

EUR 3210.f

VOL. III

COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE ATOMIQUE - EURATOM

**CONDITIONS OPTIMALES DE FONCTIONNEMENT
DU GENERATEUR DE NEUTRONS**

Rapport final

par

E. VERNIN et J. PERDIJON
(S.A.M.E.S.)

1967



Rapport établi par S.A.M.E.S.
Société Anonyme de Machines Electrostatiques
Grenoble, France

Contrat Euratom N° 024-64-4 IRAF

AVERTISSEMENT

Le présent document a été élaboré sous les auspices de la Commission de la Communauté Européenne de l'Energie Atomique (EURATOM).

Il est précisé que la Commission d'EURATOM, ses contractants, ou toute personne agissant en leur nom :

ne garantissent pas l'exactitude ou le caractère complet des informations contenues dans ce document, ni que l'utilisation d'une information, d'un équipement, d'une méthode ou d'un procédé quelconque décrits dans le présent document ne porte pas atteinte à des droits privés;

n'assument aucune responsabilité pour les dommages qui pourraient résulter de l'utilisation d'informations, d'équipements, de méthodes ou procédés décrits dans le présent document.

Ce rapport est vendu dans les bureaux de vente indiqués en 4^e page de couverture

au prix de FF 5,—	FB 50,—	DM 4,—	Lit. 620	Fl. 3,60
-------------------	---------	--------	----------	----------

Prière de mentionner, lors de toute commande, le numéro EUR et le titre qui figurent sur la couverture de chaque rapport.

Imprimé par Guyot, s.a.
Bruxelles, juin 1967

Le présent document a été reproduit à partir de la meilleure copie disponible.

EUR 3210.f

VOL. III

COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE ATOMIQUE - EURATOM

CONDITIONS OPTIMALES DE FONCTIONNEMENT DU GENERATEUR DE NEUTRONS

Rapport final

par

E. VERNIN et J. PERDIJON
(S.A.M.E.S.)

1967



Rapport établi par S.A.M.E.S.
Société Anonyme de Machines Electrostatiques
Grenoble, France

Contrat Euratom N° 024-64-4 IRAF

Rapports publiés dans la même série :

EUR 3210.f MF - VOL. I rapport annuel avril 1964 - avril 1965

EUR 3210.f - VOL. II rapport annuel avril 1965 - avril 1966

TABLE DES MATIERES

I	— Conditions optimales de fonctionnement du générateur de neutrons	4
II	— Mesure du flux de neutrons dans l'échantillon	9
III	— Définition des précisions nécessaires au système de transfert de l'échantillon	12
IV	— Définition des caractéristiques du porte-échantillon	15
V	— Etude pratique du dispositif de thermalisation des neutrons	19
VI	— Définition des caractéristiques du détecteur à scintillation	20
VII	— Optimisation de la protection biologique du générateur de neutrons	21
VIII	— Etude statistique du comportement des cibles tritiées	23
IX	— Atlas de spectres et tables de sensibilité	25
X	— Exécution d'analyses-types	28

RESUME

Ce rapport décrit l'ensemble des recherches effectuées ainsi que les résultats obtenus en exécution d'un programme d'étude ayant pour objet la définition des conditions expérimentales pour l'analyse par activation au moyen d'un générateur de neutrons de 14 MeV.

On étudie d'abord l'optimisation des différents éléments entrant dans la composition d'un ensemble d'analyse par activation : le générateur de neutrons qui est un accélérateur SAMES type J (150 kV 1 mA) équipé de cibles tritiées, le moniteur de flux de neutrons (scintillateur à protons de recul), le système de transfert pneumatique, le spectromètre gamma (scintillateur NaI couplé à un sélecteur à 400 canaux), la thermalisation des neutrons, les protections et les porte-échantillons.

Puis on établit un catalogue de spectres de façon à déterminer quelles sont les possibilités analytiques de cette installation. Celle-ci est ensuite utilisée pour effectuer un certain nombre d'analyses-types choisies parmi les branches d'activité les plus diverses.

Enfin on fait une étude comparative de l'ensemble des cibles tritiées utilisées.

RAPPORT FINAL

I N T R O D U C T I O N

L'analyse par activation s'est affirmée comme une méthode particulièrement intéressante parmi les autres méthodes de la chimie analytique en raison de ses caractères de rapidité, de sensibilité et de spécificité. Sans prétendre vouloir se substituer dans tous les cas aux méthodes classiques, elle leur apporte un précieux complément et elle représente quelques fois la seule solution possible.

L'analyse par activation est déjà assez largement pratiquée au moyen des neutrons thermiques fournis par les réacteurs nucléaires. Mais la méthode souffre de certaines inconvénients telles que la nécessité d'envoyer les échantillons à un laboratoire possédant un réacteur avec facilités d'irradiation, l'obligation d'y effectuer les analyses dans le cas d'éléments produisant des périodes courtes, ou bien de transport d'échantillons radioactifs si l'analyse est effectuée par l'utilisateur lui-même dans son propre laboratoire.

L'analyse par activation peut se faire également dans le cadre du laboratoire de contrôle ou d'analyse au moyen de sources autonomes de neutrons. Celles-ci sont principalement représentées par les générateurs de neutrons, les sources radioactives de neutrons étant d'un emploi très limité en raison du très faible flux de neutrons produits.

Les générateurs de neutrons, dont les conditions d'exploitation, de flux de neutrons et de prix sont actuellement compatibles avec la situation d'un laboratoire d'analyse, sont fondés sur la réaction ${}^3\text{H} (d,n){}^4\text{He}$ qui produit des neutrons rapides d'une énergie de 14 MeV.

Il est possible de thermaliser ces neutrons mais les flux sont alors considérablement plus faibles que dans les réacteurs. L'utilisation des neutrons rapides offre par contre des possibilités nouvelles de dosage de certains éléments, comme par exemple la détermination des traces d'oxygène dans les métaux, problème très important dans la métallurgie.

Cette technique tend à se répandre dans les laboratoires d'analyse ou de contrôle et dès maintenant apparaît la nécessité d'appareils relativement simples, faciles à manier et d'une grande sûreté de fonctionnement, de façon à pouvoir être mis en service dans l'industrie.

C'est pourquoi il a semblé opportun d'étudier les conditions optimales pour la réalisation et l'exploitation d'ensembles d'analyse par activation à l'aide de générateurs de neutrons. Le prototype, qui a été ainsi réalisé a permis de dresser un atlas de spectres et des tables de sensibilités pratiques qui montrent les possibilités de la méthode. Un certain nombre d'analyses types ont été données à titre d'exemple. Enfin on a profité de l'emploi de nombreuses cibles tritiées pour étudier leur comportement.

I - CONDITIONS OPTIMALES DE FONCTIONNEMENT DU GENERATEUR DE NEUTRONS -

Le générateur de neutrons utilisé est un accélérateur d'ions SAMES - 150 kV, type "J", de construction courante. C'est une machine dont une trentaine d'exemplaires fonctionnent en Europe.

L'ensemble est constitué de trois parties essentielles :

1 - l'accélérateur proprement dit : un châssis métallique équipé de roulettes et de vérins de positionnement, supporte, avec les isollements nécessaires :

- * la source d'ions, du type à haute fréquence, et ses alimentations disposées dans un carter porté à la haute tension,
- * le tube accélérateur horizontal, du type à deux étages, entièrement démontable et équipé d'un système de centrage de la source d'ions,
- * le groupe de pompage, constitué par une pompe ionique,
- * la cible et ses accessoires, à la masse : porte-cible à refroidissement par eau, piège à électrons secondaires, diaphragme, quartz escamotable pour visualisation du faisceau d'ions, trappe escamotable pour changement rapide de la cible, cible escamotable pour commander le bombardement de la cible par les ions.

Par ailleurs, cinq transformateurs d'isolement permettent les contrôles des paramètres intervenant dans le fonctionnement de l'accélérateur.

- 2 - le générateur haute tension, de polarité positive, capable de débiter un courant de 2 mA sous 150 kV ;
- 3 - le pupitre de commande à distance de la mise en marche du générateur et des réglages des paramètres.

