



**HAL**  
open science

## Comparaison de trois modes opératoires en vue de la mesure du $^{63}\text{Ni}$ dans les Déchets nucléaires FMA

Céline Gautier

► **To cite this version:**

Céline Gautier. Comparaison de trois modes opératoires en vue de la mesure du  $^{63}\text{Ni}$  dans les Déchets nucléaires FMA. Groupe de travail 14 de la CETAMA - GT14, Dec 2014, Bagnols-Sur-Cèze, France. cea-02948345

**HAL Id: cea-02948345**

**<https://cea.hal.science/cea-02948345>**

Submitted on 24 Sep 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.

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



GT 14

[www.cea.fr](http://www.cea.fr)

# COMPARAISON DE TROIS MODES OPÉRATOIRES EN VUE DE LA MESURE DU $^{63}\text{Ni}$ DANS LES DÉCHETS NUCLÉAIRES FMA

Céline | GAUTIER

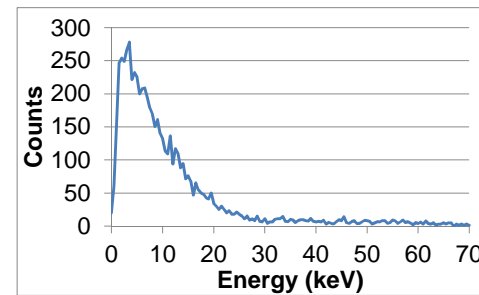
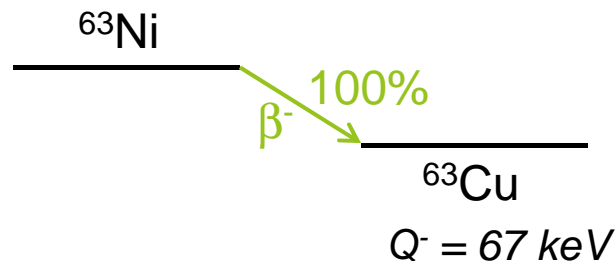
2 DÉCEMBRE 2014 - MARCOULE - GT 14

- ✓ Introduction
- ✓ Objectif de l'étude
- ✓ Résultats et discussion
  - ↳ Mise au point des modes opératoires
  - ↳ Etudes de spéciation et optimisation des modes opératoires
  - ↳ Applications à des déchets FMA variés
- ✓ Conclusions et perspectives

# INTRODUCTION

## Analyse du $^{63}\text{Ni}$ dans les déchets nucléaires FMA

- Le  $^{63}\text{Ni}$  est un radionucléide à vie longue (98,7 ans) émetteur beta ( $E_{\text{max}} = 67 \text{ keV}$ ).



- $^{63}\text{Ni}$  est produit par activation neutronique du Ni et du Cu.
- $^{63}\text{Ni}$  peut être présent dans les aciers, mais aussi les graphites, les résines échangeuses d'ions, les effluents, les boues, etc...

**RN**

**Seuil de déclaration (Bq/g) → LMA (Bq/g) pour le centre CSA  
(Spécifications ANDRA : ACO.SP.ASRE.99.002/D)**

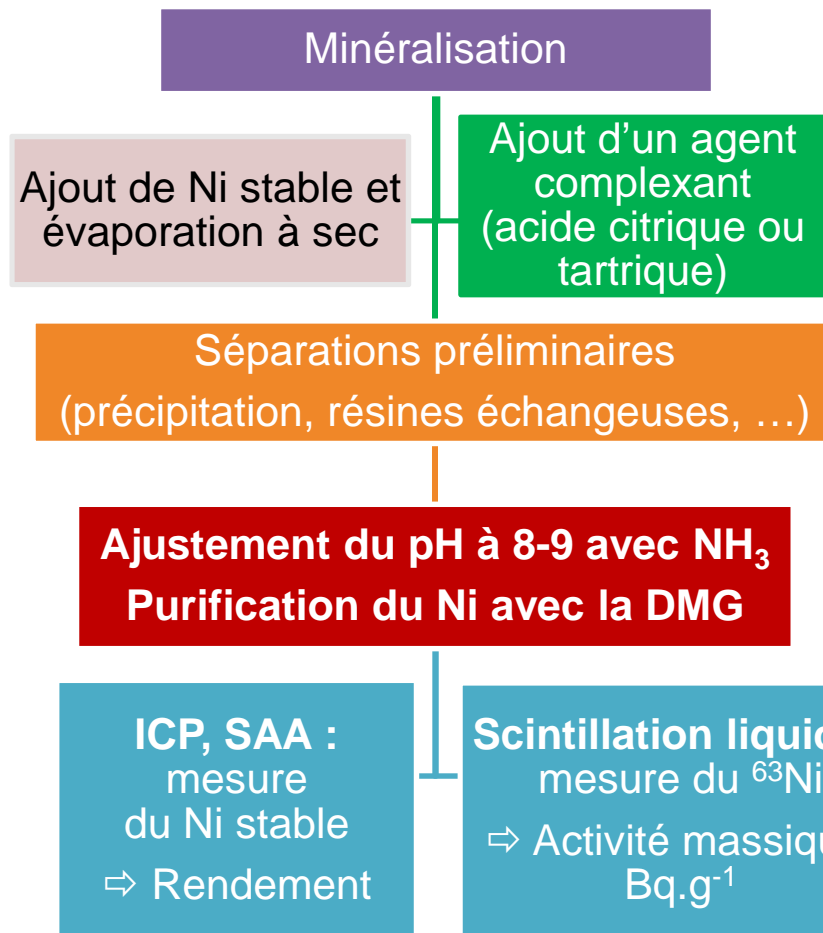
$^{63}\text{Ni}$

**1 → 3 × 10<sup>6</sup>**

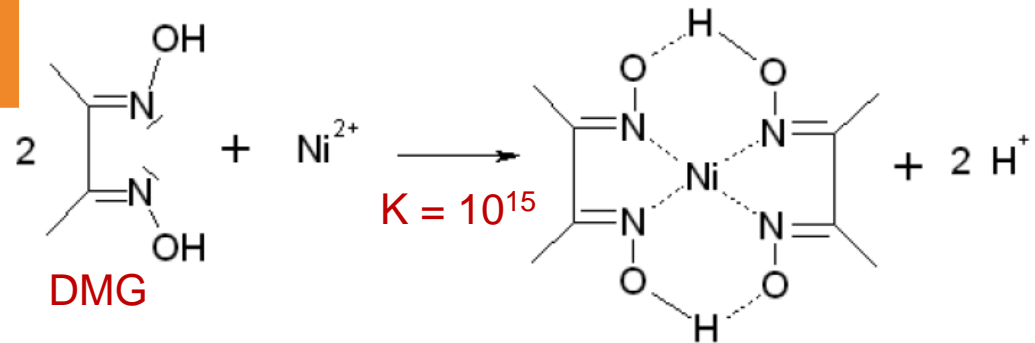
- En tant qu'émetteur beta pur, le  $^{63}\text{Ni}$  doit être isolé des éléments de la matrice et des radionucléides interférents ( $^{60}\text{Co}$ ,  $^{55}\text{Fe}$ ) par séparation chimique avant toute mesure par scintillation liquide (SL).

## Analyse du $^{63}\text{Ni}$ dans les déchets nucléaires FMA

- Etude bibliographique : la majorité des modes opératoires sont basés sur la **diméthylglyoxime DMG** (📖 Hou et al. (2008))



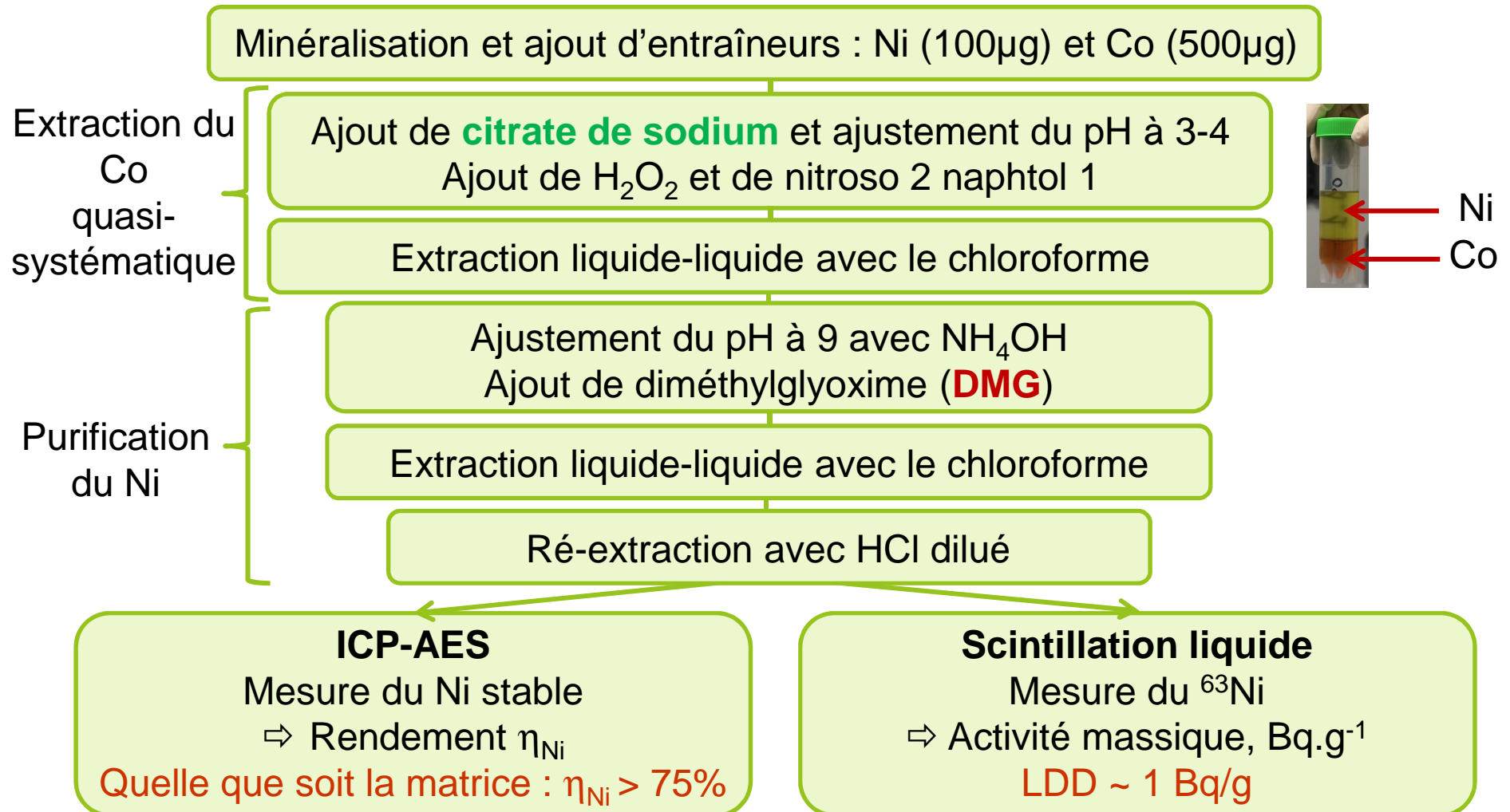
Norme NF M60-317 (2001) :  
Détermination du  $^{63}\text{Ni}$   
dans les effluents et les déchets



