

C7

**ELECTRICITE DE FRANCE**  
**Direction EDF Production Transport**

**GROUPE DES LABORATOIRES**

Service Contrôle des Matériaux Irradiés

B.P 23 - 37420 AVOINE

SCMI

**CHAINE CONFINEE ROBOTISEE DE MISE EN SOLUTION**

A. PENCREACH - L. HAMELIN - J.L. HARDY

**GROUPE DE TRAVAIL " LABORATOIRES CHAUDS ET TELEMANIPULATIONS" DES  
COMMUNAUTES ECONOMIQUES ET EUROPEENNES**

MOL (B) 14-15 juin 1994

Le laboratoire de chimie du Service Contrôle des Matériaux Irradiés (SCMI) s'est équipé d'un robot ZYMATE (société ZYMARK) afin d'élaborer une chaîne de mise en solution automatique. Cette présentation est destinée à montrer les objectifs de cette installation, à décrire l'installation et son fonctionnement.

## 1 OBJECTIFS DE LA ROBOTISATION

Afin de connaître la composition chimique de matériaux irradiés de faible masse (hors combustible), la mise en solution d'échantillons à l'aide d'acides est nécessaire. L'échantillon liquide peut ensuite être analysé par spectrométrie d'émission atomique dans un plasma induit par haute fréquence (ICP pour Inductively Coupled Plasma), par spectrométrie d'absorption atomique, etc.

Dans le cas du SCMI, l'objectif de la robotisation d'une tâche de mise en solution est d'augmenter les capacités d'analyse du point de vue radioactivité, tout en réduisant les doses intégrées par le personnel du laboratoire de chimie. La réduction de dose a été estimée à un facteur 2 au moins, pour les travaux de préparation, d'analyse et de traitement des effluents.

ALARA

L'exemple d'une analyse nécessitant le dosage d'échantillons ayant un débit de dose de 0,44 Gy/h (44 Rad/h) au contact du flacon illustre l'avantage de cette chaîne. Le bilan dosimétrique de l'opération (4 analyses doublées) effectuée manuellement avec les précautions d'usage a été de 2 mSv (200 mrem) globalement pour 2 agents. Cette chaîne devrait permettre de réduire ce bilan à 1 mSv (100 mrem).

✕ L'activité maximale autorisée dans cette installation sera de 1 Ci de  $^{60}\text{Co}$ . Cela devrait permettre de doser des échantillons de 0,5g contenant 75 mCi de  $^{60}\text{Co}$ . On estime que le laboratoire aura une dizaine d'analyses de ce type à réaliser par an.

L'augmentation des cadences d'analyse, bien que possible, n'est pas l'objectif de cette chaîne robotisée.

Cette installation remplace les méthodes traditionnelles de laboratoire qui interdisaient la réalisation de l'analyse sur des matériaux très irradiés, ou qui engendraient une dosimétrie importante pour le personnel. Avec l'utilisation du ZYMATE les mises en solution nécessaires à la détermination de la composition chimique de matériaux irradiés sont possibles dans pratiquement tous les cas.

## 2 CHOIX DE LA SOLUTION

Pour résoudre le problème d'augmentation de l'activité des échantillons à analyser le laboratoire de chimie avait deux solutions.

- ① L'utilisation de cellules plomb et de télémanipulateurs; c'est une solution inadaptée dans le cas de la dissolution d'échantillons par des acides, et c'est une solution onéreuse.
- ② L'éloignement des agents vis à vis des échantillons. La robotisation est bien adaptée à cet objectif : les mouvements sont répétitifs, précis, rapides et reproductibles au mm près, et c'est une solution moins onéreuse que la première.

### 3 IMPLANTATION DE LA CHAÎNE ROBOTISÉE

La chaîne robotisée est située dans un local du laboratoire de chimie. A l'entrée, un espace isolé de la chaîne par une porte et une paroi vitrée, est destiné à l'arrivée des châteaux de plomb devant le sas de chargement et au pilotage de la chaîne par micro-ordinateur (figure en annexe 2). Sur une autre paroi de la pièce un sas de sortie permet la liaison avec l' I.C.P.. Le local est équipé d'une sorbonne où sont situés les postes d'attaque acide.

Le principe du robot est basé sur une distribution circulaire des différents postes, son bras étant rattaché à un axe central. Dans notre cas un mouvement de translation a été ajouté afin d'éloigner le robot de la zone chimiquement agressive (attaque acide) dès que sa présence n'est plus indispensable. Les 17 postes sont donc répartis suivant un cercle oblong (figures en annexes 1, 3 et 4).