Pour définir les conditions optimales de fonctionnement du générateur de neutrons, on a recherché celles du fonctionnement de l'accélérateur sans oublier les conditions imposées par l'utilisation d'une cible tritiée, c'est-à-dire :

- un vide le meilleur et le plus propre possible,
- un échauffement uniforme et non excessif de la cible,
- un faisceau d'ions monoatomiques intense, en raison de la tension d'accélération maximum disponible.

I.1) - Tension d'accélération -

Les cibles tritiées disponibles commercialement sont des cibles épaisses dont le rendement en neutrons est une fonction croissante de l'énergie d'accélération des deutérons.

Le choix d'un générateur de neutrons de 150 kV est en fait une simple question économique (prix, dimensions du local) face aux avantages certains que présente une tension d'accélération de 400 kV.

I.2) - Intensité du faisceau d'ions -

Pour obtenir l'intensité maximum du courant d'ions sur la cible, deux types de réglages sont à effectuer :

I.2.1) - Réglage de source -

Afin d'obtenir la meilleure décharge possible dans la source et la concentration du plasma vers le canal d'extraction, on dispose des réglages :

- de l'admission du deutérium dans l'ampoule de source, par le chauffage d'un tube en palladium,
- de l'oscillateur haute fréquence par la puissance délivrée à la source d'ions,
- du courant traversant la bobine de concentration.

I.2.2) - Réglage du faisceau -

Pour une haute tension de 150 kV et après allumage de la source, un faisceau ne peut être obtenu qu'après ajustement convenable des tensions d'extraction et de focalisation.

Un milliampère est une valeur de courant d'ions que l'on peut obtenir aisément et avec une bonne stabilité. Un nouveau modèle de tube accélérateur, "à champ constant", permet d'obtenir des courants plus intenses allant jusqu'à 2,5 mA.

I.3) - Composition du faisceau ionique -

Trois paramètres interviennent dans la composition du faisceau :

- le champ magnétique de la bobine de concentration,
- l'admission du gaz,
- la puissance de la haute fréquence appliquée à la source d'ions.

La composition du faisceau a été étudiée par analyse magnétique au moyen d'un aimant permanent. La séparation des composants de masses 1, 2 et 3 était largement suffisante pour permettre une mesure du courant de chacun des constituants du faisceau. De ces essais, on peut déduire que le pourcentage d'ions monoatomiques dans le faisceau est de l'ordre de 80 % pour les réglages habituels.

I.4) - Diamètre du faisceau sur la cible -

Pour une haute tension fixée, un réglage de la source déterminé et un courant d'ions donné, le diamètre du faisceau d'ions au niveau de la cible dépend exclusivement des réglages relatifs des tensions d'extraction et de focalisation.

Deux moyens sont à notre disposition pour la mesure du diamètre du faisceau :

- examen à l'oscilloscope des indications données par une sonde constituée de deux fils de tungstène vibrant dans le faisceau suivant deux directions perpendiculaires,
- lecture du courant d'ions frappant un diaphragme situé devant la cible.

La cible est placée dans les conditions normales d'utilisation c'est-à-dire à l'extrémité d'un tube prolongateur de 1 mètre de longueur qui est inséré entre la cible et le tube accélérateur. Pour des courants voisins de 0,8 mA, on a obtenu des diamètres de faisceau réglables entre 10 et 25 mm.

I.5) - Stabilité du faisceau d'ions -

La stabilité du faisceau d'ions est la résultante de la stabilité de toutes les alimentations haute tension et basse tension existant dans le générateur de neutrons.

I.5.1) - Stabilité des alimentations -

- générateur haute tension : \pm 500 V en charge à 150 kV
- générateur de focalisation : \pm 420 V à 40 kV 0,8 mA
- alimentation 600 V de l'oscillateur : 3 % en charge
- alimentation de bobine de concentration : 4 %
- alimentation d'extraction : 3 % à 3 kV 3 mA
- alimentation du chauffage du palladium : 1 %.

I.5.2) - Stabilité du faisceau à long terme -

On ne constate pas de fluctuations rapides importantes du faisceau. Il peut se produire des dérives lentes du courant cible. Ces dérives sont imputables à une variation de l'admission du gaz dans la source qu'il est facile de rattraper manuellement.

I.5.3) - Stabilité à court terme -

En analyse par activation les temps d'irradiation sont de l'ordre de quelques dizaines de secondes à quelques minutes. De ce fait, la stabilité à court terme du flux de neutrons, donc de l'intensité du faisceau, revêt une importance primordiale.

Pour cela on a examiné à l'oscilloscope les fluctuations rapides du courant d'ions frappant la cible. On a simplement constaté une ondulation résiduelle de l'ordre de 2 à 4 % à une fréquence de 100 Hz correspondant aux ondulations résiduelles des alimentations de la source d'ions.

I.5.4) - Phénomènes transitoires -

Pour les temps d'irradiation courts, les phénomènes transitoires à l'établissement et à la coupure du flux de neutrons présentent un intérêt tout particulier. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour réaliser des temps de montée et de descente courts.

- action sur la source d'ions au moyen de l'oscillateur HF,
- action sur la tension d'extraction des ions de la source d'ions,
- action sur le faisceau.

Les deux premiers procédés donnent une coupure rapide mais le temps d'établissement du courant est beaucoup plus long. On a adopté la troisième solution sous forme d'une cible escamotable en tantale, refroidie par circulation d'eau, qui est commandée pneumatiquement par deux électrovannes. Les principaux avantages sont :

- instantanéité des réponses,
- sûreté d'emploi
- maintien en permanence des réglages de l'accélérateur,
- fonctionnement sans à-coups du générateur haute tension.

I.6) - Cible tritiée -

Le débit de neutrons est, en première approximation, proportionnel au courant ionique reçu par la cible. Il est en principe indépendant du diamètre du faisceau mais en fait une légère défocalisation évite que le centre de la cible s'appauvrisse plus rapidement que la périphérie. On évite également ainsi la formation de points chauds sur la surface de la cible, ce qui provoquerait l'évaporation du tritium.

D'ailleurs, la cible est refroidie en permanence par une circulation d'eau de l'ordre de 1 litre par minute.

II - MESURE DU FLUX DE NEUTRONS DANS L'ECHANTILLON -

Pour tenir compte des variations du flux de neutrons dans le temps (dus aux fluctuations du courant d'ions et à la décroissance du rendement de la cible), il est nécessaire d'avoir un moniteur de flux donnant une quantité proportionnelle au flux de neutrons qui a traversé l'échantillon pendant toute la durée de l'irradiation.

Plusieurs solutions s'offraient à nous :

- mesure de l'activité dans l'eau de refroidissement de la cible,
- comptage de la particule α associée,
- comptage à l'aide d'un compteur à BF 3,
- comptage des protons de recul créés par les neutrons dans un détecteur constitué d'un scintillateur plastique couplé à un photomultiplicateur.

C'est cette dernière solution qui a été adoptée. On compte les impulsions dues aux protons de recul dans une bande d'énergie située approximativement entre 8 et 9 MeV à l'aide d'une électronique comprenant un amplificateur, un sélecteur monocanal et une échelle rapide à huit décades. On se trouve ainsi sur un plateau du spectre, ce qui diminue les risques de dérive. De plus le seuil inférieur choisi est suffisamment élevé pour éliminer l'influence des neutrons de 2,6 MeV créés par réaction D-D.

II-1) - Proportionnalité du comptage -

Nous avons contrôlé la proportionnalité entre les indications lues sur l'échelle du moniteur et le flux de neutrons rapides en irradiant un fil de cuivre placé suivant l'axe d'un porte-échantillon dans des flux croissants.

Nous avons ainsi effectué plusieurs contrôles avec des courants-cible variant entre 50 μ A et 650 μ A. Chaque fois, la proportionnalité était respectée à ± 2 % près environ, ce qui est l'ordre de grandeur des erreurs sur la mesure de l'activité du cuivre.

Par contre on a observé une légère dérive qui empêche de comparer des activités lorsqu'elles n'ont pas été mesurées le même jour.