**Extraction ou précipitation  
du complexe Ni(DMG)<sub>2</sub>  
en fonction  
de la quantité de Ni**

## Analyse du $^{63}\text{Ni}$ dans les déchets FMA au LASE

- Méthode du LASE très proche de celle décrite dans la norme NF M60-317



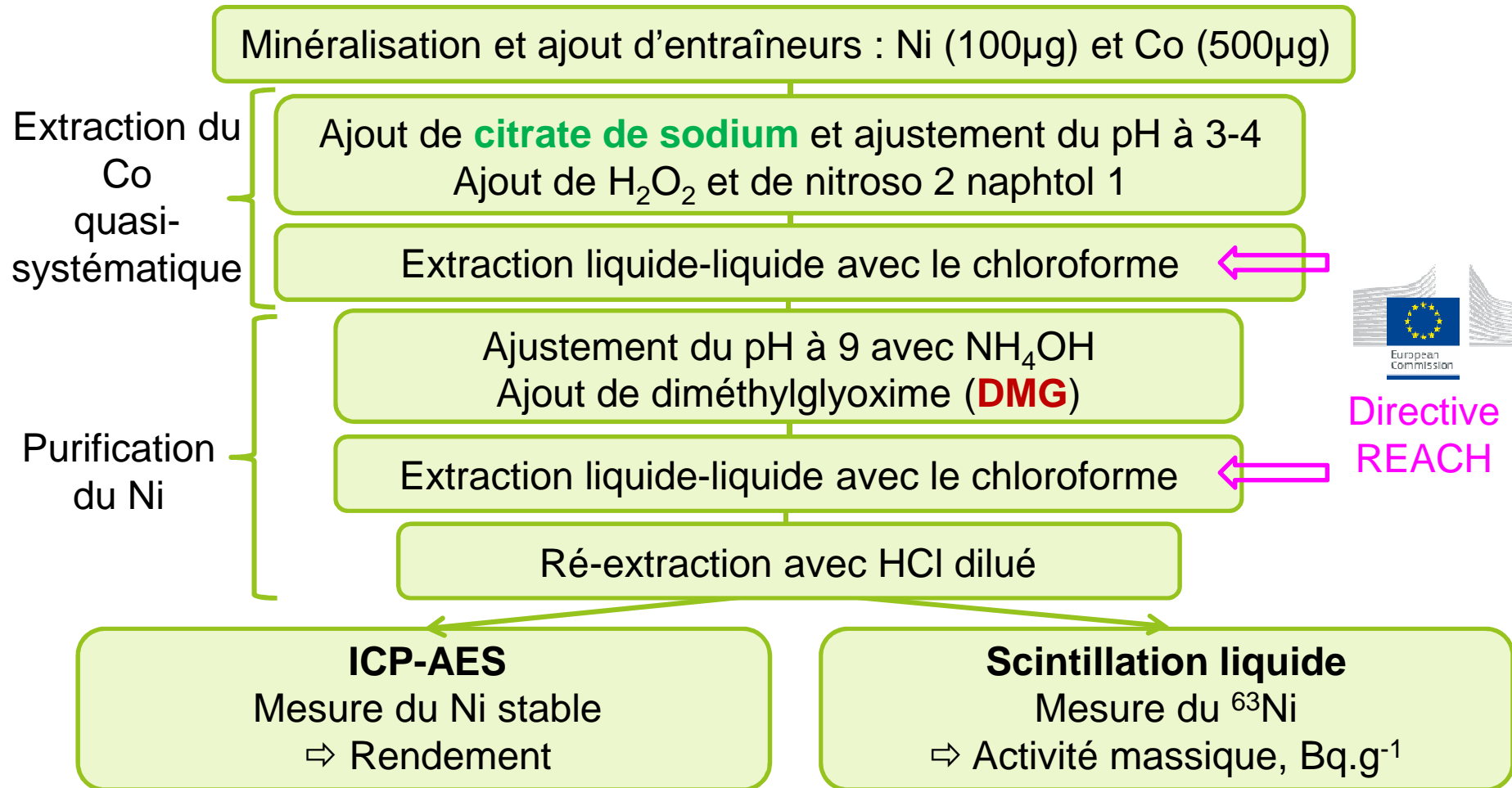
# INTRODUCTION : COMPARAISON NORME - MOP LASE

	Norme M60-317 (extraction DMG)	Mode opératoire LASE
Quantité entraîneur Ni	10 µg – 5 mg	100 µg
Quantité entraîneur Co	10 mg	0,5 mg
Evaporation PE+Ni+Co	non	<b>oui</b>
Citrate de sodium	<b>5 mL</b> – 100 g/L dans H <sub>2</sub> O	<b>10 mL</b> – 100 g/L dans H <sub>2</sub> O
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	<b>5 mL</b>	<b>1 mL</b>
Nitroso1-naphtol2	4 mL – 1% dans acide acétique	4 mL – 1% dans acide acétique
Attente	30 min	30 min
DMG	2 mL – 1% dans éthanol	2 mL – 1% dans éthanol
<b>Temps d'attente DMG</b>	<b>10 min</b>	<b>1 h</b>
Extraction CHCl <sub>3</sub>	4 fois x 3 mL	3 fois x 5 mL
Lavage NH <sub>4</sub> OH	1 fois x 5 mL NH <sub>4</sub> OH 2%	1 fois x 10 mL NH <sub>4</sub> OH 5%
Ré-extraction	2 fois x 5 mL HCl 1M	1 fois x 10 mL puis 2 fois x 5 mL HCl 0,5M



## Analyse du $^{63}\text{Ni}$ dans les déchets FMA au LASE

- Méthode du LASE très proche de celle décrite dans la norme NF M60-317

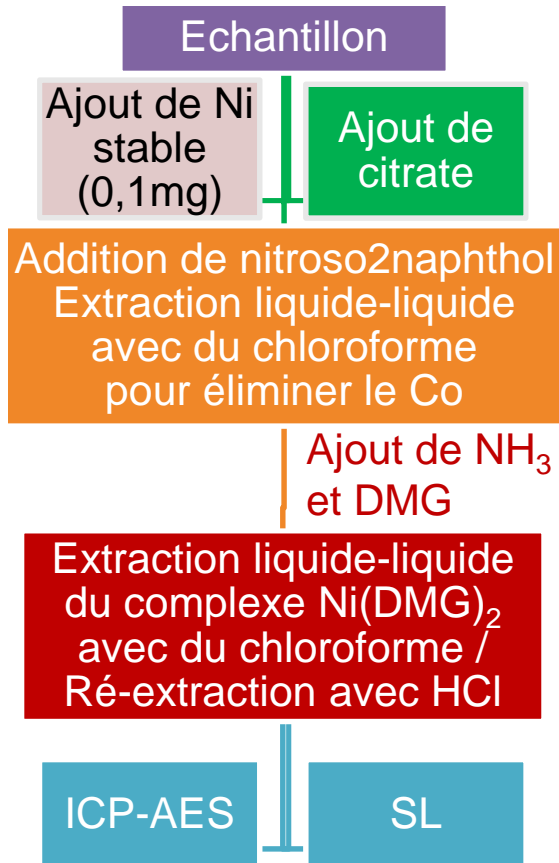


⇒ Recherche de modes opératoires alternatifs

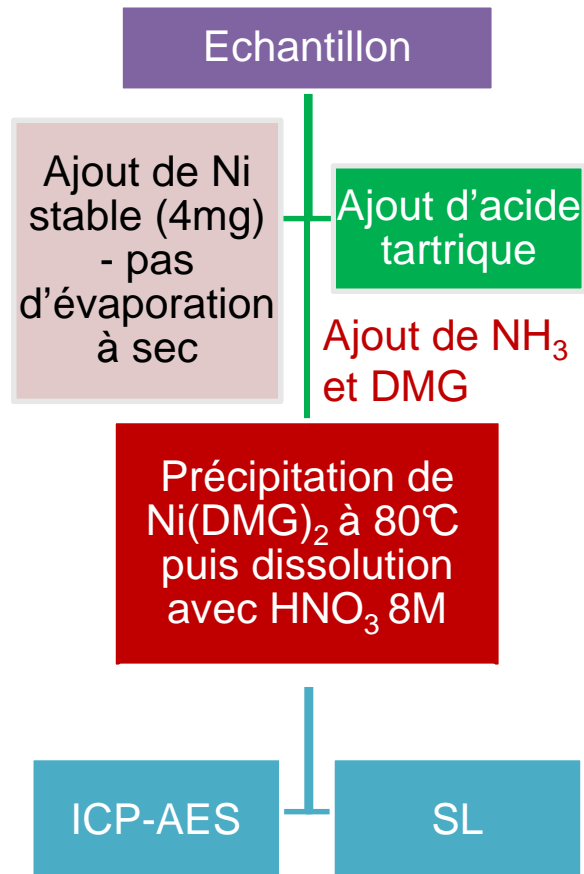
**OBJECTIF**

- Comparaison de 3 modes opératoires en vue de la mesure du  $^{63}\text{Ni}$  dans les déchets FMA (résines immobilisées ou non, effluents, graphites, concentrats, boues, aciers)

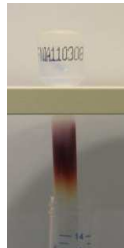
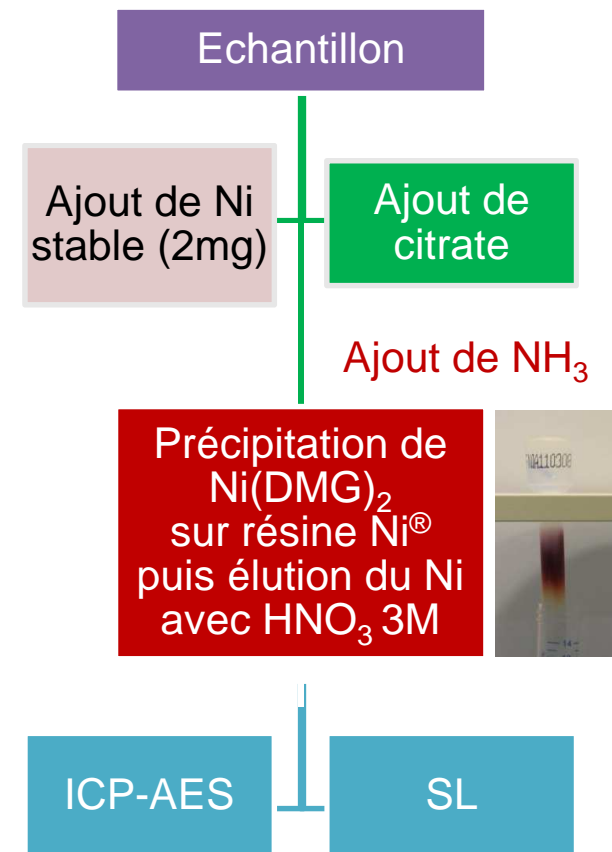
MOP 1 : adapté à partir de la norme M60-317 = **référence du LASE**



MOP 2 : décrit dans la norme M60-317 (2001)



MOP 3 : décrit dans la méthode Eichrom NIW01 (2003)



## **RÉSULTATS ET DISCUSSION**

- MISES AU POINT DES MOP**

- ETUDES DE SPÉCIATION  
ET OPTIMISATION DES MOP**

- APPLICATIONS À DES  
DÉCHETS FMA VARIÉS**

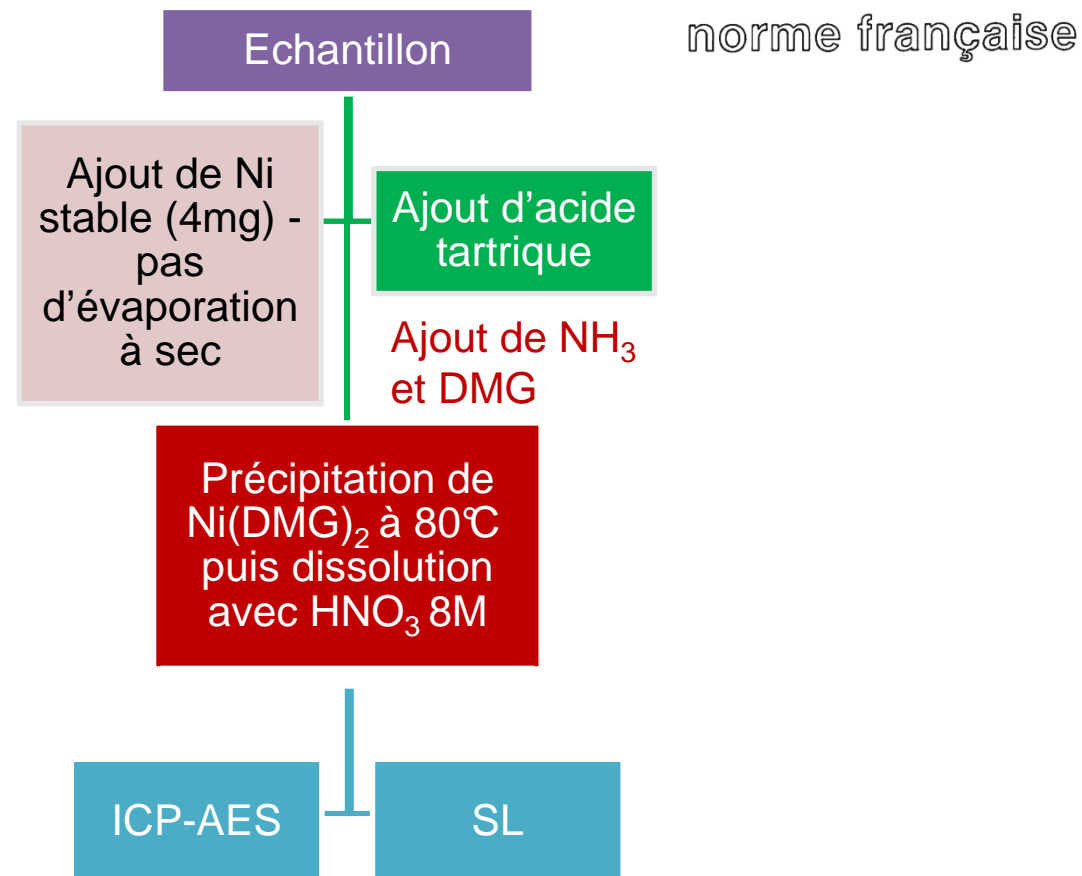
# **RÉSULTATS ET DISCUSSION**

## **- MISES AU POINT DES MOP**

### **❖ MOP 2 : PRÉCIPITATION**

## MOP 2 basé sur la précipitation

- Méthode par précipitation décrite dans la norme NF M60-317 : environ 2-3 h



NF M 60-317  
Mars 2001

Indice de classement : M 60-317

## MOP 2 basé sur la précipitation

### ■ Méthode par précipitation décrite dans la norme NF M60-317

- Etape 1 : Ajouter à la PE 10 mL d'acide tartrique saturé et 5 mg de Ni (*pas d'évaporation à sec*)
- Etape 2 : Ajuster le pH à 9 avec ammoniacque concentrée
- Etape 3 : Chauffer à 80°C et ajouter 20 mL de DMG (1% dans l'éthanol) et laisser reposer 30 min
- Etape 4 : Filtrer puis dissoudre le précipité avec 10 mL HNO<sub>3</sub> 8M. Rincer le filtre avec 10 mL H<sub>2</sub>O et mélanger les 2 filtrats
- Etape 5 : Amener à siccité la solution obtenue en 4
- Etape 6 : Reprendre par au moins 1 mL HNO<sub>3</sub> 1M. Ajuster à 10 mL
- Etape 7 : Mesures ICP-AES et SL

