-ci en uranium. Le résultat indique probablement le maximum que l'on peut obtenir à partir des quantités de matières uranifères produites dans le pays et traitées par séparation électromagnétique ou autre procédé, en Iraq.

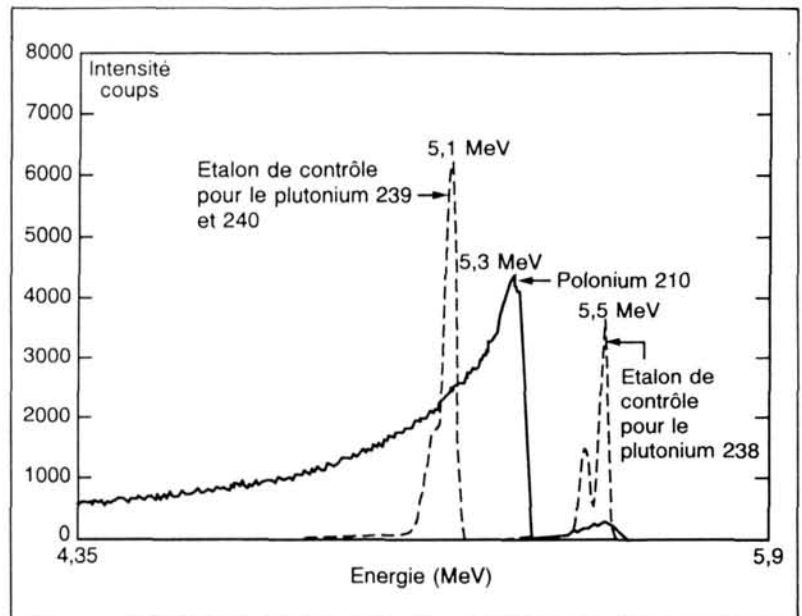
Plusieurs échantillons de minerai ont été amenés à Seibersdorf par l'équipe d'inspecteurs. Leur teneur en uranium a été déterminée par spectrométrie gamma et, après dissolution, par fluorescence optique au laser, dans le PCI, et par spectrométrie de masse après dilution isotopique, dans le LAG. Vu la faible concentration de l'uranium dans les échantillons, les résultats obtenus par les diverses méthodes concordent bien.

Identification de matériaux de construction. Les inspecteurs ont prélevé une série d'échantillons pour déterminer la nature de certains procédés industriels utilisés en Iraq et leur rapport éventuel avec une activité nucléaire clandestine. Ce genre d'analyse a été pratiquée par exemple sur plusieurs pièces d'acier soupçonnées de servir à la construction du matériel de centrifugation en phase gazeuse destiné à l'enrichissement de l'uranium. Des aciers spéciaux (à trempe secondaire) sont nécessaires pour fabriquer les rotors des centrifugeuses, car ceux-ci sont exposés à de très fortes contraintes. Ces aciers peuvent être identifiés par leur composition et par leurs propriétés métallurgiques. Les échantillons prélevés se présentaient sous la forme de petits fragments irréguliers de 5 grammes environ chacun. Ils ont été analysés par fluorescence X à dispersion de longueurs d'ondes au LAG.

Les résultats semblent indiquer qu'il s'agit de trois types d'acier différents dont aucun ne correspond à l'acier spécial utilisé pour les rotors de centrifugeuse.

Cette méthode de dépistage permet aux inspecteurs d'obtenir rapidement des résultats qui facilitent l'orientation de leurs travaux sur place. L'analyse par fluorescence X est nécessaire pour ce genre de mesure car elle est applicable à un large éventail d'éléments et permet d'analyser les échantillons directement sans traitement chimique préalable.

Elle a servi à analyser un autre échantillon particulier qui se présentait sous la forme d'un cylindre de métal lourd de couleur grise de 2,5 cm de diamètre sur 15 cm de long dont on soupçonnait qu'il servait à l'étude d'armes nucléaires. L'analyse a révélé qu'il contenait 50% de tungstène, 20-25% de cobalt, 1-2% de cuivre et 1-2% de niobium. Le total de ces éléments n'atteignait cependant que 80% de la masse, environ, ce qui impliquait la présence d'autres composants que l'on ne pouvait mesurer. L'analyse par fluorescence X ne permet pas de doser les éléments légers (en l'occurrence plus légers que



Spectre d'énergie du rayonnement alpha d'un frottis

le sodium). Le plus vraisemblable, c'est que le composant manquant était le carbone, auquel cas le cylindre en question serait un barreau fritté de carbure de tungstène dont le liant serait le cobalt. Sa densité ($13,5 \text{ g/cm}^3$) correspond à cette supposition. Ce genre d'alliage est utilisé communément dans la fabrication des machines outils.

Détection du polonium 210. Les documents rapportés par la sixième équipe d'inspection ont révélé que l'Iraq avait travaillé sur des générateurs radio-isotopiques de neutrons qui servent à amorcer la réaction en chaîne dans un engin explosif nucléaire. Ces générateurs contiennent du polonium 210 et du béryllium. Par conséquent, si l'on détectait du polonium 210 dans les échantillons provenant d'Iraq, cela permettrait de conclure à l'existence d'un programme d'armement nucléaire et, éventuellement, de le localiser.