Ce système permet donc de normaliser les résultats d'une mesure à l'autre à condition d'intercaler les étalons parmi les échantillons à analyser. De plus, un tiroir d'intégration permet d'obtenir une lecture proportionnelle au flux instantané qui traverse l'échantillon. Ainsi il est possible de corriger éventuellement les variations du flux trop importantes durant l'irradiation. Nous envisageons néanmoins l'utilisation d'un circuit intégrateur R-C pour faire automatiquement ces corrections.

II-2) - Etalonnage -

La station d'irradiation comporte deux positions :

- l'une est placée contre la cible (distance cible-axe de la station = 11 mm) et entourée d'une feuille de cadmium, de façon à éliminer les neutrons thermiques,
- l'autre est placée au centre d'un bloc de polyéthylène (distance cible-axe de la station = 49 mm), de façon à obtenir un flux de neutrons thermiques aussi élevé que possible (voir V partie).

II.2.1) - Etalonnage en neutrons rapides -

Pour faire cet étalonnage, il suffit de mesurer le nombre de coups comptés sous le photopic donné par le fil de cuivre en fonction de l'indication du contrôle de flux, compte-tenu des différents paramètres d'irradiation et de comptage. En désignant par M_r l'indication du contrôle de flux intégrée sur une minute et divisée arbitrairement par mille, le flux de neutrons rapides, exprimé en $n/cm^2.s$, suivant l'axe du porte-échantillon lorsque celui-ci est dans la station d'irradiation aux neutrons rapides, est donné par la relation :

$$\phi_r = 7,92.10^6 M_r$$

II.2.2) - Etalonnage en neutrons thermiques -

On a utilisé de la même façon un porte-échantillon contenant de la poudre d'aluminium et, en position d'irradiation aux neutrons thermiques, on a obtenu la relation :

$$\phi_{th} = 1,78.10^5 M_{th}$$

Les indications M_r et M_{th} ne sont pas identiques car la géométrie de comptage des neutrons change lorsqu'on passe d'une position d'irradiation à l'autre ; on a :

$$M_r \neq 0,57 M_{th}$$

On en déduit le rapport qui existe entre le flux rapide suivant l'axe de la station d'irradiation aux neutrons rapides et le flux thermique suivant l'axe de la station d'irradiation aux neutrons thermiques, pour un débit total de neutrons de 14 MeV dans les 4 $\uparrow\uparrow$ donné :

$$\phi_r \neq 25 \phi_{th}$$

III - DEFINITION DES PRECISIONS NECESSAIRES AU SYSTEME DE TRANSFERT D'ECHANTILLONS -

III.1) - Précision des temps -

III.1.1) - Temps d'irradiation et de comptage -

L'ensemble des opérations nécessaires à une analyse est contrôlé automatiquement à partir d'un pupitre de commande.

La base de temps est constituée par un multivibrateur battant la seconde. Deux numérateurs à présélection sont affectés, l'un au temps d'irradiation neutronique, l'autre au temps de comptage gamma. Pour ne pas introduire d'imprécision au démarrage, le décompte de chaque numérateur se fait à un instant précis du cycle du multivibrateur.

La stabilité dans le temps de cette horloge est de l'ordre de $\pm 2.10^{-4}$. En fonction de la température, elle est de l'ordre de 2.10^{-4} par °C. Une régulation de température à $\pm 0,5$ °C a d'ailleurs été installée dans la salle de contrôle et de comptage.

III.1.2) - Temps de décroissance -

Il s'agit du temps qui s'écoule entre la fin de l'irradiation et le début de comptage, temps durant lequel l'échantillon est transféré de la station d'irradiation à la station de comptage.

Dans notre installation, la durée du trajet varie entre 2 et 3,5 s suivant le poids de l'échantillon. Pour pouvoir comparer entre elles différentes analyses d'un même élément dans divers échantillons, le temps de décroissance doit être le même pour tous les échantillons quel que soit leur poids.

Dans ce but, nous avons réalisé un circuit de retard transistorisé utilisant la charge d'une capacité à travers une résistance variable. Le retard est ainsi réglable entre 1,2 et 7,2 s avec une précision de $\pm 2.10^{-4}$.

On a également envisagé de remplacer ce circuit par un troisième compteur fonctionnant sur la base de temps.

III.2) - Précision de l'ensemble du système de transfert et du déclenchement des diverses opérations -

L'échantillon est véhiculé dans un tube de transfert en plastique (de diamètre intérieur 13 mm), par circulation d'air.

Dans son transfert de la station départ à la station d'irradiation, l'échantillon est aspiré. En effet la durée du trajet dans ce sens importe peu. A un mètre environ de la station d'irradiation, l'échantillon passe à 10 m/s environ devant une cellule photoélectrique. L'impulsion délivrée par cette dernière a pour but de :

- arrêter l'aspiration de l'échantillon,
- déclencher l'irradiation,
- mettre en marche la chaîne de contrôle du flux, ceci pour un temps égal au temps d'irradiation affiché sur le numérateur d'irradiation.

L'impulsion qui ramène à 0 ce numérateur commande la fin de l'irradiation, l'arrêt du comptage du flux et l'échantillon est soufflé vers la station de comptage tandis que le circuit de retard se charge. Après le temps de retard choisi, le comptage commence pour le temps préaffiché sur le numérateur de comptage. Enfin l'impulsion qui ramène à 0 ce compteur éjecte l'échantillon du tube pneumatique et le passage devant une cellule photoélectrique remet l'ensemble à zéro.

Les précisions sur ces différentes commandes sont de l'ordre de ± 10 ms, ce qui est négligeable vis à vis des temps d'irradiation et de comptage généralement utilisés.

III.3) - Précision des positionnements du porte-échantillon -

Le diamètre intérieur du tube pneumatique (13 mm) est nettement supérieur au diamètre extérieur des porte-échantillons, afin de tenir compte des coudes de la trajectoire. Par contre le diamètre intérieur des stations est très voisin du diamètre extérieur des porte-échantillons de façon à assurer un positionnement précis.

D'autre part il faut noter que le courant d'air résiduel, produit par la turbine qui ne s'arrête pas intantanément, empêche tout rebondissement de l'échantillon sur la butée d'arrêt dans les stations.

III.4) - Reproductibilité de l'ensemble -

Les principales causes d'erreurs non systématiques dans la mesure d'une activité en analyse par activation sont :

- l'erreur de comptage, due à l'incertitude sur le nombre de coups comptés (l'écart-type correspondant est égal à la racine carrée de ce nombre de coups),
- l'erreur sur la reproductibilité de la géométrie à l'irradiation comme au comptage (variations de positionnements, mauvaise homogénéité de l'échantillon, anisotropie du flux),
- l'erreur due à la mauvaise stabilité du flux puisque la lecture du flux intégré sur le moniteur ne tient pas compte des variations éventuelles de ce flux durant l'irradiation.

Pour mettre en évidence l'importance de ces erreurs dans le cas d'un dosage d'oxygène, nous avons passé 20 fois un échantillon homogène de calcite. Après soustraction de la variance correspondant à l'erreur de comptage, on a obtenu un écart-type relatif individuel pour les erreurs de géométrie et de stabilité du flux égal à 2,8 %.

Afin d'améliorer cette reproductibilité, nous avons l'intention de :

- faire tourner l'échantillon à l'irradiation et au comptage,
- utiliser un circuit R-C pour éliminer l'influence des variations du flux.

V - DEFINITION DES CARACTERISTIQUES DU PORTE-ECHANTILLON -

Le porte-échantillon doit être évidemment adapté au système de transfert choisi. Les arrivées contre la cible et contre le scintillateur se font tangentiellement.

IV-1) - Dimensions du porte-échantillon -

La longueur extérieure du porte-échantillon doit être adaptée au diamètre des cibles tritiées utilisées.

Le diamètre extérieur a été choisi en fonction des dimensions du pneumatique.

Les dimensions intérieures doivent être aussi grandes que possible. Cependant la masse totale du porte-échantillon rempli ne doit pas excéder une dizaine de grammes si on veut que le système soit capable d'aspirer le porte-échantillon vers l'irradiation.

IV-2) - Caractéristiques mécaniques, optiques et chimiques -

Pour pouvoir exploiter les périodes courtes, la vitesse du porte-échantillon doit être, tout au moins au retour vers le comptage, de l'ordre de 10 m/s. Le porte-échantillon, qui doit être aussi léger que possible, ne doit cependant pas être fragile de façon à résister aux chocs lors des arrivées dans les stations.