### ***Préconisation :***

⇒ Lorsque l'activité de l'ensemble des autres radionucléides présents est supérieure à 10 fois l'activité du <sup>63</sup>Ni, un second cycle de purification est nécessaire

## MOP 2 basé sur la précipitation

### ■ Méthode par précipitation décrite dans la norme NF M60-317

- Etape 1 : Ajouter à la PE 10 mL d'acide tartrique saturé et **5 mg de Ni**
- Etape 2 : Ajuster le pH à 9 avec ammoniacque concentrée
- Etape 3 : Chauffer à **80°C** et ajouter **20 mL de DMG** (1% dans l'éthanol) et laisser reposer 30 min
- Etape 4 : Filtrer puis dissoudre le précipité avec 10 mL HNO<sub>3</sub> 8M. Rincer le filtre avec 10mL H<sub>2</sub>O et mélanger les 2 filtrats
- Etape 5 : Amener à siccité la solution obtenue en 4
- Etape 6 : Reprendre par au moins 1 mL HNO<sub>3</sub> 1M. Ajuster à 10 mL
- Etape 7 : Mesures ICP-AES et SL

### ■ Adaptation de la méthode par précipitation décrite dans la norme NF M60-317 à partir du MOP LASE/MO/09 « <sup>59</sup>Ni »

- Etape 1 : 4 mg de Ni au lieu de 5 mg
- Etape 3 : 50°C au lieu de 80°C et 5 mL de DMG au lieu de 20 mL

⇒ Solution finale colorée avec précipité après décantation



## MOP 2 basé sur la précipitation

### ■ Adaptation de la méthode par précipitation décrite dans la norme NF M60-317 à partir du MOP LASE/MO/09 « $^{59}\text{Ni}$ »

- Etape 1 : Ajout à la PE de 10 mL d'acide tartrique saturé et de **4 mg de Ni**
- Etape 2 : Ajustement du pH à 9 avec ammoniacque concentrée
- Etape 3 : Ajout de **5 mL de DMG** (1% dans l'éthanol) et laisser le précipité se former environ 30min en chauffant à **50°C**
- Etape 4 : Filtrer puis dissoudre le précipité avec **10 mL HCl 5M**. Rincer le filtre avec 10mL  $\text{H}_2\text{O}$  et mélanger les 2 filtrats
- Etape 5 : **Détruire la DMG en portant à reflux la solution après ajout de  $\text{H}_2\text{O}_2$**
- Etape 6 : Evaporer quasiment à sec la solution obtenue en 5 (**pas à sec !**)
- Etape 7 : Reprendre par **10 mL HCl 0,5M**
- Etape 7 : Mesures ICP-AES et SL

⇒ Etape de destruction de la DMG délicate

# RÉSULTATS ET DISCUSSION

## - MISES AU POINT DES MOP

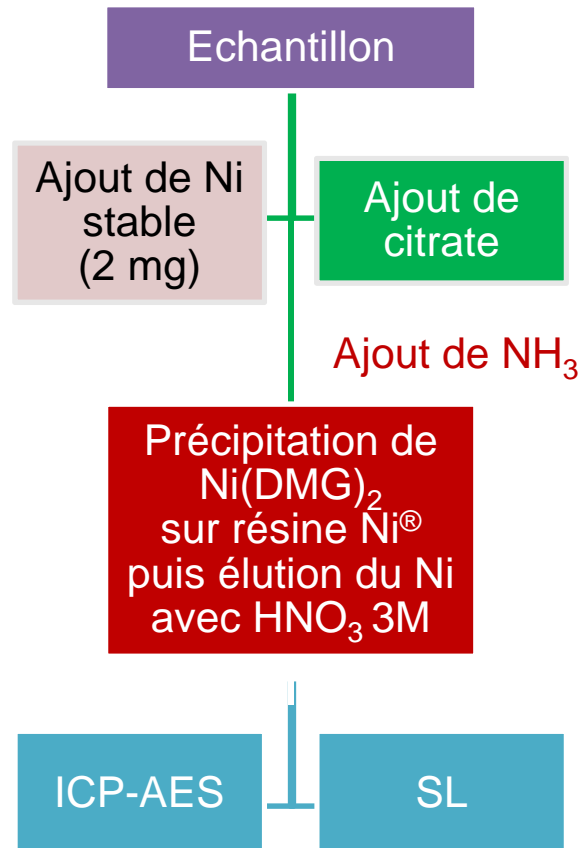
### ❖ MOP 3 : RÉSINE NI®

## MOP 3 basé sur la résine Ni<sup>®</sup>

eichrom<sup>®</sup>

Eichrom Technologies, Inc. NIW01  
Analytical Procedures Rev. 1.2  
February 25, 2003 Page 1 of 4

### ■ Mode opératoire Eichrom NIW01 : environ 2-3 h



Colonne 2 mL  
Capacité = 3 mg Ni

⇒ **Préconisation Triskem** : nécessité d'avoir une étape de purification supplémentaire en cas de présence de Fe (précipitation, résine anionique ou TRU)

## MOP 3 basé sur la résine Ni<sup>®</sup>

### ■ Mode opératoire Eichrom NIW01

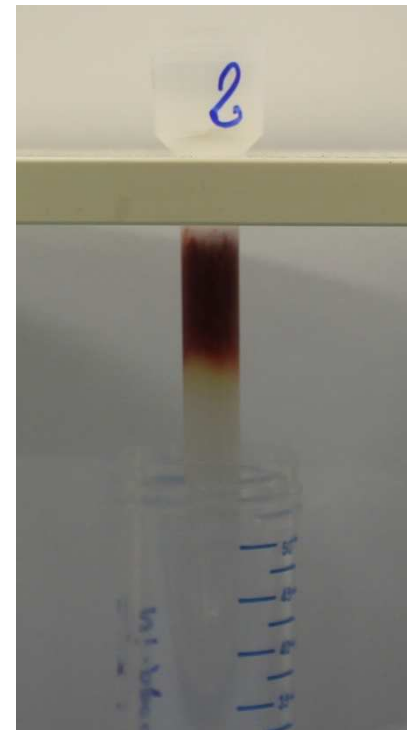
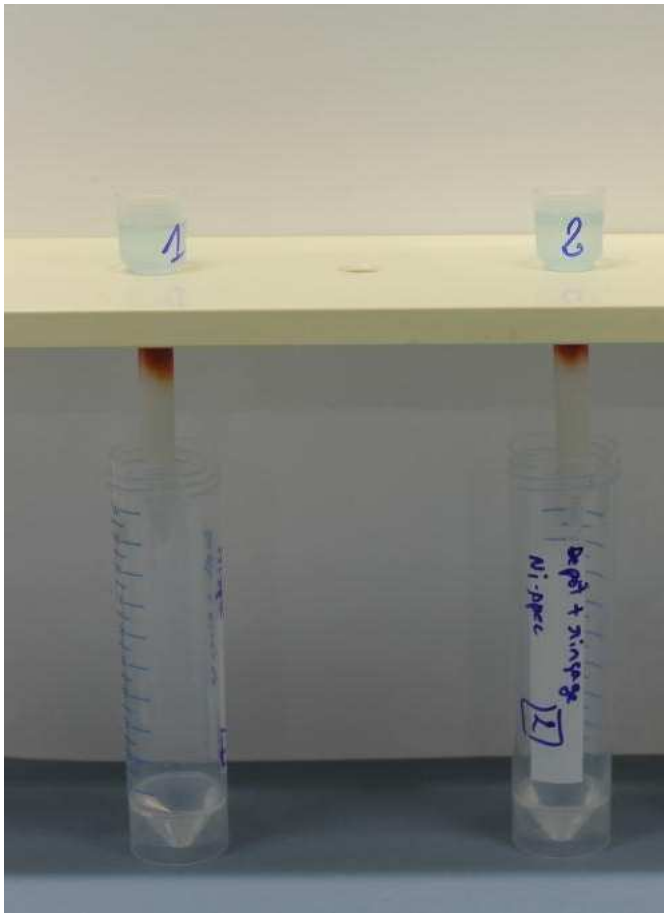
- Etape 1 : Evaporation de 2 mg de Ni (Ni Spex)
- Etape 2 : Reprise de l'échantillon avec 5 mL HCl 1M
- Etape 3 : Ajout de 1 mL de citrate d'ammonium 1M
- Etape 4 : Ajustement du pH à 8-9 avec ammoniacque concentrée
- Etape 5 : Conditionnement de la colonne avec 5 mL de citrate d'ammonium 1M préalablement ajusté à pH=8-9



## MOP 3 basé sur la résine Ni<sup>®</sup>

### ■ Mode opératoire Eichrom NIW01

#### ■ Etape 6 : Dépôt de l'échantillon sur la colonne

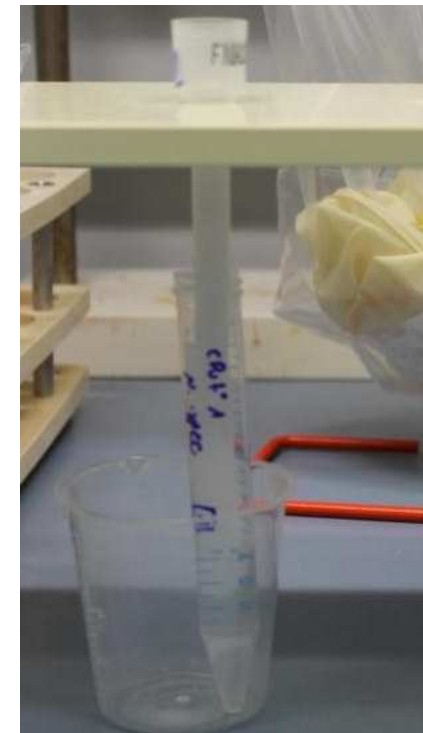
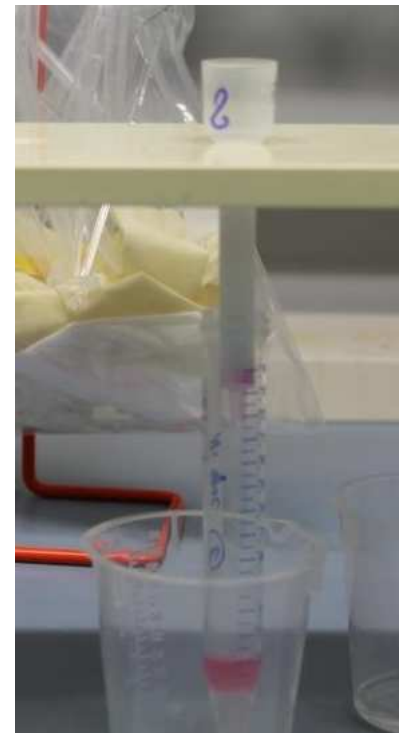
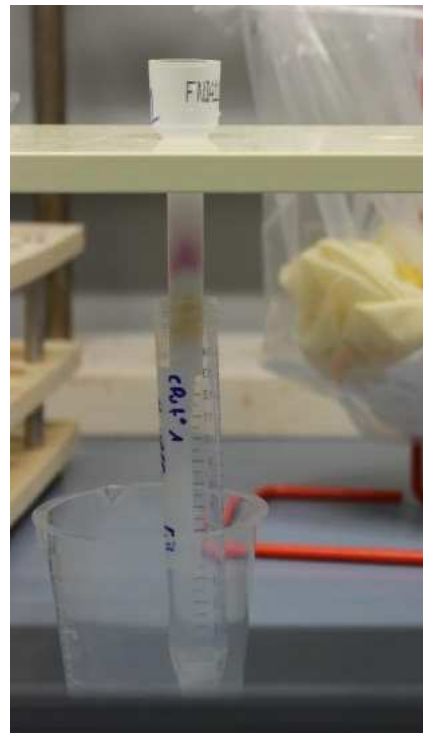
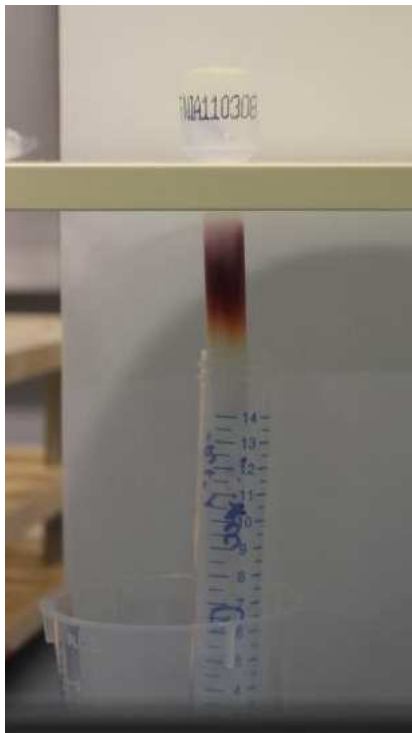