Un frottis prélevé dans un boîte à gants provenant du Centre de recherche nucléaire de Tuwaitha et enfouie dans le désert s'avéra porteur d'une activité alpha anormalement élevée, comme l'indiquèrent les détecteurs de contamination utilisés sur le terrain. D'autres frottis ont été prélevés et envoyés à Seibersdorf pour en déterminer le spectre d'énergie alpha. Un pic alpha de 5,3 MeV est apparu très nettement, ce qui correspondait à l'énergie que l'on peut attendre des particules alpha émises par le polonium 210. Cette conclusion a également été confirmée par les mesures faites dans un laboratoire d'Etat.

Analyse des échantillons d'eau prélevés dans les puits de stockage du combustible. L'équipe AIEA/ONU est chargée d'enlever tout le combustible nucléaire fortement enrichi que possède l'Iraq, qu'il soit neuf ou irradié. Ce combustible se trouve actuellement à plusieurs endroits: dans la piscine du réacteur IRT-5000 et dans son bassin de stockage de combustible irradié, et dans 14 puits de stockage

**Analyse
d'échantillons
d'eau
prélevés dans
les puits de
stockage**

Echantillon	pH	Mg (ppm)	Al (ppm)
1	8,0	47	0,03
2	7,9	57	<0,01
3	7,9	62	0,03
4	8,0	72	0,03
5	7,1	24	<0,01
6	7,7	52	0,04

hors site. Avant de prendre des dispositions pour transporter ce combustible, il est essentiel de savoir s'il a été corrodé au point de libérer des produits de fission dans l'eau où il est plongé. Des échantillons de quelque 100 ml ont été prélevés à l'emplacement du réacteur de recherche et dans la plupart des puits de stockage et ont été amenés à Seibersdorf pour analyse. Leur radioactivité a été mesurée par spectrométrie gamma dans les deux laboratoires précités, puis on a mesuré leur pH pour les analyser ensuite par spectrométrie d'émission atomique dans un plasma couplé par induction afin de déterminer leur teneur en éléments traces et de détecter éventuellement des indices de corrosion des gaines (aluminium et magnésium).

On n'a relevé aucune corrosion, ce qui aurait pu être si le pH avait été supérieur à 10. En pareil cas, on pourrait s'attendre à voir les concentrations de magnésium et d'aluminium augmenter de plusieurs ordres de grandeur. De même, si le cœur d'uranium du combustible avait été touché, l'eau contiendrait des quantités détectables de produits de fission.

Conclusions

Au cours de l'année écoulée, les diverses techniques analytiques utilisées par les laboratoires de l'AIEA de Seibersdorf se sont avérées très utiles pour l'évaluation des résultats des inspections pratiquées en Iraq et pour la planification du suivi. Les résultats des analyses sont également intéressants par ce qu'ils n'ont pas permis de déceler, à savoir des indices formels de l'existence de programmes nucléaires non encore déclarés. Sur ce point, on compte beaucoup sur la sensibilité et la sélectivité des méthodes analytiques appliquées à l'uranium, au plutonium et aux autres composants importants des échantillons. Ces moyens analytiques — qu'il s'agisse de ceux qui sont utilisés par les laboratoires de Seibersdorf, par des laboratoires privés ou par des établissements d'Etat — peuvent donner dans une certaine mesure l'assurance que l'on peut détecter des activités nucléaires significatives non déclarées.

Plusieurs leçons sont à tirer de ces travaux d'analyse, notamment:

- Il importe de consulter au préalable les analystes afin de planifier l'échantillonnage. Il faut veiller ici

à choisir les méthodes d'échantillonnage et d'analyse qui auront les meilleures chances de donner des résultats concluants exempts d'interférences, de masques ou d'erreurs.

- Il importe d'appliquer des méthodes d'échantillonnage bien étudiées (validées). A cette fin, il faut tenir compte de ce que l'on sait d'avance sur les exigences et les problèmes éventuels relatifs aux techniques que l'on se propose d'appliquer.

- Il faut choisir des méthodes analytiques permettant d'obtenir rapidement des résultats fiables.

- L'exploitation inductive des résultats doit tenir compte des causes d'erreur aléatoire ou systématique inhérente aux données. Bien souvent, l'incertitude du résultat peut faire toute la différence entre une déduction correcte et une déduction fautive.

La conclusion générale est claire et nette: l'AIEA a eu la chance de disposer d'un large éventail de techniques analytiques, appuyées par une infrastructure scientifique efficace et servies par un personnel technique parfaitement qualifié. Sans ces moyens internes, l'analyse des échantillons aurait été beaucoup plus difficile à coordonner et aurait subi des retards ou abouti à des conclusions erronées. Les retards, en particulier, auraient résulté de la nécessité de constituer ou de mettre en œuvre un réseau de laboratoires d'analyse utilisant des méthodes homologuées et disposés à accepter une lourde tâche pratiquement sans préavis.

Le fait que les mesures aient pu être faites par le laboratoire d'une organisation du système des Nations Unies doté d'un personnel scientifique et technique international est un avantage qu'il ne faut pas sous-estimer. C'est là un gage certain de l'indépendance et de l'impartialité des résultats, ce qui ne peut manquer d'ajouter à la crédibilité des conclusions.

Il faudra peut-être, pour l'avenir, profiter de cette expérience acquise pour renforcer encore les moyens analytiques dont dispose l'Agence afin de les adapter à de nouveaux besoins.