Dosage isotopique de l'eau lourde par résonance nucléaire

Autor(en): **Goldman, Maurice**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Archives des sciences [1948-1980]**

Band (Jahr): **10 (1957)**

Heft 6: **Colloque Ampère**

PDF erstellt am: **03.06.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-738788

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

Dosage isotopique de l'eau lourde par résonance nucléaire

par Maurice GOLDMAN
S.E.R.M., C.E.N. de Saclay

INTRODUCTION.

Le signal de résonance nucléaire d'une espèce donnée de noyaux est, toutes choses égales d'ailleurs, proportionnel au nombre de ces noyaux contenu dans l'échantillon observé. Ce phénomène permet donc d'effectuer des dosages isotopiques absolus. Il a déjà été mis à profit pour le dosage isotopique des mélanges d'eau lourde et d'eau légère [1, 2].

L'objet du présent travail a été de mettre au point le dosage isotopique courant des eaux de piles et de déterminer le titre absolu d'une eau étalon, d'une teneur approximative de 99,8% de D_2O.

Ce titre a été déterminé avec une incertitude absolue de 0,005% de D_2O, soit une précision deux fois supérieure à celle atteinte précédemment [1].

MODE OPÉRATOIRE.

Nous avons observé le signal d'absorption nucléaire des protons de nos échantillons dans un aimant Varian V 4012 A, à l'aide d'un spectromètre Varian V 4200 A.

Ce signal a été obtenu par modulation sinusoïdale du champ magnétique, lent balayage du champ à travers la valeur de résonance, amplification au « lock-in » et enregistrement graphique.

Les conditions opératoires ont été les suivantes:

Fréquence: 8 Mc./sec.

Fréquence bloquée au moyen d'un oscillateur à quartz.

Intensité du champ RF: 0,09 gauss

(composante tournante).

Largeur de raie: 0,32 gauss.

Entre extrêma de la dérivée.

Dopage: Avec SO_4Mn, 1/6 M.

Amplitude de modulation: 1,07 gauss pic à pic.

Vitesse de balayage du champ: 0,073 gauss/min.

Constante de temps de l'enregistreur: 12 sec.

Temps écoulé entre enregistrement du maximum et du minimum: 7 min.

Diamètre des tubes échantillons: environ 13 mm de diamètre int.

Rapport signal sur bruit: 200 pour une eau à 99,8% du D_2O.

Reproductibilité entre deux enregistrements: environ 2%.

La largeur de raie, amenée à 0,32 gauss en dopant l'eau au moyen de sulfate manganeux paramagnétique, est notablement plus grande que la largeur d'inhomogénéité du champ magnétique et ne rend pas critique la position de l'échantillon dans l'aimant.

L'amplitude de modulation du champ magnétique est celle qui rend maximum le signal enregistré et supprime l'effet, sur la hauteur du signal, des différences de largeur provenant de petites variations de dopage.

L'amplitude du champ de radiofréquence correspond à la condition de saturation:

$$\gamma^2 H_1^2 T_1 T_2 = 1$$

qui rend le signal maximum, et stationnaire par rapport aux petites variations de dopage. Ce n'est que pour une faible amplitude de modulation qu'on enregistrerait la dérivée de la courbe d'absorption. Dans ce cas, le signal serait maximum pour:

$$\gamma^2 H_1^2 T_1 T_2 = \tfrac{1}{2}$$

Le temps de passage entre extrêma de la courbe enregistrée, de 7 minutes, est suffisamment long pour que la constante de temps de l'appareil, de 12 secondes, ne déforme que très peu celle-ci.

La hauteur de l'eau dans les tubes a été choisie suffisamment grande (7 à 8 cm), pour que l'échantillon soit « infiniment long », c'est-à-dire qu'il s'étende au-delà de la zone où les noyaux induisent un signal dans la bobine

réceptrice. Dans ces conditions, le signal est proportionnel à la section du tube. Celle-ci a été déterminée à environ 1/200 par mesure au cathétomètre de la hauteur de tube occupée par une quantité connue d'eau.

La précision du dosage est limitée à 2% par la reproductibilité des enregistrements.

Résultats expérimentaux.

Nous avons utilisé une série de 8 eaux de synthèse de titre échelonnés entre 99% et 99,8% de D_2O. Elles ont été réalisées par addition d'eau légère à l'eau étalon à analyser, de titre approximatif 99,8% de D_2O.

Les différences de titre de ces eaux à l'eau étalon étaient connues avec précision.

Nous avons pu vérifier ainsi que la hauteur du signal varie linéairement avec la concentration de protons. La droite a été déterminée au moyen de 37 points expérimentaux, par une méthode de moindres carrés pondérés. Son abscisse à l'origine nous a permis d'obtenir, pour l'eau étalon, le titre suivant:

$$C = 99{,}787 \pm 0{,}005\% \text{ de } D_2O$$

Par comparaison avec cette eau, de titre bien établi, il est possible de doser une eau de pile en moins d'une heure, avec une précision de 2% sur sa teneur en protons.

Remerciements.

Je remercie M. Ceccaldi, chef du Groupe d'études infrarouges au C.E.N. de Saclay, qui s'est chargé de la tâche délicate de réaliser du sulfate manganeux anhydre, pour les dopages, et de préparer les échantillons.

BIBLIOGRAPHIE

1. Vladimirsky, K. W., M. Y. Katz, B. M. Stasyevich, *Rapports de la Conférence de Genève*, 1955, 1/Conf.8/P/631.
2. Mitchell, A. M. J., G. Phillips, *Brit. J. Appl. Phys.*, 1956, 7, 2, 67.