⇒ Précipitation progressive du complexe Ni-DMG

## MOP 3 basé sur la résine Ni<sup>®</sup>

### ■ Mode opératoire Eichrom NIW01

- Etape 7 : rinçage avec 20 mL de citrate d'ammonium ajusté à pH=8-9 (le précipité se situe dans la moitié haute de la colonne)
- Etape 8 : élution du Ni avec 5 mL de HNO<sub>3</sub> 3M



⇒ Dissolution progressive du précipité Ni-DMG

## MOP 3 basé sur la résine Ni<sup>®</sup>

### ■ Mode opératoire Eichrom NIW01

#### ■ Mesure des concentrations par ICP-AES

##### ❖ Test de 2 protocoles

- MOP 3a : dilution directe de la fraction HNO<sub>3</sub> 3M
- MOP 3b : évaporation à sec de la fraction HNO<sub>3</sub> 3M (dépôt rouge) puis destruction de la DMG avec H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> puis reprise avec HNO<sub>3</sub> 2%



	MOP 3a	MOP 3b
Rendement Ni (%)	95 (sans évaporation à sec)	82 (Evaporation puis attaque avec H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )

⇒ Pas de destruction de la DMG avant mesure par ICP-AES

#### ■ Mesure par SL

MOP 3a	Ni stable	<sup>63</sup> Ni
Rendement Ni (%)	100	98

⇒ Pas de quenching malgré la présence de HNO<sub>3</sub> 1,5M ⇒ MOP 3a retenu

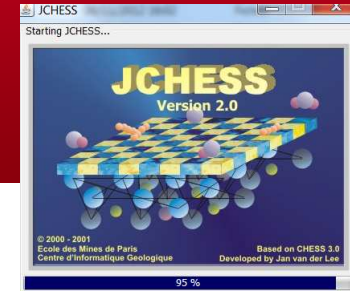
## **RÉSULTATS ET DISCUSSION**

- **MISES AU POINT DES MOP**

- **ETUDES DE SPÉCIATION  
ET OPTIMISATION DES MOP**

- **APPLICATIONS À DES  
DÉCHETS FMA VARIÉS**





## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

- Détermination des espèces chimiques du Fe, Ni et Co pour un acier

### Minéralisation

	Conc (mg/L)
Fe	3000
Ni	20
Co	1
HNO <sub>3</sub>	1 mol/L
HCl	1,5 mol/L

Après la minéralisation de l'acier en eau régale, les espèces prédominantes sont :

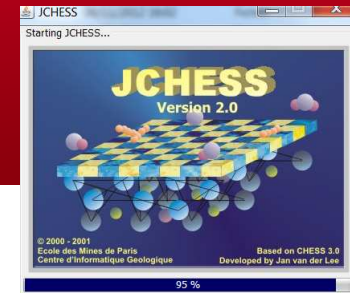
- Complexes  $\text{FeCl}_x^{3-x}$  pour le Fe
- $\text{Ni}^{2+}$  et  $\text{NiNO}_3^+$  pour le Ni
- $\text{Co}^{2+}$  et  $\text{CoCl}^+$  pour le Co

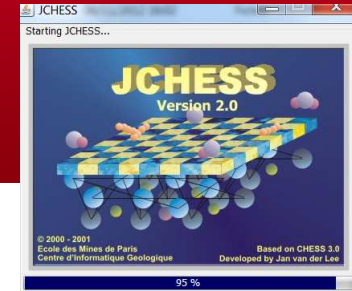
## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

- Détermination des espèces du Ni pour le MOP 1

Minéralisation

Ajout de Ni  
stable  
(0,1 mg)





## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

- Détermination des espèces du Ni pour le MOP 1

Minéralisation

Ajout du Ni stable (0,1 mg)

Ajout de citrate et ajustement du pH à 3-4

	Conc (mg/L)
Fe	800
Ni	5
Co	30
Citrate	45 000

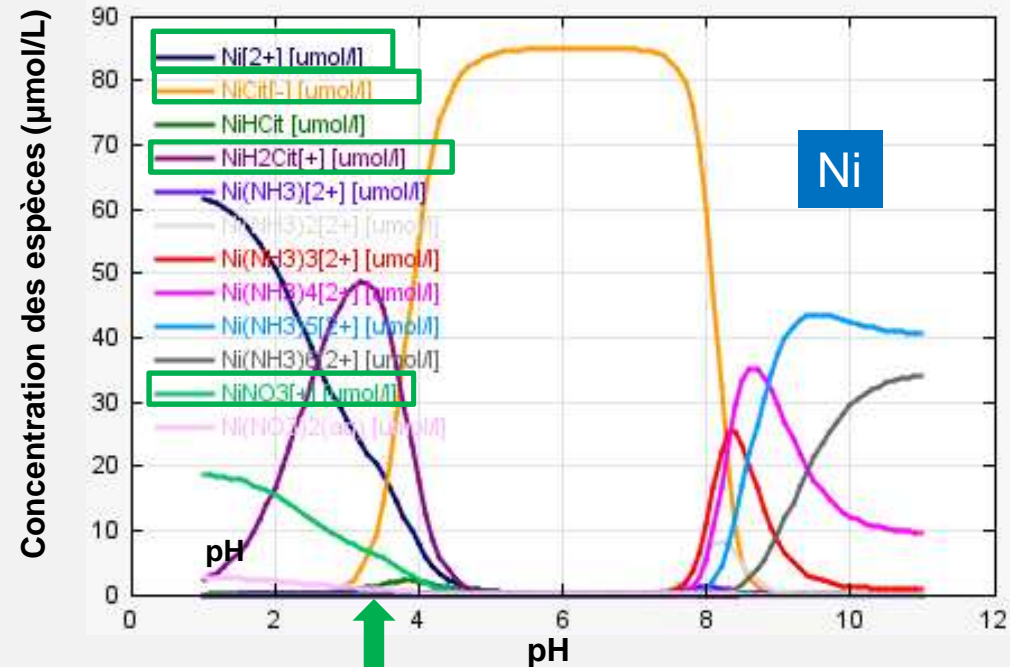
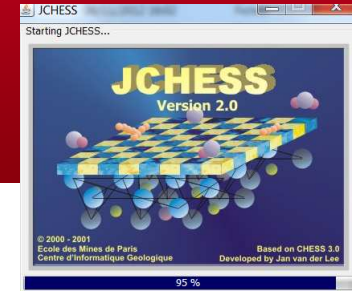


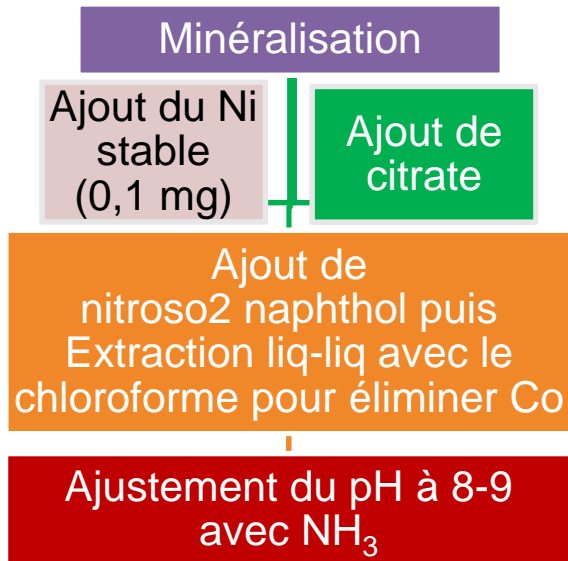
Diagramme de spéciation théorique du Ni(II)

⇒ Pour le MOP 1 après ajout de citrate, les espèces prédominantes du Ni(II) sont  $Ni^{2+}$ ,  $Ni(NO_3)^+$  et des complexes Ni-citrate ( $NiCit^-$  et  $NiH_2Cit^+$ ) à pH=3-4

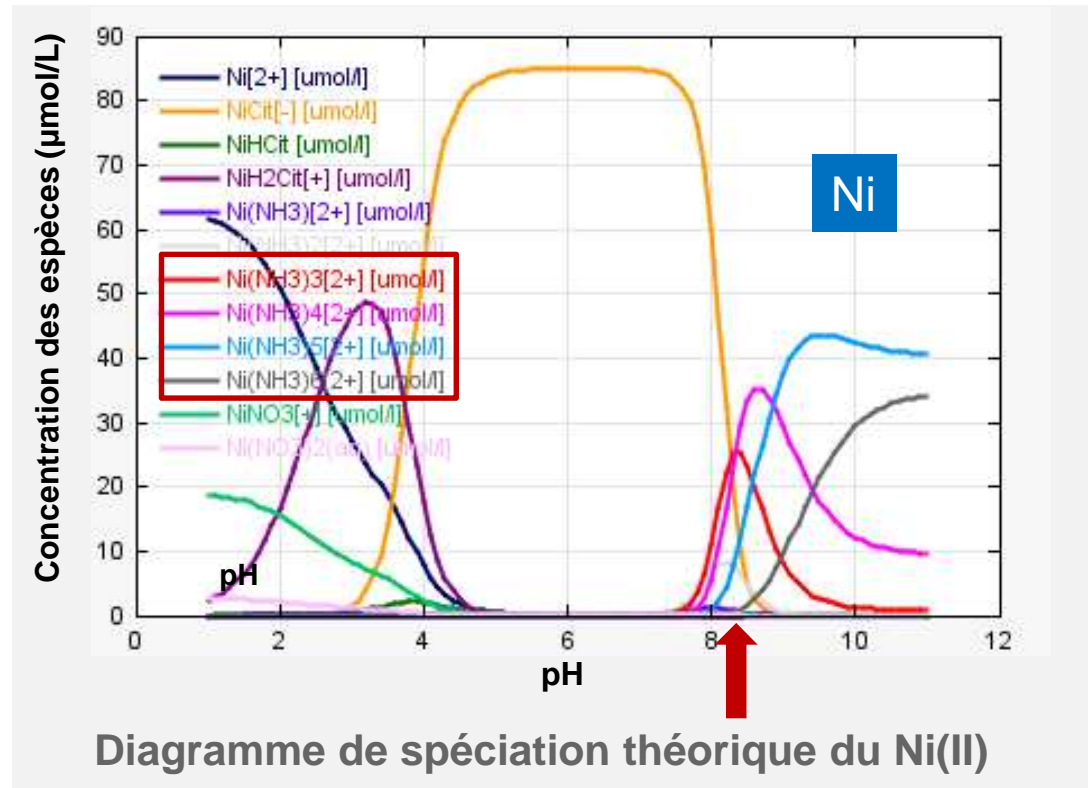


## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

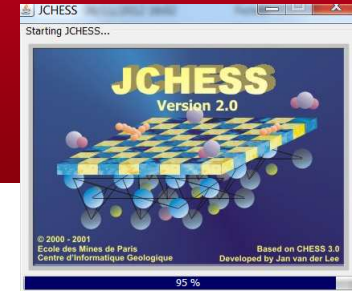
- Détermination des espèces du Ni pour le MOP 1