D'autre part, les porte-échantillons doivent être suffisamment opaques pour faire fonctionner les relais commandés par les cellules photoélectriques.

Enfin, étant donné que le système de transfert ne prévoit pas le transvasement de l'échantillon avant le comptage, le porte-échantillon est compté en même temps que l'échantillon. Aussi doit-il s'activer le moins possible aux neutrons. Ses deux constituants de base doivent donc être le carbone et l'hydrogène.

IV-3) - Choix des porte-échantillons -

C'est surtout la raison chimique qui a fait choisir le polyéthylène. De plus la résistance aux chocs de ce matériau est très grande et il offre l'avantage de se souder facilement.

Nous avons choisi les porte-échantillon fabriqués par la "Olympic Company" à Los Angeles. Les caractéristiques du modèle que nous utilisons sont :

- dimensions extérieures : diamètre = 11,5 mm
longueur = 24,5 mm
- dimensions intérieures : diamètre = 10 mm
longueur = 20 mm
- volume utile = $1,520 \pm 0,020$ cm³
- poids à vide = $1,075 \pm 0,010$ g

IV-4) - Mode de remplissage -

Lorsque l'échantillon se présente sous forme de petits fragments ou bien lorsqu'on ne dispose pas d'assez d'échantillon pour remplir complètement le porte-échantillon, il est nécessaire de compléter le volume non occupé par une matière dont le rôle est de fixer la géométrie de l'échantillon. Pour que cette géométrie soit reproductible, il faut si possible que l'échantillon soit dispersé de façon homogène dans tout le volume du porte-échantillon. De plus, dans le cas du dosage de l'oxygène ou de l'azote, cette matière permet d'éliminer l'air.

Dans le cas des fragments et des poudres, cette matière doit être solide à la température ambiante mais elle doit pouvoir être fondue facilement à une température qui ne risque pas de détériorer l'échantillon. Etant donné que cette matière ne doit pas s'activer, il était tout indiqué de choisir la paraffine.

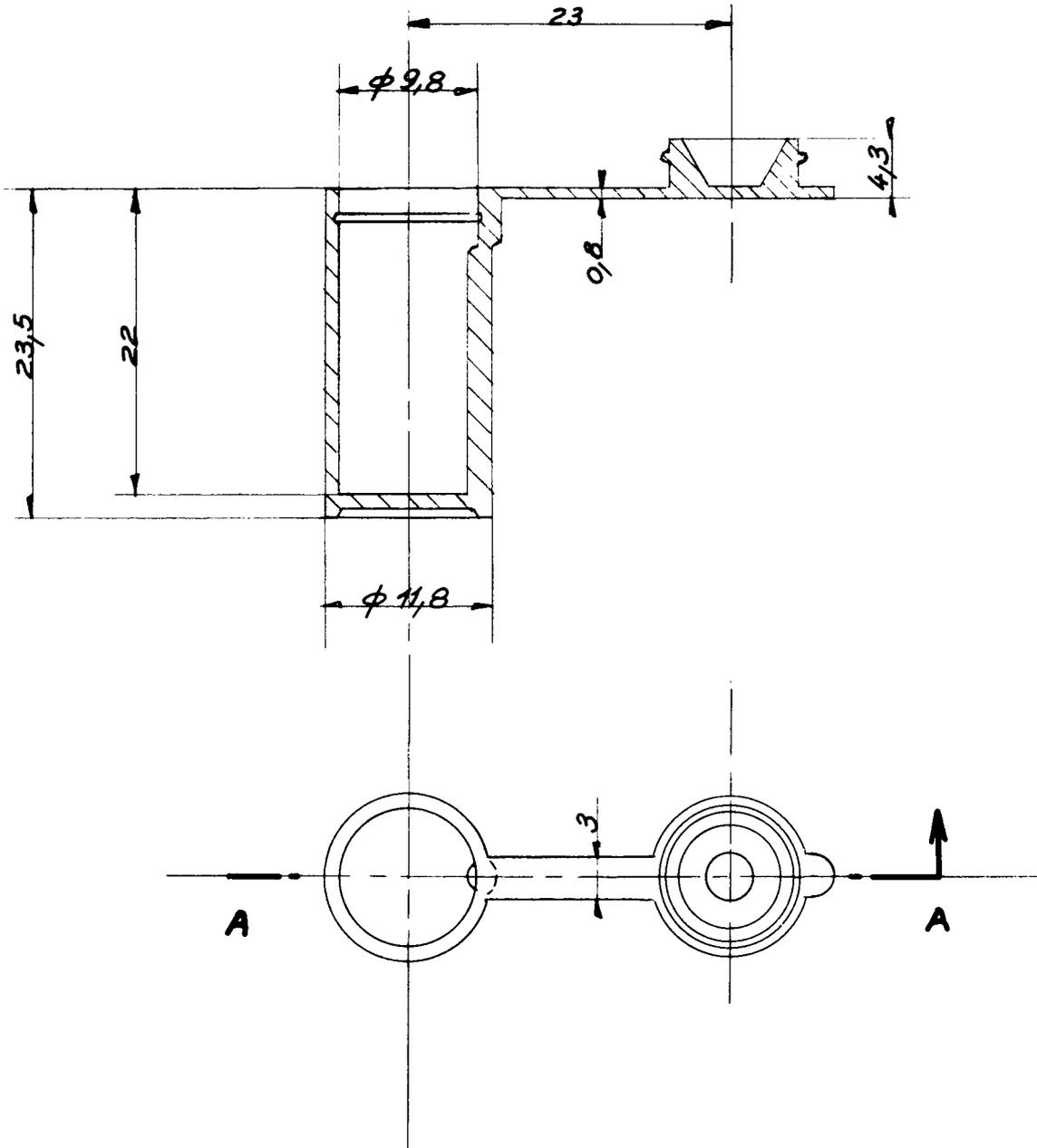
Nous avons mis d'autre part au point un dispositif qui, par rotation et par vibration, permet de disperser régulièrement les échantillons sous forme de poudre sur toute la périphérie des porte-échantillons.

Dans le cas des liquides, la matière de remplissage doit être un autre liquide miscible avec l'échantillon, tel que l'eau ou l'huile de vaseline.

IV-5 - Influence des impuretés -

Les impuretés que peut contenir le polyéthylène ou bien la paraffine sont évidemment très gênantes. Il en résulte en effet un spectre "blanc" qu'il faut soustraire du spectre obtenu avec le porte-échantillon rempli avec l'échantillon, ce qui limite sensibilité et précision.

COUPE A.A



PORTE-ECHANTILLON EN POLYETHYLENE

Les deux principales impuretés sont l'azote et l'oxygène. Comme le dosage de cet élément est justement l'une des principales applications de l'analyse par activation en neutrons rapides, il est important de déterminer la teneur en oxygène du blanc.

Dans ce but on a irradié 20 fois un porte-échantillon (percé de façon à éliminer l'air pendant le transfert) et 20 fois un pain de paraffine. On a comparé chaque moyenne avec une droite d'étalonnage obtenue en passant, à raison de trois fois pour chacun d'eux, le blanc, constitué par un porte-échantillon rempli de paraffine, et deux étalons, l'un de 1 mg et l'autre de 2 mg d'oxygène, constitués par de la calcite dispersée dans de la paraffine. On a ainsi trouvé :

- teneur du polyéthylène : 707 ppm
- teneur de la paraffine : 102 ppm
- quantité d'oxygène contenue dans le blanc utilisé pour l'étalonnage : 851 µg.
- précision sur cette quantité (pour une confiance de 95 %) : $\pm 36\%$

Cette quantité étant pratiquement constante d'un blanc à un autre, on peut faire les dosages d'oxygène par soustraction, en faisant si besoin est la correction due à l'oxygène de la paraffine. Malheureusement cette méthode n'est plus possible pour doser des quantités inférieures à 1000 µg environ.

Pour les très faibles teneurs, et notre installation devrait permettre de descendre jusqu'à 20 µg environ, il faut ;

- soit trouver un blanc beaucoup plus faible,
- soit se passer de porte-échantillon.

