

ANALYSES PARTICULAIRES, MORPHOLOGIQUES ET STRUCTURALES MISES EN ŒUVRE DANS LE CADRE DE LA LUTTE CONTRE LA PROLIFÉRATION NUCLEAIRE

Fabien Pointurier, Amélie Hubert, Anne-Claire Humbert, Anne-Laure Fauré,
Manon Cornaton, Soazig Burban, Hugues Haedrich, Olivier Marie, Fanny
Buhler-Varenne, Fabrice Leprieur

CEA, DAM, DIF,
91297 Arpajon, France

Fabien.POINTURIER@CEA.FR

Le régime de vérification international des garanties impose aux états signataires du TNP (Traité de Non-Prolifération nucléaire) la réalisation, par des inspecteurs de l'AIEA (Agence Internationale à l'Énergie Atomique), de prélèvements de matière particulaire dans les installations déclarées. Ces prélèvements sont réalisés en frottant des surfaces lisses avec des « frottis », morceaux de coton de 10 cm × 10 cm. En effet, à l'instar de toutes les activités industrielles, les opérations physiques ou chimiques diverses pratiquées sur les matériaux nucléaires émettent un petit nombre de particules représentatives des matières. Ces particules sont de dimensions nanométriques à micrométriques. Elles se répandent dans l'installation, se mélangent avec d'autres particules d'origines diverses (organiques, minérales, technogéniques, etc.) et, *in fine*, se déposent sur les surfaces. Ainsi, les frottis ont de bonnes chances de contenir quelques particules provenant des matériaux nucléaires, déclarés ou non déclarés, présents dans l'installation.

Les « analyses particulières » consistent à identifier puis analyser individuellement, parmi les innombrables particules de toutes natures collectées à l'aide des frottis, celles qui sont constituées de matière nucléaire. Initialement, ces analyses avaient uniquement pour objectif de déterminer la composition isotopique de l'uranium, à l'aide des techniques de spectrométrie de masse adaptées à l'analyse directe de microéchantillons solides et de très haute sensibilité. En effet, la masse d'une particule d'oxyde d'uranium d'1 µm de diamètre est de quelques picogrammes (1 pg = 10⁻¹² g), ce qui implique que les masses des isotopes mineurs de l'uranium (²³⁴U, ²³⁶U) peuvent être de l'ordre de quelques attogrammes (1 ag = 10⁻¹⁸ g). Pour la réalisation de ces analyses particulières, l'AIEA s'appuie sur un réseau d'une dizaine de laboratoires hautement spécialisés, le NWAL (*Network of Analytical Laboratories*). Le Laboratoire d'Expertise Analytique de la Direction des Applications Militaires (DAM) du CEA, situé sur le site de Bruyères-le-Châtel, fait partie du NWAL depuis 2001. Il utilise depuis début 2022 un spectromètre de masse à ions secondaires « large géométrie » (LG-SIMS), un instrument d'une très grande sensibilité (efficacité de mesure de l'ordre de 10⁻²) qui présente des limites de détection de l'ordre de l'attogramme.

Cependant, la détermination de la composition isotopique de particules de matière nucléaire n'est pas toujours suffisante pour vérifier les déclarations des exploitants ou mettre en évidence une activité non déclarée. Il est alors nécessaire de déterminer la morphologie et les compositions élémentaires et chimiques des microparticules grâce à différentes méthodes de micro-analyses. Ainsi, l'observation de la morphologie et de la topographie des particules à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) permet dans certains cas d'identifier le procédé mis en œuvre pour transformer la

matière nucléaire. De même, la détection de certains éléments chimiques associés à l'uranium avec un spectromètre de rayons X associé à un MEB est également caractéristique de certaines étapes industrielles, tout comme la détermination des phases chimiques du composé uranifère à l'aide d'un spectromètre micro-Raman. Grâce à l'utilisation de techniques couplées, ou à des transferts puis des relocalisations des particules d'intérêt d'un instrument à l'autre, il est également possible de corréliser ces informations entre elles au niveau de la même microparticule. Lors de cet exposé, nous présenterons le contexte international de la lutte contre la prolifération nucléaire puis les développements menés par le CEA/DAM pour améliorer les performances des analyses isotopiques de microparticules d'uranium et pour acquérir de nouvelles capacités analytiques qui apportent des informations complémentaires à la composition isotopique de la matière nucléaire.