	Conc (mg/L)
Fe	800
Ni	5
<del>Co</del>	<del>30</del>
Citrate	45 000
NH <sub>3</sub>	15 000



⇒ Pour le MOP 1 après ajout de NH<sub>3</sub>, les espèces prédominantes du Ni(II) sont des complexes Ni(NH<sub>3</sub>)<sub>x</sub><sup>2+</sup> à pH=8-9 : résultats similaires pour les autres MOP



## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

- Détermination des espèces du Ni pour le MOP 1

Minéralisation

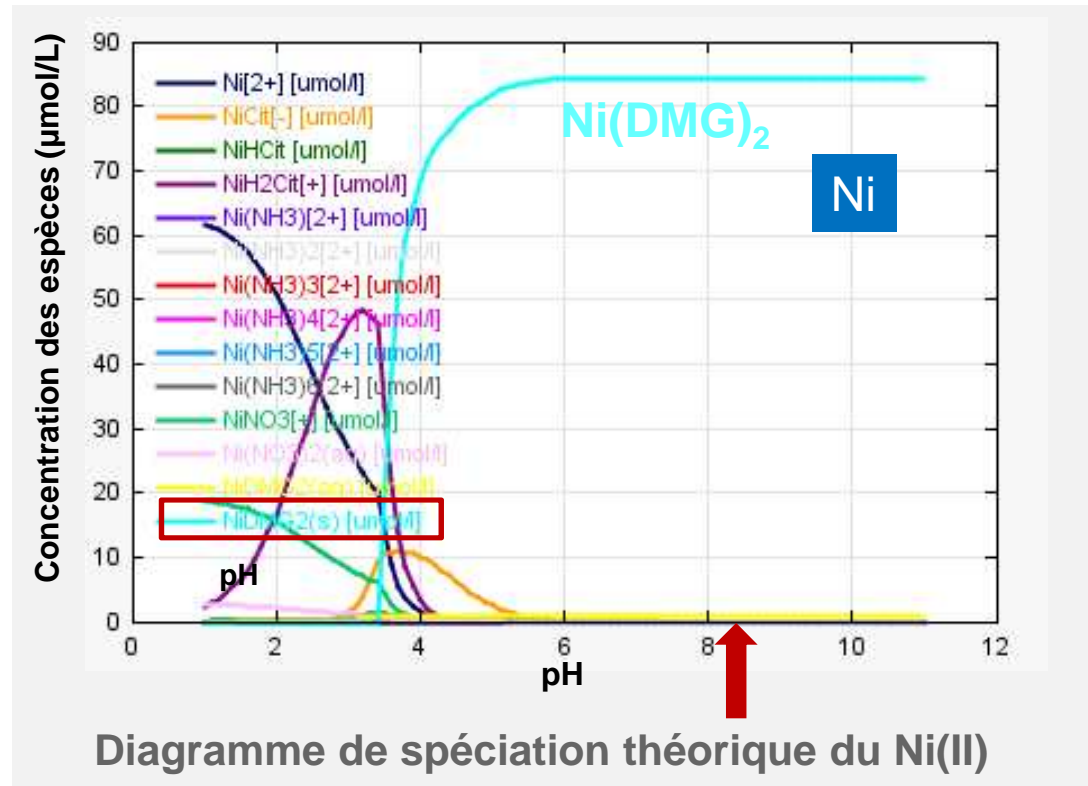
Ajout de Ni stable (0,1 mg)

Ajout de citrate

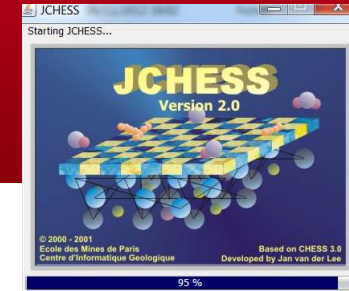
Ajout de nitroso2 naphthol puis Extraction liq-liq avec le chloroforme pour éliminer Co

Ajustement du pH à 8-9 avec  $\text{NH}_3$  puis ajout DMG

	Conc (mg/L)
Fe	800
Ni	5
<del>Co</del>	<del>30</del>
Citrate	45 000
$\text{NH}_3$	15 000
DMG	1 200



⇒ Pour le MOP 1 après ajout de DMG, l'espèce prédominante du Ni(II) est  $\text{Ni(DMG)}_2$  : résultats similaires pour les autres MOP avec la formation du précipité  $\text{Ni(DMG)}_2$



## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

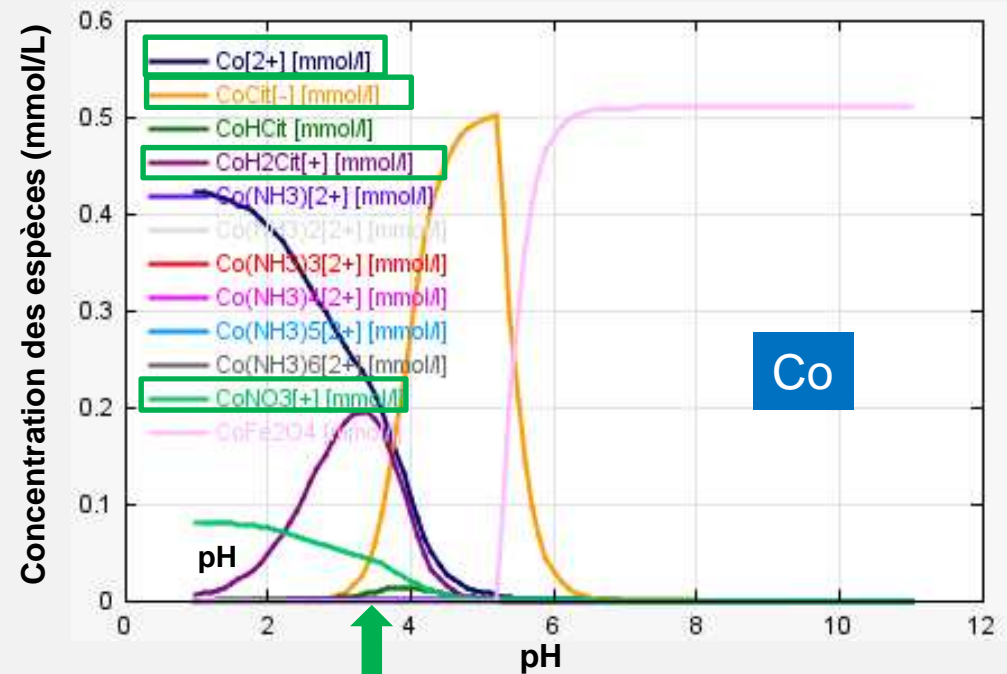
- Détermination des espèces du Co pour le MOP 1

Minéralisation

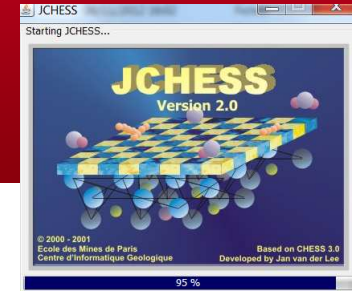
Ajout de Ni stable  
(0,1 mg) et Co.  
Evaporation à  
sec

Ajout de citrate  
et ajustement  
du pH à 3-4

	Conc (mg/L)
Fe	800
Ni	5
Co	30
Citrate	45 000

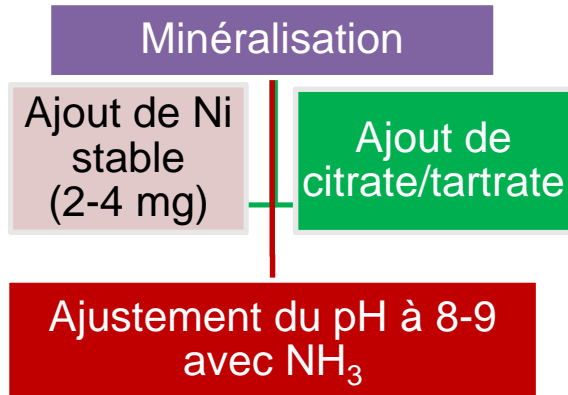


⇒ Pour le MOP 1 après ajout de citrate, les espèces prédominantes du Co(II) sont  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Co}(\text{NO}_3)^+$  et des complexes Co-citrate ( $\text{CoCit}^-$  et  $\text{CoH}_2\text{Cit}^+$ ) à  $\text{pH}=3-4$  : le Co peut être éliminé par extraction liq-liq avec le chloroforme

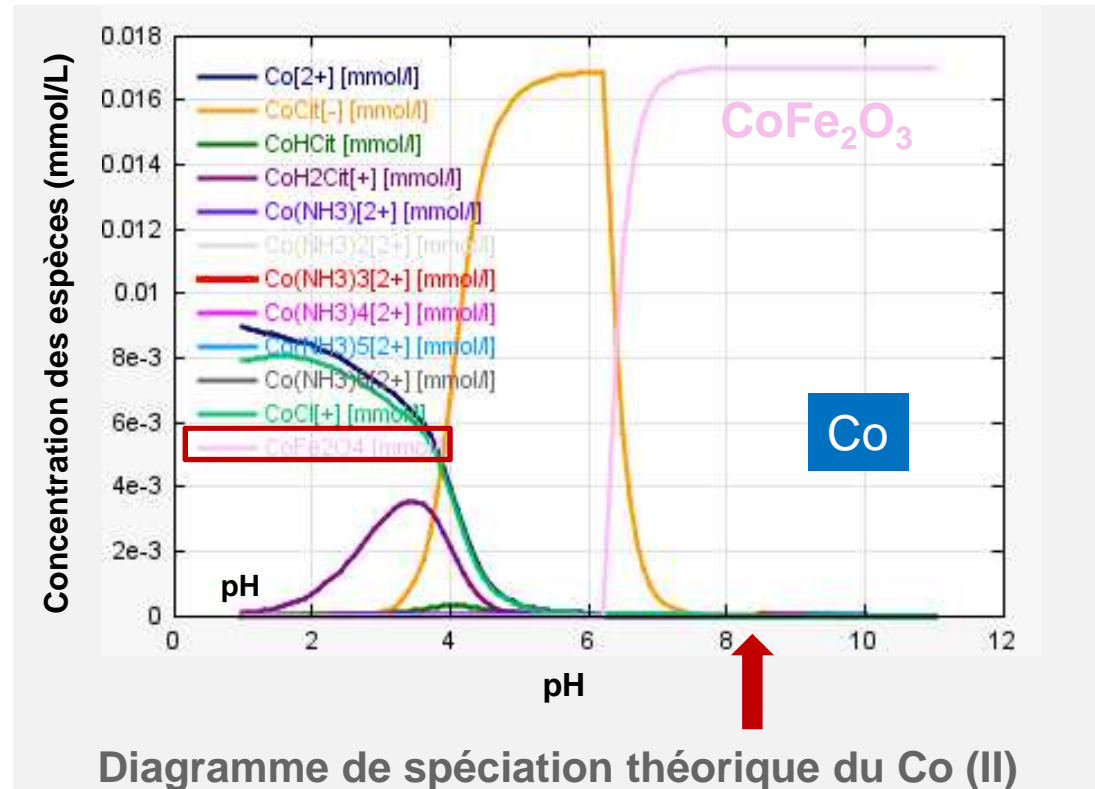


## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

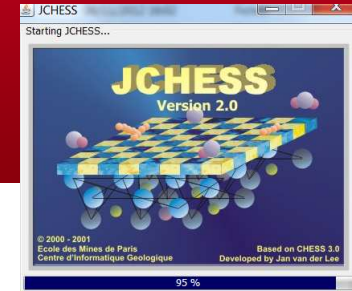
- Détermination des espèces du Co pour les MOP 2 et 3