Nous avons mis au point un système de transfert par gravité qui exploite cette deuxième solution mais les échantillons doivent être massifs (diamètre : 20 mm, épaisseur : 5 mm).

- ETUDE PRATIQUE DU DISPOSITIF DE THERMALISATION DES NEUTRONS -

Le ralentissement des neutrons dans la matière a pour origine :

- la diffusion inélastique des neutrons rapides par les éléments lourds,
- la diffusion élastique des neutrons lents par les éléments légers tels que l'hydrogène.

Si on choisit un matériau tel que l'eau, le polyéthylène et le béton, le calcul montre que l'épaisseur minimum du matériau devant constituer le dispositif de thermalisation doit être de l'ordre de 15 cm.

V.1) - Dispositif réalisé -

Compte-tenu du rôle de protection joué par notre dispositif de thermalisation, un compromis entre son prix de revient et sa maniabilité a conduit à l'adoption d'une cuve en plastique pleine d'eau naturelle de 2 m de hauteur et de 1,90 m de diamètre. Une chambre d'air de 14 cm de côté a été ménagée en son centre pour y placer la station d'irradiation contre laquelle vient se plaquer le porte-cible de l'accélérateur.

V.2) - Cartographie du flux de neutrons thermiques -

On a utilisé un compteur à BF 3 que l'on a placé dans un tube d'aluminium plongeant dans l'eau de la cuve à des distances croissantes de la cible. Les courbes obtenues montrent que le maximum du flux thermique se situe à 4,3 cm à l'intérieur du modérateur.

Une station d'irradiation a été placée conformément à ce résultat au milieu d'un bloc en polyéthylène qui remplit la chambre au centre de la cuve.

VI - DEFINITION DES CARACTERISTIQUES DU DETECTEUR A SCINTILLATION -

La spectrométrie gamma a été adoptée car c'est elle qui donne le plus de renseignements sur la décroissance des radio-éléments formés lors de l'irradiation par les neutrons. L'utilisation d'un scintillateur à iodure de sodium (activé au thallium) permet de déterminer l'énergie des gamma émis et, par décroissance, la période des radio-éléments.

VI.1) - Dimensions et géométrie -

On a choisi un scintillateur de 7,5 cm x 7,5 cm qui est suffisant pour absorber avec une efficacité correcte même les gamma très énergétiques. On s'est contenté d'un seul scintillateur de "Quartz et Silice", qui est couplé avec un photomultiplicateur 54 AVP.

La position du détecteur est réglable par rapport à la station de comptage (distance minimum cristal-axe de la station = 20 mm).

VI.2) - Résolution et bruit de fond -

Le détecteur est relié à un analyseur "Intertechnique" à 400 canaux, type SA 40.

Nous avons déterminé la résolution de notre cristal en utilisant une source au ^{137}Cs : 7,65 %.

Nous avons placé notre scintillateur dans un château de plomb (5 cm de plomb, 20 cm de béton) de grandes dimensions (volume intérieur de l'ordre de 1 m³), de façon à le protéger des rayonnements ambiants sans que la rétrodiffusion soit importante. De plus une couche intérieure de 0,5 mm de cuivre et de 0,5 mm de cadmium absorbe les rayons X que peut émettre le plomb.

Enfin nous avons thermostaté le château de plomb à $\pm 0,5$ °C de façon à stabiliser le gain du photomultiplicateur.

- OPTIMISATION DE LA PROTECTION BIOLOGIQUE DU GENERATEUR DE NEUTRONS -

Le générateur de neutrons SAMES du type "J" peut produire un débit de neutrons de 14 MeV de l'ordre de 10^{11} n/s.

Ces neutrons rapides sont toujours accompagnés de neutrons thermiques (par ralentissement dans le modérateur), de rayons gamma et X. Cependant, comme la protection biologique à mettre en jeu est d'autant plus importante que l'énergie et le débit sont plus élevés, il suffit de calculer les protections en fonction des neutrons rapides.

Or la dose maximum admissible en travail normal pour une semaine de 40 h, est de 2,5 m Rem/h. Pour des neutrons de 14 MeV, cela correspond à 10 n/cm².s.

VII.1) - Calcul d'une protection -

La protection contre les neutrons rapides consiste en un ralentissement (accompagné ou non de captures) par diffusion élastique avec des noyaux légers (eau, paraffine, polyéthylène, béton) jusqu'aux énergies thermique ou épithermique.

Le générateur de neutrons utilisé a été placé dans une salle de 9 m de côté et de 3 m de hauteur, fermée par des murs de béton de 40 cm d'épaisseur.

La cible tritiée a été placée approximativement au centre de la salle. Le flux peut être considéré comme isotrope. Si on néglige l'atténuation par l'air et la diffusion par le sol, les murs ou le plafond, le flux de neutrons à 4,50 m de la cible ne sera plus, pour un débit de 10^{11} n/s, que de 4.10^4 n/cm².s.

Pour parvenir à un flux résiduel de 10 n/cm².s il a donc fallu prévoir une protection donnant un coefficient d'atténuation de $2,5 \cdot 10^{-4}$. Elle est principalement constituée par une cuve remplie d'eau, de 2 m de hauteur et de 1,90 m de diamètre, au centre de laquelle est placée la cible tritiée. Le coefficient d'atténuation correspondant est de $2 \cdot 10^{-3}$. Le complément de protection est assuré par les murs de la salle. Dans la direction de la porte, on a construit une chicane en béton.

Les mesures de contrôle effectuées dans la salle de commande de l'accélérateur ont donné moins de 0,2 mR/h de rayonnement gamma et moins de 1 n/cm².s au débit maximum de neutrons.

VII-2) - Sécurités -

Elles ont pour but d'empêcher le personnel de se faire irradier pendant le fonctionnement du générateur de neutrons :

- un contact électrique pour le niveau d'eau de la cuve, et un contact de fin de déplacement de l'accélérateur sur ses rails n'autorisent le fonctionnement que si la cible est au centre de la cuve remplie d'eau,
- un contact électrique de porte, un système de signalisation lumineuse et une gache électrique sur la porte de la salle de l'accélérateur empêchent l'entrée dans cette salle pendant le fonctionnement.

VII-3) - Radioactivité induite dans les composants de l'accélérateur -

En règle générale, on ne doit s'approcher de la cible que lorsqu'il est nécessaire de la changer. On contrôle alors l'activité du porte-cible. On attend le plus souvent le lundi pour faire les changements, le porte-cible ayant alors refroidi pendant le week-end.

II - ETUDE STATISTIQUE DU COMPORTEMENT DES CIBLES TRITIÉES -

Cette étude a été étendue à l'ensemble des cibles utilisées au cours des deux années, soit en tout 22 cibles.

VIII.1) - Cibles utilisées -

VIII.1.1) - Dimensions -

Les cibles disponibles commercialement ont un diamètre de 28,5 mm. La surface tritiée a un diamètre de 25,0 mm. Une fois montée dans le porte-cible, la cible ne présente plus qu'une surface tritiée d'un diamètre utile de 20,0 mm qui est le diamètre intérieur de la bague fileté appliquant la cible contre le joint

VIII.1.2) - Provenances - d'étanchéité à l'eau et au vide.*

Les provenances des 22 cibles utilisées se répartissent comme suit :

- 7 cibles de l'US Radium Corporation, Chicago
- 12 cibles du C.E.A - Service des Radio-éléments artificiels, Saclay,
- 3 cibles expérimentales fabriquées à titre d'essai par le service des accélérateurs du CENG, Grenoble.

Avant leur emploi, les cibles ont été conservées sous vide.

VIII.1.3) - Matrice et Activité -

Le support est constitué par un disque en cuivre ou en argent. Le tritium est adsorbé par une couche de titane (USRC et CEA-SRA) ou d'erbium (CENG). L'épaisseur du dépôt de titane est comprise entre 300 et 350 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. Ce sont donc des cibles épaisses. Il en est de même de la première cible en erbium utilisée. Par contre les deux suivantes sont des cibles relativement minces.

Les cibles utilisées avaient des activités généralement comprises entre 0,4 et 0,8 curie de tritium/ cm^2 . Les activités des deux dernières cibles en erbium étaient nettement plus faibles.