### 4 DESCRIPTION DU FONCTIONNEMENT

#### 4.1 MISE EN SOLUTION.

##### 1<sup>ère</sup> opération :

Les échantillons à analyser arrivent sous forme de copeaux dans un château de plomb. Le conditionnement utilisé est un flacon compatible avec le sas de sortie cellule et les portoirs d'accès.

##### 2<sup>e</sup> opération :

Les flacons sont mis dans un portoir, manuellement à distance à l'aide de pinces, puis sont introduits dans l'aire de travail du robot par un vérin pneumatique. [A]

##### 3<sup>e</sup> opération :

A l'aide du micro-ordinateur de contrôle, l'opérateur indique au robot :

- le nom de l'échantillon,
- l'emplacement du flacon à prendre,
- le nombre de prises d'essai,
- les masses visées pour les différentes prises d'essai,
- la concentration finale de l'échantillon,
- la nature et le pourcentage d'acide.

NB : Dans le cas probable où la prise d'essai mesurée est légèrement différente de la prise d'essai souhaitée, le robot ajuste la quantité d'acide et d'eau afin de respecter l'acidité et la concentration finale précédemment définie.

##### 4<sup>e</sup> opération :

Le robot prend le flacon puis l'ouvre au poste [R].

##### 5<sup>e</sup> opération :

Dans le cas de copeaux "fluides", la prise d'essai est effectuée automatiquement à l'aide d'une "main vibrante", directement dans le récipient d'attaque en téflon (MATRAS), et pesée par une balance de précision. [B] ou [E]

Dans le cas de copeaux massifs la prise d'essai est effectuée sous la direction d'un opérateur à l'aide d'une "main pince".

**6<sup>e</sup> opération :**

Le flacon est refermé au poste [R] et rangé dans une armoire de plomb repérée [D].

**7<sup>e</sup> opération :**

Le robot transfère le récipient d'attaque au poste [H] d'adjonction des acides (chlorhydrique, nitrique).

**8<sup>e</sup> opération :**

Le récipient d'attaque est transféré ensuite au poste [L] de chauffage sous hotte aspirante pour la mise en solution. L'opérateur vérifie que tout a été dissous à l'aide de la caméra munie d'un zoom pointée sur le récipient d'attaque.

**9<sup>e</sup> opération :**

Après refroidissement, le récipient d'attaque est ramené au poste [H] pour l'ajout d'acide fluorhydrique ( mise en solution des éléments réfractaires Si, W, Nb).

**10<sup>e</sup> opération :**

L'ajout d'eau nécessaire afin de ramener le milieu à la concentration et à l'acidité visées est effectué au poste [G]. Après homogénéisation au poste [F], la masse totale est mesurée au poste [E]; la concentration finale en est déduite.

**11<sup>e</sup> opération :**

La prise d'échantillon "aliquote" est effectuée par le robot au poste [M]: 2 flacons d'analyse sont placés dans un rack ICP au poste [N].

Le robot met aux déchets le solde des solutions qui seront ensuite évacuées par château de plomb. Une opération automatique de remise à blanc du récipient d'attaque en téflon est effectuée par le robot par la répétition d'une séquence complète sans copeaux avec acides et chauffage.

**12<sup>e</sup> opération :**

Le rack est transféré manuellement vers le passeur automatique de l'ICP. L'analyse est faite à la suite.

**13<sup>e</sup> opération :**

Le flacon contenant le solde de copeaux est ensuite évacué.

## 4.2 DECONTAMINATION RADIO-CHIMIQUE ET CHIMIQUE.

Cette opération est nécessaire lorsque les échantillons ne présentent pas toutes les garanties de propreté vis à vis de l'analyse; de plus elle permet de suivre la décontamination de petits échantillons. Pour cela les séquences suivantes sont utilisées :

- introduction de l'échantillon dans l'aire de travail du robot,
- ouverture du flacon,
- tri, saisie, pesée de l'échantillon,
- injection d'acide ou de solvant (attaque ou dégraissage),
- chauffage, agitation,
- mesure du DDD et de la masse avant et après traitement,
- prélèvement pour analyse,
- mise à disposition de l'échantillon.

## **5 PROGRAMMATION DU ZYMATE**

Il existe trois possibilités pour programmer le ZYMATE :

- Programmation par macro-instruction,
- Programmation par coordonnées XYZ,
- Mise en mémoire de la trajectoire définie manuellement par l'opérateur.

## **6 CONCLUSION**

Dans cet exemple où les activités sont inférieures à 1 Ci l'utilisation d'un robot montre son intérêt pour des opérations répétitives car son coût est réduit par rapport à l'utilisation de télémanipulateurs.