	Conc (mg/L)
Fe	2100
Ni	310
Co	1
Citrate	30 000
NH <sub>3</sub>	17 000



⇒ Pour les MOP 2 et 3, le Co co-précipite avec le Fe à pH=8-9



## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

- Détermination des espèces du Fe pour le MOP 1

Minéralisation

Ajout de Ni stable (0,1 mg) et Co. Evaporation à sec

Ajout de citrate et ajustement du pH à 3-4

	Conc (mg/L)
Fe	800
Ni	5
Co	30
Citrate	45 000

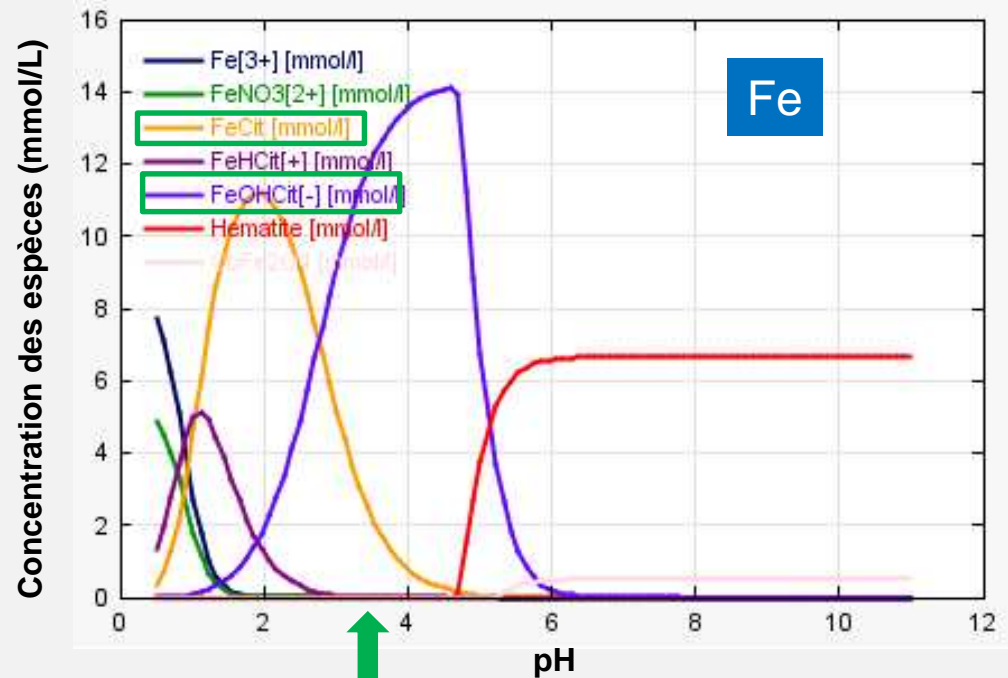
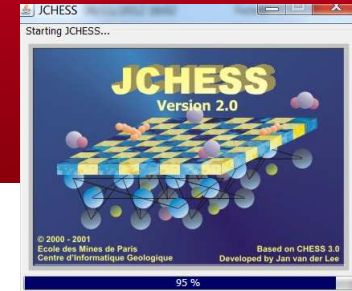


Diagramme de spéciation théorique du Fe (III)

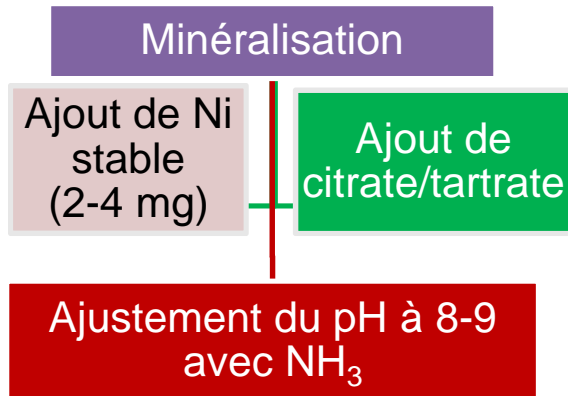
⇒ Pour le MOP 1 après ajout de citrate, les espèces prédominantes du Fe(III) sont des complexes Fe(III)-citrate (FeCit et FeOHCit<sup>-</sup>) à pH=3-4



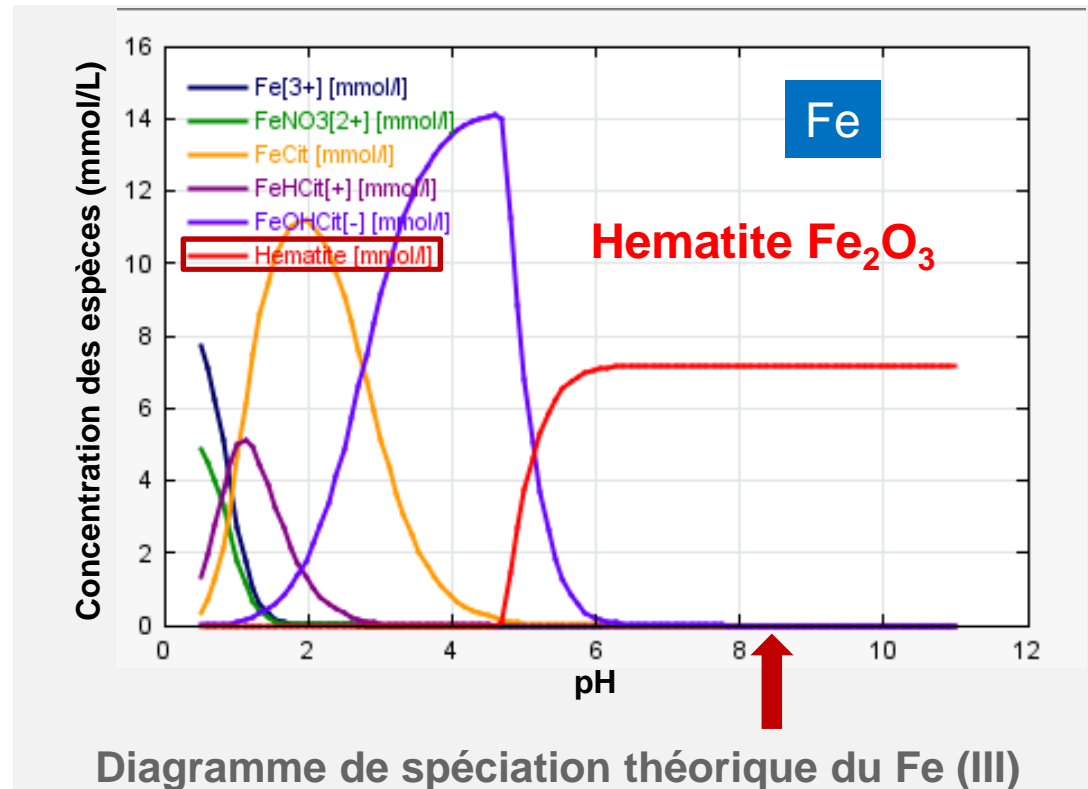


## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

- Détermination des espèces du Fe pour le MOP 1



	Conc (mg/L)
Fe	800
Ni	5
<del>Ce</del>	<del>30</del>
Citrate	45 000
NH <sub>3</sub>	15 000



⇒ Pour tous les MOP, le Fe précipite à pH=8-9

## Etudes de spéciation avec le logiciel JChess

- Résumé des études de spéciation réalisées pour un acier



Avant l'ajout de DMG	MOP 1 Extraction liq-liq	MOP 2 Précipitation Ni(DMG) <sub>2</sub>	MOP 3 Résine Ni
Ni(II)	Pas de précipitation	Pas de précipitation	Pas de précipitation
30 mg Fe(III)	Précipitation du Fe pour pH>4,7	Précipitation du Fe pour pH>1,8	Précipitation du Fe pour pH>1,5
6 µg Co(II)	Pas de précipitation	Précipitation du Co	Précipitation du Co

⇒ **Malgré l'ajout de complexants organiques (acide citrique ou tartrique) et NH<sub>3</sub>, la précipitation du Co et du Fe n'est pas évitée pour les échantillons d'acier à pH=8-9, ce qui peut générer des interférences et des biais pour les MOP 2 et 3**

## Optimisation des modes opératoires à partir des études de spéciation

	MOP 1 Extraction liq-liq	MOP 2 Précipitation Ni(DMG) <sub>2</sub>	MOP 3 Résine Ni
Quantité d'agent complexant (mmol)	4 mmol citrate de sodium	100 mmol acide tartrique	1 mmol citrate d'ammonium
Quantité Ni	0,1 mg	4 mg	2 mg
Quantité de Fe à partir de laquelle Fe précipite	> 35 mg	> 0,0001 µg	> 30 µg

- MOP 2 : des précautions doivent être prises lorsque l'échantillon contient du Fe  
⇒ aucune indication n'est donnée dans la norme NF M60-317
- MOP 3 : une élimination du Fe devrait être recommandée au préalable de la séparation sur résine Ni lorsque la quantité de Fe est supérieure à 30 µg dans l'aliquote (~ 5 mg/L dans la solution minéralisée) ⇒ pour les échantillons d'acier, le Fe doit être éliminé au préalable ⇒ **mise en œuvre d'une séparation sur résine anionique en milieu HCl** (📖 Hou et al. (2005))

## **RÉSULTATS ET DISCUSSION**

**- MISES AU POINT DES MOP**

**- ETUDES DE SPÉCIATION  
ET OPTIMISATION DES MOP**

**- APPLICATIONS À DES  
DÉCHETS FMA VARIÉS**

# APPLICATIONS À DES DÉCHETS FMA VARIÉS



Résines REI immobilisées ou non dans polymère



Graphites



Effluents



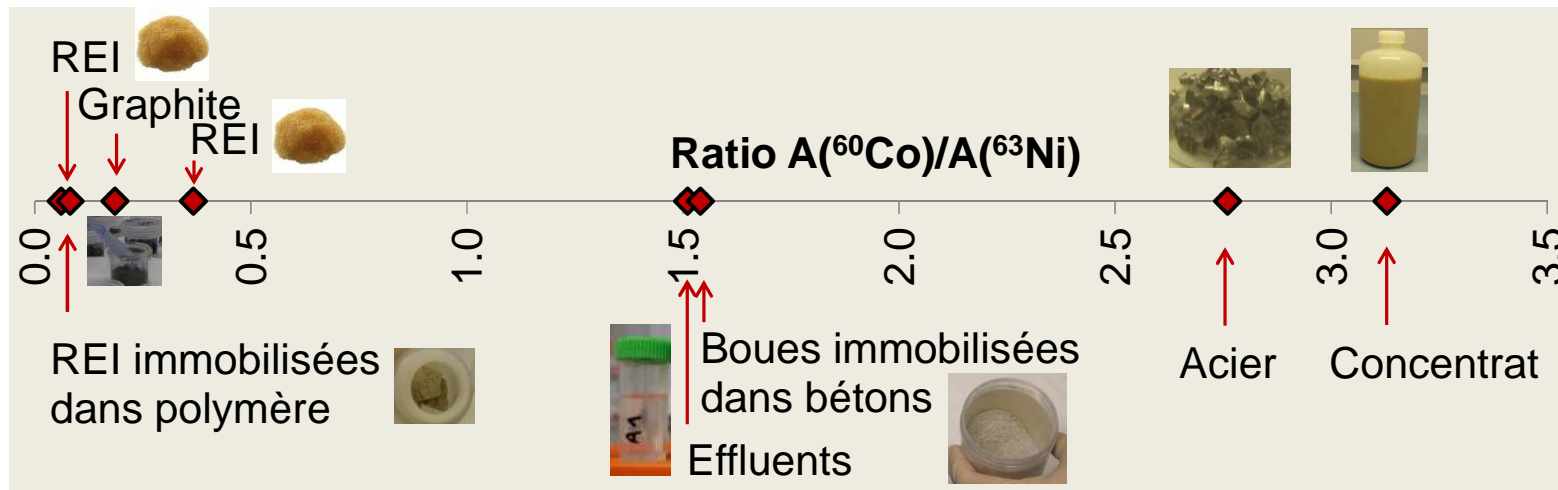
Boues immobilisées dans des bétons



Aciers



Concentrats



**Choix d'échantillons avec des ratios  $^{60}\text{Co}/^{63}\text{Ni}$  variés (0,1 → 3) pour évaluer la sélectivité des modes opératoires**