VIII.2) - Courbes de décroissance des cibles -

Pour chaque cible utilisée on a établi la courbe de décroissance de la production de neutrons (ou plus exactement la décroissance du flux de neutrons suivant l'axe de la station

* il est prévu d'utiliser prochainement des cibles de 49 mm de diamètre extérieur.

d'irradiation aux neutrons rapides) en fonction du temps de fonctionnement de la cible. Ce temps est calculé par sommation des temps d'irradiation successifs. On a indiqué également le temps total d'utilisation de chacune des cibles.

Ces courbes ont été en principe établies à la tension maximum, c'est-à-dire à 150 kV. Tous les points de mesure ont été normalisés à un courant de 500 μ A. Mais, comme la durée de vie de la cible dépend de l'intensité du courant d'ions, on a indiqué le courant moyen utilisé.

On a caractérisé chaque courbe ainsi obtenue par deux paramètres :

- le flux initial,
- la période de la cible, c'est-à-dire le temps nécessaire pour que ce flux soit approximativement divisé par deux.

TABLEAU COMPARATIF DES CIBLES UTILISEES, CLASSEES PAR PROVENANCE ET PAR ACTIVITES DECCROISSANTES

Provenance	Numéro	Activité A	temps utilisation	Courant moyen I _m	Flux initial ϕ_0	Période T	ϕ_0/A	T.Im
		curie/cm ²	heures	μ A	10 ⁸ n/ cm ² .s	heures	unités arbitrai- res	unités arbitrai- res
U. S RADIUM CORPORATION	897	0,79	2,5	650	4,0	1,4	5,1	9,1
	898	0,79	2,3	550	5,5	1,6	7,0	8,8
	899	0,79	4,0	550	3,8	2,8	4,8	15,4
	902	0,79	3,9	600	3,6	3,5	4,6	21,0
	903	0,79	2,0	600	5,0	1,3	6,3	7,8
	904	0,79	5,5	550	3,5	4,5	4,4	24,8
	905	0,79	4,1	500	4,3	3,0	5,4	15,0
G. E. A. - S R A	2 X	0,95	2,9	650	6,5	1,4	6,8	9,1
	1 MN	0,71	1,8	650	3,0	0,9	4,2	5,9
	2 AM	0,58	2,5	570	6,0	1,3	10,3	7,4
	2 UZ	0,58	3,4	550	7,1	1,6	12,2	8,8
	2 J	0,57	5,5	550	6,5	2,8	11,4	15,4
	1 C	0,56	8,7	500	7,2	3,3	12,9	16,5
	ZW	0,53	17,8	500	5,3	4,9	10,0	24,5
	2 I	0,49	5,6	550	7,8	2,8	15,9	15,4
	2 AJ	0,48	0,7	550	7,1	0,9	14,8	5,0
	YX	0,44	4,9	600	6,5	3,5	14,8	21,0
	2UV	0,38	6,2	500	5,3	3,2	13,9	16,0
	1 DW	0,35	6,6	550	5,5	3,0	15,7	16,5
	CENG	46	0,75	6,3	650	3,2	2,0	4,3
59		0,13	3,4	650	2,0	0,8	15,4	5,2
60		0,07	2,3	620	1,1	1,0	15,7	5,5

En conclusion on peut dire que, à activité égale, les cibles de diverses provenances produisent des flux voisins pendant des temps voisins lorsqu'elles sont bombardées avec des faisceaux identiques de deutérons.

ATLAS DE SPECTRES ET TABLES DE SENSIBILITE -

Avant d'exécuter un certain nombre d'analyses-types, il était nécessaire de déterminer auparavant quelles sont les possibilités analytiques de l'installation. Pour cela, il a fallu établir un catalogue de spectres gamma donnés par les principaux éléments (47 en tout) dans des conditions d'irradiation et de comptage bien définies. Ensuite on a classé par énergies croissantes les pics photo-électriques qui ont été reconnus sur ces spectres, ce qui doit faciliter les analyses qualitatives. Enfin on a calculé pour chaque photopic la sensibilité qu'il pourrait permettre d'atteindre si on voulait l'utiliser pour un dosage ; on a pu ainsi en déduire les sensibilités optima de dosage des éléments étudiés, ce qui permet de choisir les meilleures conditions pour une analyse quantitative.

IX.1) - Fabrication des étalons -

On a fabriqué une gamme d'étalons par élément étudié. Pour les éléments les plus courants, cette gamme est constituée par dix étalons contenant respectivement : 1 mg, 2 mg, 5 mg, 10 mg, 20 mg, 50 mg, 100 mg, 200 mg, 500 mg et 1000 mg. Pour établir le catalogue de spectres, on a utilisé uniquement les étalons de 200 mg. Ainsi les comparaisons entre spectres sont facilitées.

Les matrices choisies pour fabriquer ces étalons sont des corps purs, de préférence non oxydables et non hydroscopiques. Si le corps est composé, les autres éléments auxquels est lié l'élément dont on veut obtenir le spectre doivent s'activer le moins possible, et la formule de composition doit être parfaitement définie (on a choisi des liaisons avec des atomes de C ou H, à la rigueur de O, Ca ou Pb).

IX.2) - Irradiation et comptage -

On a irradié et compté les étalons ainsi fabriqués dans des conditions de temps et de flux bien définies. On a ainsi obtenu trois séries de spectres :

- 28 spectres obtenus en neutrons de 14 MeV, en favorisant les périodes courtes : $t_{ir} = 30$ s, $t_{déc} = 3$ s, t_{ct} (réel)* = 30 s
- 30 spectres obtenus en neutrons de 14 MeV, en favorisant les périodes longues : $t_{ir} = 5$ mn, $t_{déc} = 10$ mn, t_{ct} (actif)* = 5mn.
- 24 spectres obtenus en neutrons thermiques : $t_{ir} = 10$ mn ,
 $t_{déc} = 3$ s, t_{ct} (actif)* = 10 mn.

* t_{ct} réel = t_{ct} actif + temps mort

IX.3) - Liste des photopics -

Pour chacun des photopics reconnus nettement sur un spectre (206 pics ont été ainsi étudiés), on a indiqué :

- son énergie,
- le radio-isotope correspondant, avec sa période,
- l'élément à partir duquel a été formé ce radio-isotope, avec la réaction correspondante,
- le nombre de coups par milligramme de l'élément, ramené à un flux de 10^9 n/cm².s en neutrons rapides ou bien à 5.10^7 n/cm².s en neutrons thermiques,
- la limite de détection due au bruit de fond dans la zone d'énergie où se trouve le photopic, et calculée pour un écart type relatif sur le nombre de coups dus au seul élément égal à 20 %,
- la sensibilité en microgrammes qu'on peut en déduire pour le dosage de l'élément en utilisant ce photopic.

Ces tables donnent donc les sensibilités pour chacun des photopics étudiés dans des conditions bien définies qui ne sont pas forcément les meilleures. Une dernière table, qui est reproduite ci-dessous, classe les éléments suivant la sensibilité de leur dosage en se plaçant dans les meilleures conditions d'irradiation et de comptage ($t_{ir} = t_{ct} = 4$ périodes ou, au maximum 20 mn, $t_{déc} = 3$ s).

