Zeitschrift: Archives des sciences [1948-1980]
Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève
Band: 10 (1957)
Heft: 6: Colloque Ampère

Artikel: Dosage isotopique de l'eau lourde par résonance nucléaire
Autor: Goldman, Maurice
DOI: https://doi.org/10.5169/seals-738788

Nutzungsbedingungen
Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation
L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use
The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 15.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://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.