# APPLICATIONS À DES DÉCHETS FMA VARIÉS



Résines REI  
immobilisées ou  
non dans polymère



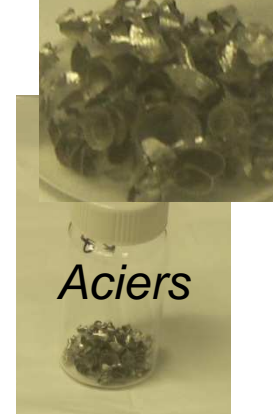
Graphites



Effluents



Boues  
immobilisées  
dans des  
bétons



Aciers

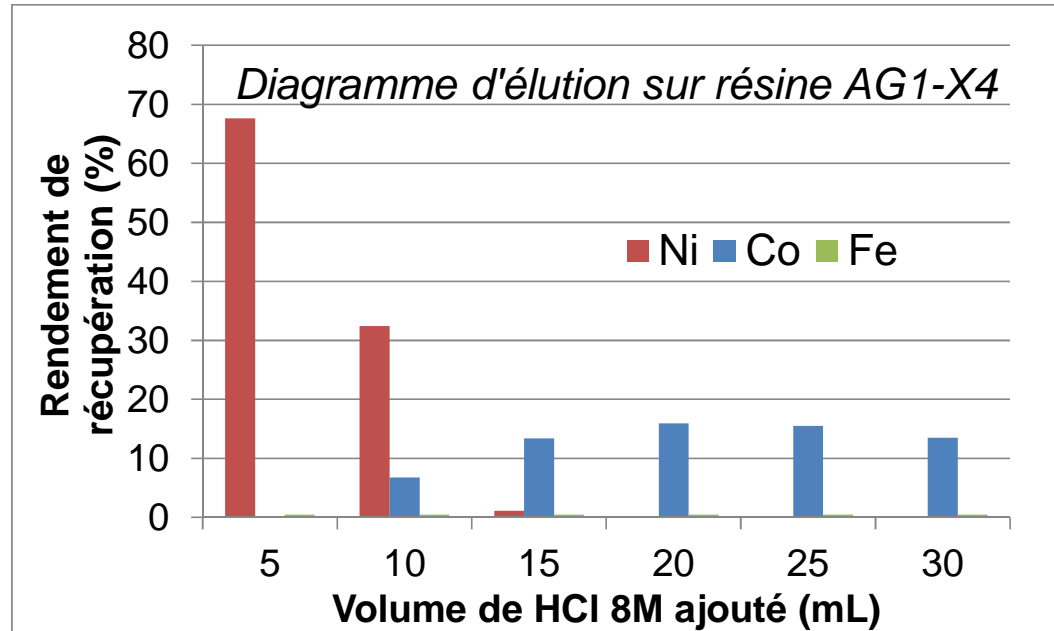
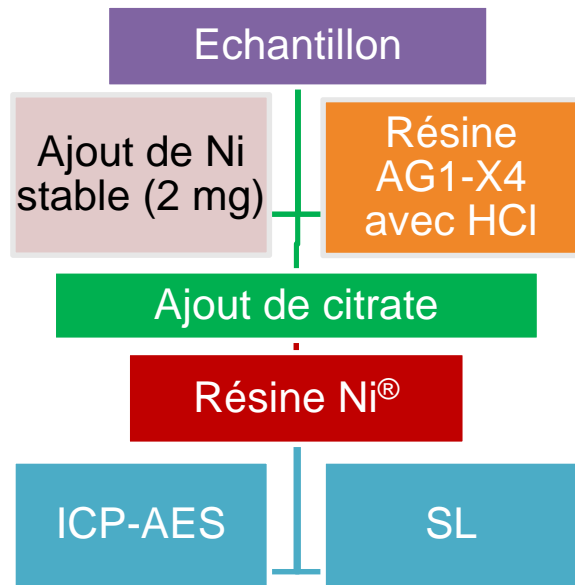



Concentrats

Gamme d'activité $^{60}\text{Co}$ (Bq/g)	$2 \rightarrow 3 \times 10^4$
Gamme d'activité $^{63}\text{Ni}$ (Bq/g)	$1 \rightarrow 4 \times 10^5$
Activité $^{60}\text{Co}$ / Activité $^{63}\text{Ni}$	$0,1 \rightarrow 3$
$\Sigma$ Activités ( $^{60}\text{Co}$ + autres) / Activité $^{63}\text{Ni}$	$< 10 \Leftrightarrow$ 1 seul cycle de purification d'après la norme NF M60-317
Prise d'essai minéralisée (g)	$0,2 \text{ g} \rightarrow 5 \text{ g}$
Solution de minéralisation (mL)	$\sim 100 \text{ mL}$
<b>Aliquote de la solution obtenue après minéralisation pour le MOP <math>^{63}\text{Ni}</math> (mL)</b>	<b><math>5 \text{ mL} \rightarrow 20 \text{ mL} / \sim 10 \text{ mL}</math></b>

# APPLICATIONS À DES DÉCHETS FMA VARIÉS

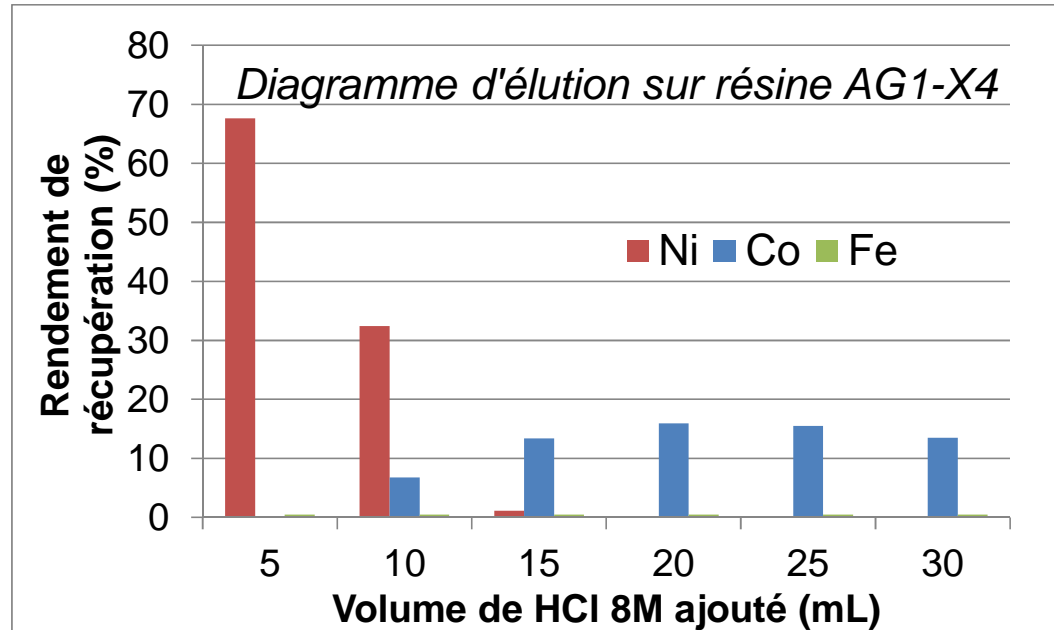
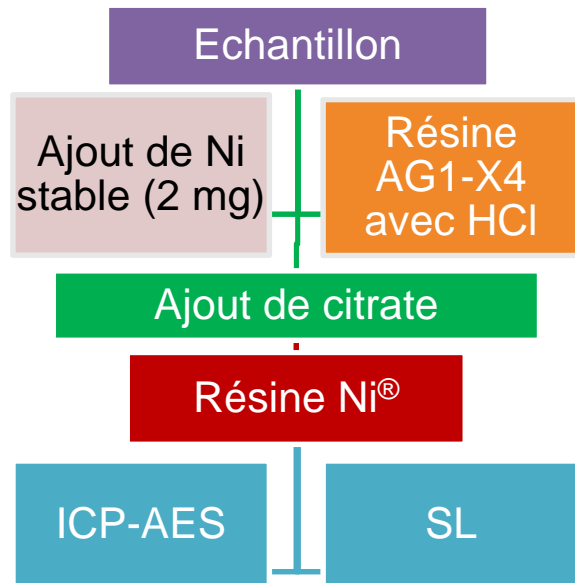
## Application du MOP 3 à un échantillon d'acier activé




Matrice	MOP	Activité <sup>63</sup> Ni (Bq/g)	Rendement Ni (%)	Ratio <sup>60</sup> Co/ <sup>63</sup> Ni	Biais/ MOP 1 (%)
Acier 	1 - Référence	4,0 x 10 <sup>3</sup> (± 0,2)	70	2.8	
	3 - Résine Ni	2,2 x 10 <sup>3</sup> (± 0,2)	89	5.0	- 45 %
	3 - Résines AG1-X4 + Ni	3,8 x 10 <sup>3</sup> (± 0,2)	98	2.9	- 4 %

# APPLICATIONS À DES DÉCHETS FMA VARIÉS

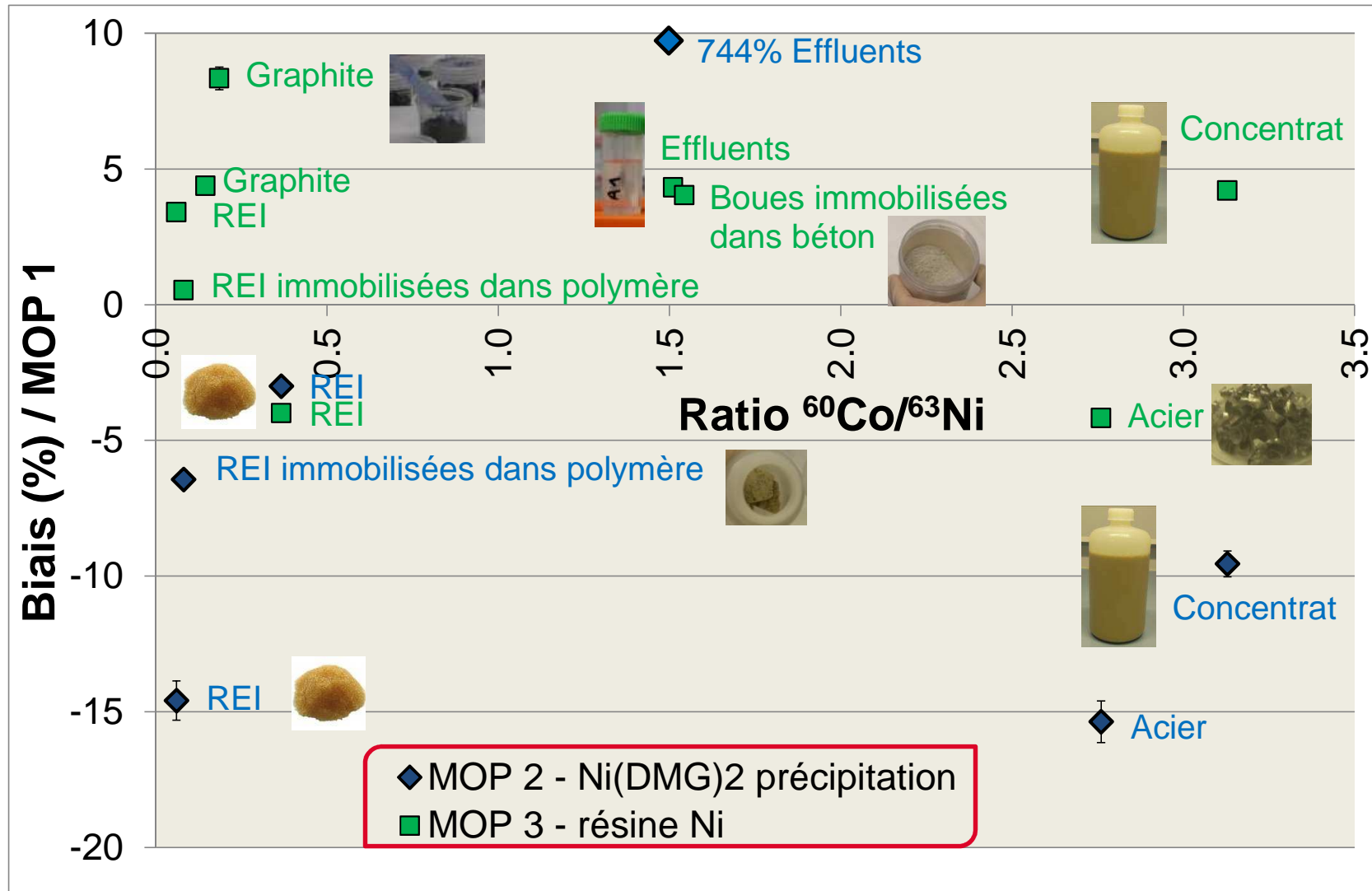
## Application du MOP 3 à un échantillon de boues immobilisées dans béton