Table of Optimum Limits of Detection for the Elements under Study^{1,2}

Limit of detection (μg)	Element	Radioisotope	Half-life	Energy of main peak (MeV)	Interference	Other peak or R.I. usable
14 MeV neutrons: 10 ⁹ n/cm ² sec						
From 1 to 10	Ag	¹⁰⁸ Ag	24.0 min	0.51	Sb, In, Cl, Sn...	¹⁰⁸ Ag
	Al	²⁷ Mg	9.45 min	0.84		
	Ba	^{137m} Ba	2.60 min	0.66	Ag	
	Br	⁷⁸ Br	6.4 min	0.51	Cu, N, K...	0.62
	Cl	^{111m} Cd	48.6 min	0.25		
	Cu	⁶² Cu	9.80 min	0.51		
	Ga	⁶⁸ Ga	68 min	0.51	Br, Sb, N, In, K...	
	Hg	^{199m} Hg	44 min	0.158	Cd, Se, Cr...	⁷² Ga
	Sb	¹²⁰ Sb	16.4 min	0.51	Cd, Cl, Sn	0.37
	Si	²⁸ Al	2.30 min	1.78	Ag, In, Mo...	^{122m} Sb
	Sr	^{87m} Sr	2.80 hr	0.39	P	
	Zn	⁶³ Zn	38.3 min	0.51	Cl, Sn, Se...	
	Zr	⁹⁴ Y	16.5 min	0.92	Sr	^{89m} Zr
	Thermal neutrons: 5.10 ⁷ n/cm ² sec					
	In	^{116m} In	54.2 min	1.27-1.09		
	Mn	⁵⁶ Mn	2.58 hr	0.85	Fe, Co	⁵² V
	U	²³⁹ U	23.5 min	0.074		
14 MeV neutrons: 10 ⁹ n/cm ² sec						
From 10 to 100	Cl	^{34m} Cl	32.4 min	0.51	Zn, Sn...	³⁷ S
	Cr	⁵² V	3.76 min	1.44	Mn	
	F	¹⁹ O	29.4 sec	0.20	Pd, Ag	¹⁶ N
	Fe	⁵⁶ Mn	2.58 hr	0.85	Co	
	Ge	^{76m} Ge	48 sec	0.139	As, Pd	⁷⁴ Ga
	K	³⁸ K	7.75 min	0.51	Br, Cu, N...	2.16
	Mg	²⁴ Na	15.0 hr	1.37-2.75	Al	²² Ne
	Mo	⁹¹ Mo	15.5 min	0.51		
	N	¹³ N	10 min	0.51	Sb, In, Ag...	
	Na	²³ Ne	37.6 sec	0.44-1.65	Cu, Br, K...	
	O	¹⁶ N	7.4 sec	6.13	Mg	
	P	²⁸ Al	2.30 min	1.78	F, B	
	Pd	^{109m} Pd	4.8 min	0.188	Si	
	Se	^{81m} Se	56.8 min	0.103		
	Sn	¹²³ Sn	40.0 min	0.153	Hg, Cd, Cl	
	Te	¹²⁹ Te	74 min	0.46		
	W	^{186m} W	1.7 min	0.130	Fe, Pd	^{182m} W
	Thermal neutrons: 5.10 ⁷ n/cm ² sec					
	Co	^{60m} Co	10.5 min	0.059	Ni	⁶⁶ Mn
	I	¹²⁸ I	25.0 min	0.46	Te	
	V	⁵² V	3.76 min	1.44	Cr, Mn	⁵¹ Ti
14 MeV neutrons: 10 ⁹ n/cm ² sec						
From 100 to 1000	As	^{75m} Ge	48 sec	0.139	Ge, Pd	⁷⁶ As
	Au	^{197m} Au	7.4 sec	0.28		
	Nb	⁹² Y	3.60 hr	0.21-0.94		
	Ni	⁶² Co	13.9 min	1.17	Cu	^{60m} Co
	Pt	^{197m} Pt	80 min	0.34	Au	
	Ta	^{180m} Ta	8.15 hr	0.093-0.102		
Ti	^{46m} Sc	19.5 sec	0.142	Se	⁵¹ Ti	
Thermal neutrons: 5.10 ⁷ n/cm ² sec						
	Au	¹⁹⁸ Au	2.70 days	0.41		
14 MeV neutrons: 10 ⁹ n/cm ² sec						
From 1000 to 10000	B	¹¹ Be	13.7 sec	5.60-6.76	O, F	2.12
	Ca	⁴⁴ K	22.0 min	1.13	Cl	
	Pb	^{207m} Pb	0.84 sec	0.57		
	S	³⁴ P	12.4 sec	2.13	Cl, B	

¹ t_{ir} and t_{ct} = 4 half-lives or maximum 20 min, t_{dec} = 3 sec.

X. - EXECUTION D'ANALYSES-TYPES -

X.1) - Echantillons analysés -

A la suite du sondage effectué par le Bureau Eurisotop auprès des industriels, nous avons reçu à la date du 19 Novembre 1965 un groupe d'échantillons composé de :

- 8 échantillons de tungstène,
- 3 échantillons de zinc,
- 1 échantillon de terres-rares.

D'autre part Monsieur NEMOZ, qui est le Président de la Commission des Laboratoires de l'Association Technique de la Sidérurgie, nous a envoyé 14 échantillons d'hastelloy.

Nous avons donc reçu en tout 26 échantillons, ce qui représente :

- 26 dosages d'oxygène
- 8 dosages de silicium
- 9 dosages d'aluminium
- 8 dosages de potassium
- 1 dosage de phosphore.

Pour mieux mettre en évidence les possibilités de l'analyse par activation dans l'industrie, nous avons complété ces analyses par un certain nombre de dosages que nous avons faits à la demande directe de plusieurs industriels.

Ces analyses ont été effectuées aussi bien avec le système de transfert pneumatique, qui a été développé dans le cadre de notre contrat, qu'avec le système de transfert par gravité qui est particulièrement adapté au dosage de l'oxygène dans les métaux (voir paragraphe IV.5).

Le tableau qui suit groupe par branches industrielles les différentes analyses qui ont été effectuées (p : transfert pneumatique, g : transfert par gravité, qual : analyse qualitative) :

Branche	Elément à doser	Matrice	Nombre de dosages	Transfert	Résultats
Sidérurgie	O	Acier	26	g	50 - 1 400 ppm
	O	Acier	11	g	30 - 500 ppm
	O	Acier	6	g	30 - 50 ppm
	O	Acier	6	p	15 - 600 ppm
	O	Acier	26	g	50 - 1 400 ppm
	O	Hastelloy	12	g	13 - 170 ppm
	O	Hastelloy	2	g	20 - 150 ppm
Métallurgie	O	Aluminium	2	g	20 ppm
	O	Hafnium	3	p	300 ppm - 1 %
	O	Hafnium	6	p	1 % - 20 %
	O	Magnésium	7	g	150 ppm
	O	Molybdène	3	g	10 ppm
	O	Niobium	12	g	100 ppm
	O	Tungstène	8	p	20 ppm
	O	Vanadium	4	g	100 ppm
	O	Zinc	3	p	40 ppm
	O	Zirconium	2	p	1 000 ppm
	O	Zirconium	5	g	100 ppm
	Al	Tungstène	8	p	négatif
	Al	Zinc	1	p	négatif
	K	Tungstène	8	p	150 ppm
	Si	Hafnium	3	p	1 % - 1 %
Si	Hafnium	5	p	1 % - 20 %	
Si	Tungstène	8	p	1 - 5 ppm	
Chimie	O	Re ₂ O ₃	1	p	20 %
	O	Zn S	3	p	2 %
	O	Zn S	1	p	2 %
	O	Terres-rares	1	p	300 ppm
	qual	Terres-rares	1	p	Ce, Pr, P ou Si
	P	Terres-rares	1	p	1 %
Cimenterie	O	Calcaire	2	p	50 %
	qual	Calcaire	2	p	Si, Al, traces de Fe
	Al	Calcaire	2	p	5 %
	Si	Calcaire	2	p	7 %
Verrerie	O	Verre	6	p	45 %
	qual	Verre	4	p	Si, Al, Na ou Mg, Ba (pour un échan.)
	Al	Verre	6	p	1 %
	Ba	Verre	1	p	10 %
	Mg	Verre	2	p	1 %
	Na	Verre	6	p	2 % - 25 %
Si	Verre	6	p	35 %	

Branche	Elément à doser	Matrice	Nombre de dosages	Transfert	Résultats
Biologie	P	Plante	6	p	2 ‰
Criminologie	Ba	Cible de papier	11	p	5 µg - 300 µg

X.2) - Mode opératoire -

Les échantillons pour le système pneumatique ont été préparés comme il est indiqué au paragraphe IV.4 .

On a toujours utilisé le sélecteur en sélection d'amplitude. On a ainsi obtenu des photopics dont la surface est en principe proportionnelle à la quantité de l'élément à doser. Cette surface a généralement été déterminée par la méthode des trapèzes, en prenant un certain nombre de canaux de part et d'autre du canal central. Cependant, lorsqu'il n'y a pas de photopic plus énergétique que celui qui est utilisé pour le dosage (cas pour l'oxygène), on s'est contenté de soustraire le bruit de fond.

