



**HAL**  
open science

## Pourquoi est-ce si complexe d'analyser quatre complexants organiques dans des effluents radioactifs ?

L. Sghaier, C. Gautier, J. Vial, D. Thiébaud, C. Mougel

### ► To cite this version:

L. Sghaier, C. Gautier, J. Vial, D. Thiébaud, C. Mougel. Pourquoi est-ce si complexe d'analyser quatre complexants organiques dans des effluents radioactifs ?. SEP 2017 - 12eme Congres de l'Association Francophone des Sciences Separatives, Mar 2017, Paris, France. cea-02435075

**HAL Id: cea-02435075**

**<https://cea.hal.science/cea-02435075>**

Submitted on 10 Jan 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## Pourquoi est-ce si complexe d'analyser quatre complexants organiques dans des effluents radioactifs ?

Lilia SGHAIER<sup>1</sup>, Céline GAUTIER<sup>1</sup>, Jérôme VIAL<sup>2</sup>, Didier THIEBAUT<sup>2</sup>, Caroline MOUGEL<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Den - Service d'Etudes Analytiques et de Réactivité des Surfaces (SEARS), CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, Gif-sur-Yvette, France

<sup>2</sup> Laboratoire des Sciences Analytiques, Bioanalytiques et Miniaturisation (LSABM), Institut de Chimie, Biologie et Innovation (CBI) – ESPCI ParisTech, CNRS UMR 8231, PSL\* Research University, 10 rue Vauquelin, 75231 Paris Cedex 05, France

En France, l'Agence Nationale pour la gestion des Déchets Radioactifs (ANDRA) exige une quantification fiable des complexants organiques présents dans les effluents et boues radioactives en raison de leur utilisation lors des procédés de décontamination. En effet, les complexants organiques ont une grande affinité avec les radionucléides et peuvent faciliter leur mobilité, et ainsi potentiellement entraîner une migration de ces espèces des centres de stockage vers l'environnement. Par conséquent, il est demandé aux producteurs de déchets radioactifs d'analyser et de quantifier les complexants organiques dans leurs déchets, et l'ANDRA a identifié quatre molécules en priorité : l'acide éthylène diamine tétraacétique (EDTA), l'acide diéthylène triamine pentaacétique (DTPA), l'acide nitrilotriacétique (NTA), et l'acide triéthylène tétramine hexaacétique (TTHA).

De prime abord, la séparation de quatre molécules peut paraître aisée. Mais lorsque ces molécules sont des complexants organiques présents dans des effluents radioactifs caractérisés par une concentration en matières en suspension élevée (160 g/L), une forte acidité (pH inférieur à 2), une charge saline en nitrate de sodium élevée (2 mol/L), une présence significative de métaux (jusqu'à 10 mmol/L) et un niveau de radioactivité relativement important (environ 5 GBq/m<sup>3</sup> en émetteurs  $\beta$  et  $\gamma$ ) ; lorsque les études de spéciation sont limitées par un manque de constantes de complexation dans la littérature ; lorsque les étapes de préparation de l'échantillon et de séparation doivent être compatibles avec une détection par spectrométrie de masse ; et enfin lorsque les étalons utilisés pour la quantification ne sont pas toujours fiables <sup>1</sup>, cette séparation n'apparaît plus si simple.

La chromatographie d'appariement d'ions avec une détection par spectrométrie de masse avec une source électrospray a été sélectionnée pour réaliser l'analyse simultanée des quatre complexants organiques <sup>2</sup>. Avant cela, une étape de préparation de l'échantillon est nécessaire afin d'obtenir chaque molécule sous forme d'un complexe majoritaire et ainsi pouvoir effectuer une analyse quantitative. Cette étape repose sur une co-précipitation de certains métaux grâce à une augmentation de pH suivie par l'ajout de nickel en excès. Après une comparaison de différentes phases stationnaires qui a donné lieu à des surprises, la composition des phases mobiles et les paramètres du spectromètre de masse ont été optimisés, puis les performances de la méthode développée ont été évaluées en termes de linéarité, répétabilité et sensibilité. Cette méthode a également été appliquée à des échantillons réels.

1. Gautier, C. *et al.* Are analytical standards and reagents really reliable? *Accreditation Qual. Assur.* **21**, 41–46 (2016).
2. du Bois de Maquillé, L. *et al.* Determination of ethylenediaminetetraacetic acid in nuclear waste by high-performance liquid chromatography coupled with electrospray mass spectrometry. *J. Chromatogr. A* **1276**, 20–25 (2013).