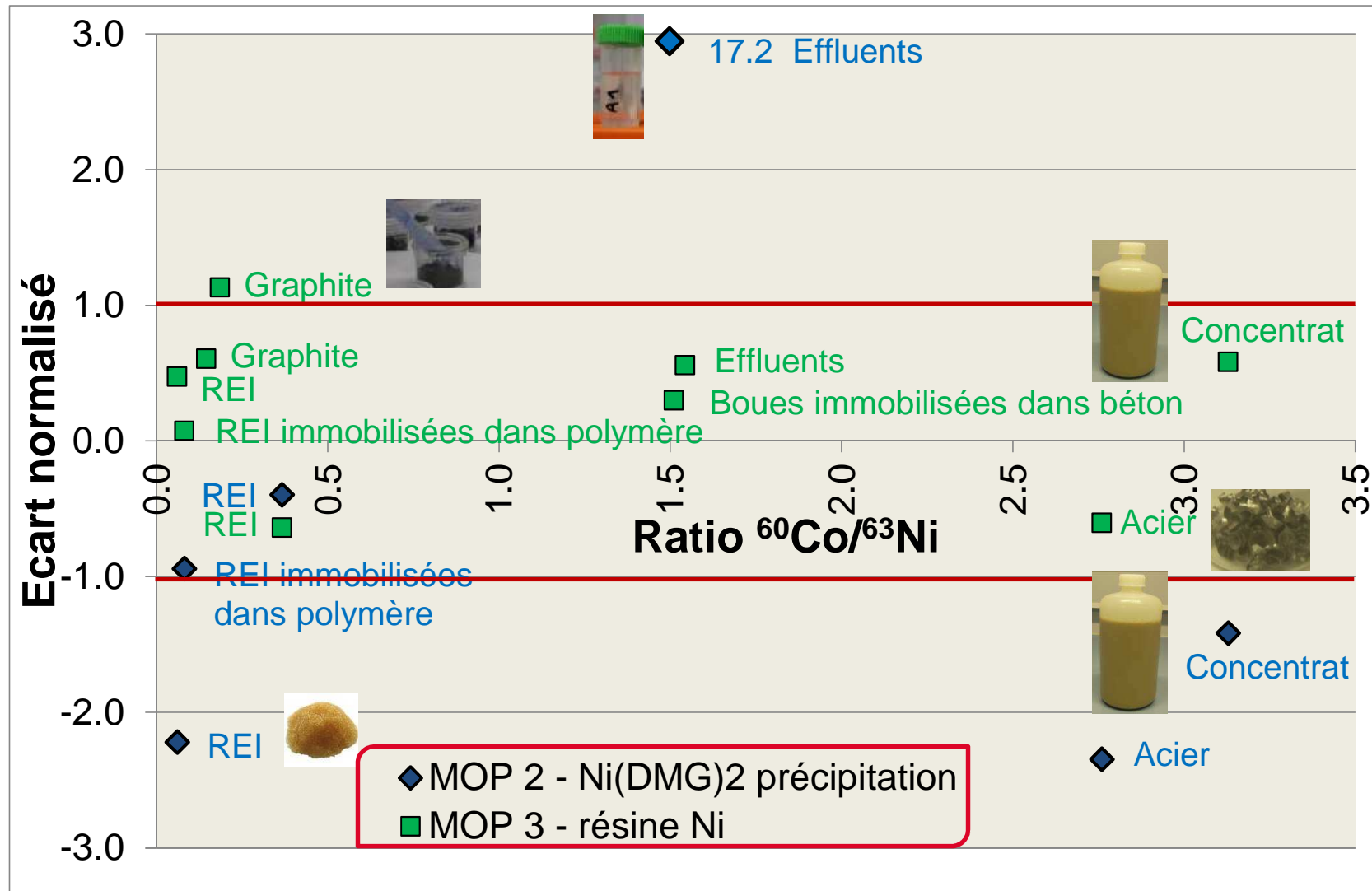
Matrice	MOP	Activité <sup>63</sup> Ni (Bq/g)	Rendement Ni (%)	Ratio <sup>60</sup> Co/ <sup>63</sup> Ni	Biais/ MOP 1 (%)
Boues dans béton 	1 - Référence	8,9 x 10 <sup>3</sup> (± 0,4)	96	1,5	
	3 - Résine Ni	9,4 x 10 <sup>3</sup> (± 0,5)	97	1,5	+ 5 %
	3 - Résines AG1-X4 + Ni	9,3 x 10 <sup>3</sup> (± 0,5)	93	1,5	+ 4 %



## Comparaison des modes opératoires en terme de justesse



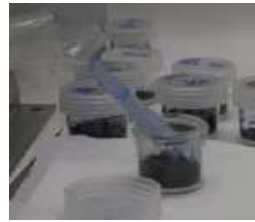
## Comparaison des modes opératoires en terme de justesse



# APPLICATIONS À DES DÉCHETS FMA VARIÉS



Résines REI immobilisées ou non dans polymère



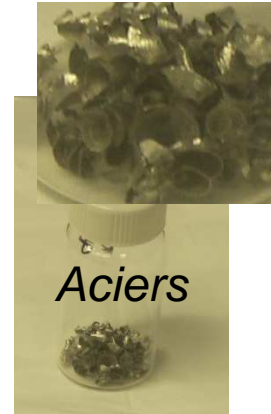
Graphites



Effluents



Boues immobilisées dans des bétons



Aciers



Concentrats

	MOP 1 Extraction liq-liq	MOP 2 Précipitation - pH=8-9	MOP 3 Résine Ni - pH=8-9
Justesse	Référence	Biais = 10-15 % ☹️	Biais < 10 % 😊
Rendement Ni (%)	76-97%	90-110%	89 - 102 %
Durée	1 journée	3 h	3 h (+3 h pour acier)

⇒ Pour le MOP 2, une seule étape de précipitation n'est pas assez sélective

⇒ Pour le MOP 3, la justesse et le rendement de récupération sont satisfaisants quels que soient la nature de la matrice et le ratio <sup>60</sup>Co/<sup>63</sup>Ni

**CONCLUSIONS**

**ET**

**PERSPECTIVES**

## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

### Objectif : comparaison de trois modes opératoires en vue de la mesure du $^{63}\text{Ni}$ dans les déchets FMA

#### ■ MOP basé sur la précipitation (Norme NF M60-317)

- Rendement ~ 100% voire > 100% (problème de mesure en ICP-AES)
- Etape de destruction de la DMG délicate
- Biais ~ 10-15% avec une seule étape de purification
- Nécessité d'avoir une étape de purification supplémentaire  
⇒ Norme NF M60-317 à réviser ?

#### ■ MOP basé sur la résine Ni<sup>®</sup> (Méthode Eichrom NIW01)

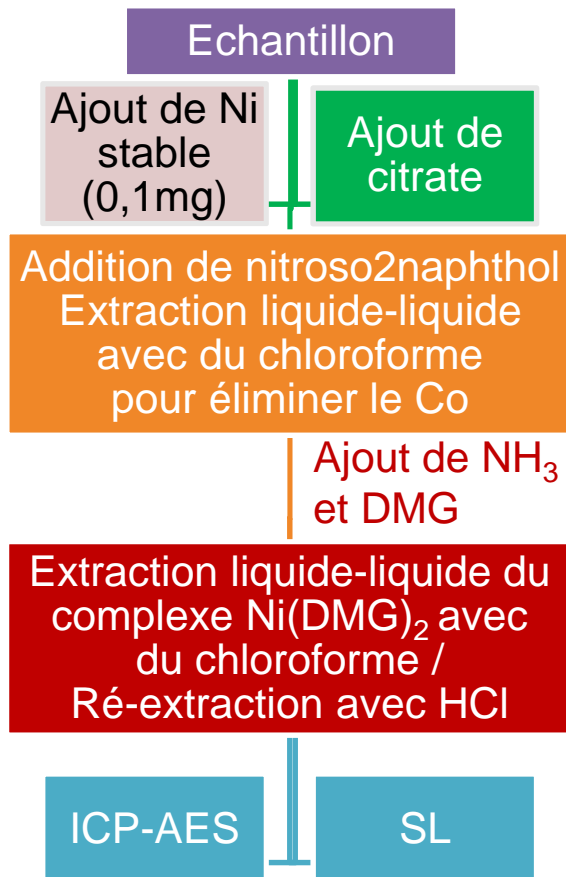
- Rendement ~ 100%
- Biais < 10% et  $E_n < 1$  : résultats compatibles avec la méthode de référence du LASE
- Ajout d'une étape de purification systématique sur résine anionique



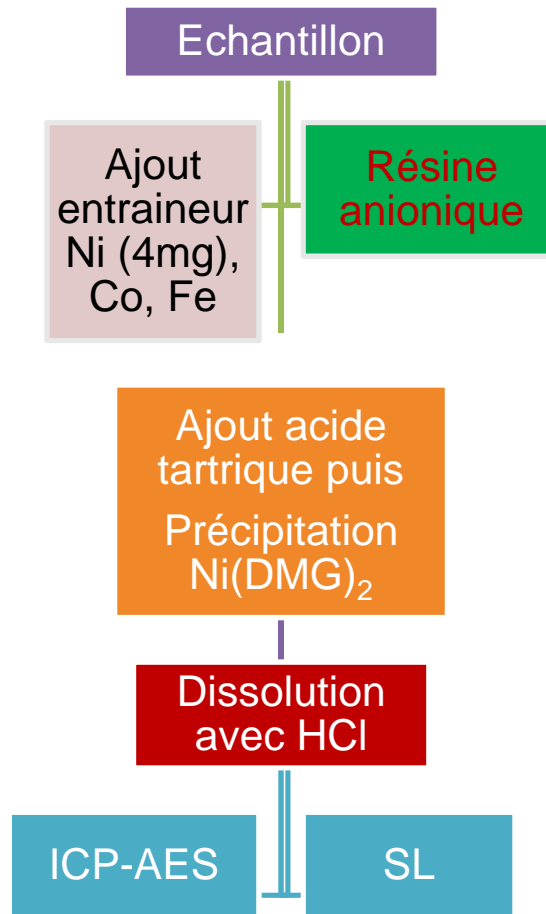
MOP appliqués avec des aliquotes entre 5 et 20 mL  
des solutions obtenues après minéralisation

## Validation des modes opératoires à réaliser

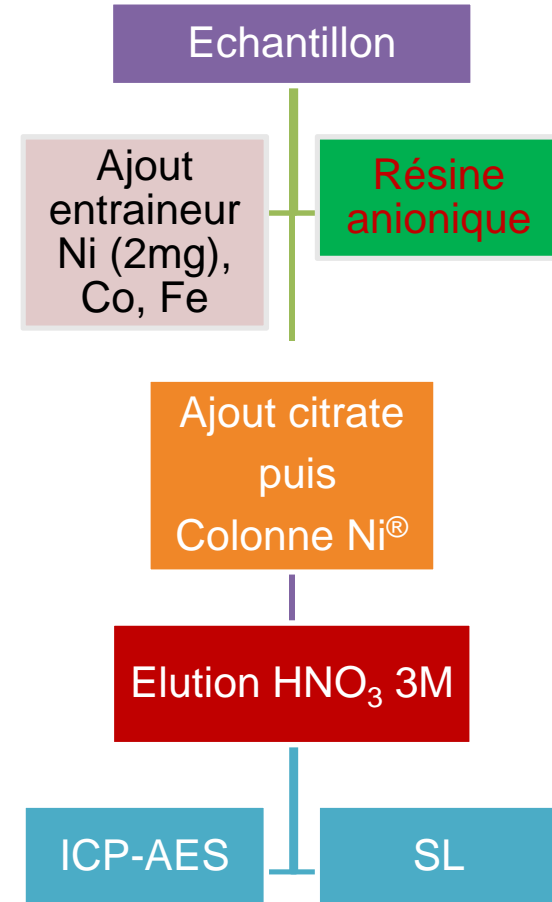
### MOP 1 de référence : extraction chloroforme



### MOP 2 : précipitation



### MOP 3 : résine Ni<sup>®</sup>





*Des questions ?*

# C. Gautier<sup>1</sup>, C. Colin<sup>1</sup>, C. Garcia<sup>1</sup>, <sup>2</sup>F. Goutelard

*<sup>1</sup>Laboratoire d'Analyse en Soutien aux Exploitants  
DEN/DANS/DPC/SEARS/LASE*

*CEA Saclay*

*Bâtiment 459, PC171, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex,*

*[celine.gautier@cea.fr](mailto:celine.gautier@cea.fr)*

*<sup>2</sup>CEA/DEN/MAR/DEIM/Nuclab, CEA Marcoule,  
Bâtiment 109, BP 17 171, 30207 Bagnols-sur-Cèze*

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives  
Centre de Saclay | 91191 Gif-sur-Yvette Cedex  
T. +33 (0)1 69 08 18 35 | F. +33 (0)1 69 08 43 23

Etablissement public à caractère industriel et commercial | RCS Paris B 775 685 019

Direction de l'énergie nucléaire  
Département de physico-chimie  
Service d'études analytiques et de  
réactivité des surfaces  
Laboratoire d'analyse en soutien aux  
exploitants