Le nombre de coups ainsi obtenu, par soustraction du trapèze ou du bruit de fond, a été divisé par le flux intégré lu sur le contrôle de flux afin de normaliser les résultats d'une irradiation à l'autre.

Les étalons ont été choisis dans les gammes qui ont été fabriquées (par. IX.1). Ils ont été irradiés puis comptés dans des conditions de temps et de géométrie identiques à celles des échantillons. On a ainsi pu déterminer dans chaque cas une droite d'étalement, soit graphiquement, soit le plus souvent par la méthode des moindres carrés.

On a souvent passé échantillons et étalons plusieurs fois de façon à améliorer la précision.

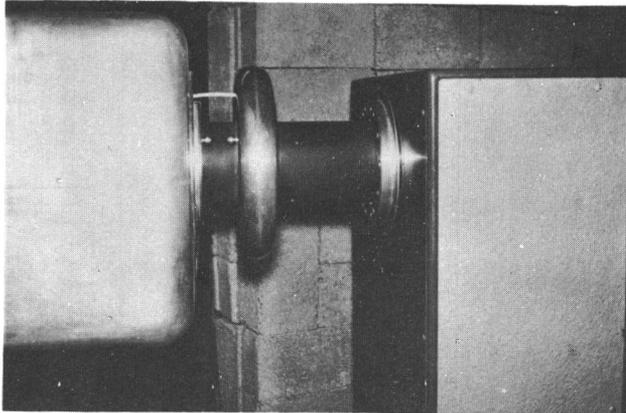


Fig. 1 - Ancien tube accélérateur 150 kV à 2 étages

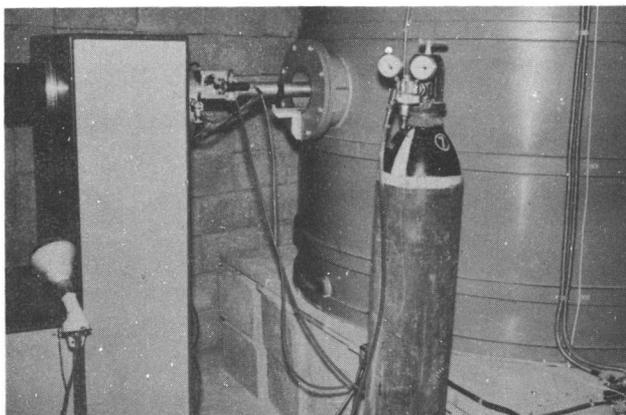


Fig. 2 - Cible escamotable avec sa commande électro-pneumatique

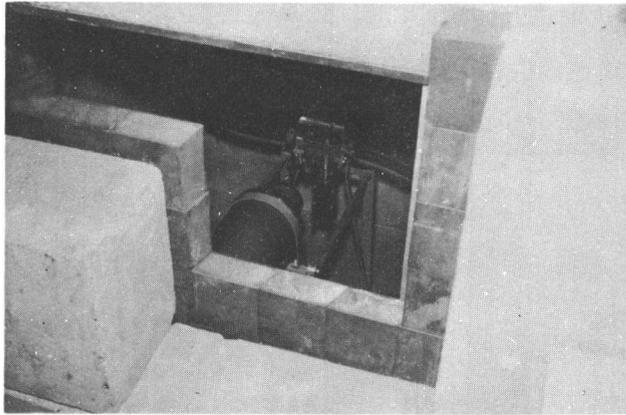


Fig. 3 - Château de plomb avec le détecteur gamma et la station de comptage

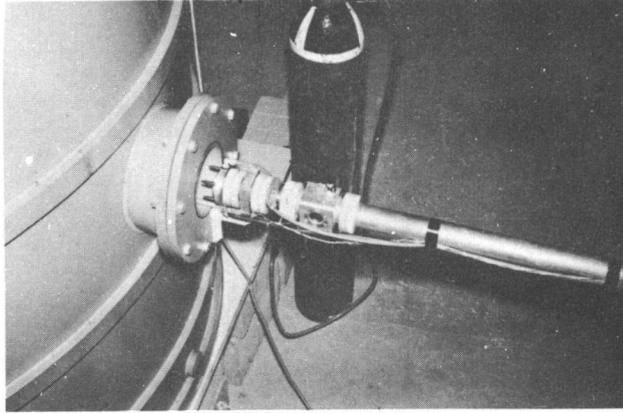


Fig. 4 - Tube prolongateur avec la chambre à quartz, le diaphragme, le piège à électrons secondaires et le porte-cible

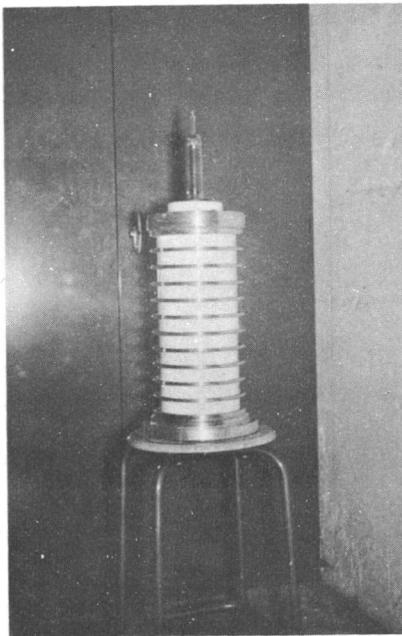


Fig. 5 - Nouveau tube accélérateur 150 kV à champ constant

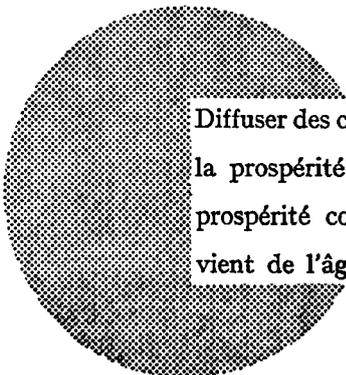
AVIS AU LECTEUR

Tous les rapports Euratom sont signalés, au fur et à mesure de leur publication, dans le périodique mensuel **EURATOM INFORMATION**, édité par le Centre d'information et de documentation (CID). Pour souscrire un abonnement (1 an : FF 75, FB 750) ou recevoir un numéro spécimen, prière d'écrire à :

Handelsblatt GmbH
"Euratom Information"
Postfach 1102
D-4 Düsseldorf (Allemagne)

ou à

Office de vente des publications
des Communautés européennes
2, Place de Metz
Luxembourg



Diffuser des connaissances c'est distribuer de la prospérité — j'entends la prospérité collective et non la richesse individuelle — et cette prospérité contribue largement à la disparition du mal qui nous vient de l'âge des ténèbres.

Alfred Nobel

BUREAUX DE VENTE

Tous les rapports Euratom sont vendus dans les bureaux suivants, aux prix indiqués au verso de la première page de couverture (lors de la commande, bien indiquer le numéro EUR et le titre du rapport, qui figurent sur la première page de couverture).

OFFICE CENTRAL DE VENTE DES PUBLICATIONS DES COMMUNAUTES EUROPEENNES

2, place de Metz, Luxembourg (Compte chèque postal N° 191-90)

BELGIQUE — BELGIË

MONITEUR BELGE
40-42, rue de Louvain - Bruxelles
BELGISCH STAATSBAD
Leuvenseweg 40-42, - Brussel

LUXEMBOURG

OFFICE CENTRAL DE VENTE
DES PUBLICATIONS DES
COMMUNAUTES EUROPEENNES
9, rue Goethe - Luxembourg

DEUTSCHLAND

BUNDESANZEIGER
Postfach - Köln 1

NEDERLAND

STAATSDRUKKERIJ
Christoffel Plantijnstraat - Den Haag

FRANCE

SERVICE DE VENTE EN FRANCE
DES PUBLICATIONS DES
COMMUNAUTES EUROPEENNES
26, rue Desaix - Paris 15°

ITALIA

LIBRERIA DELLO STATO
Piazza G. Verdi, 10 - Roma

UNITED KINGDOM

H. M. STATIONERY OFFICE
P. O. Box 569 - London S.E.1

EURATOM — C.I.D.
51-53, rue Belliard
Bruxelles (Belgique)