

Préparation de sources électrolytiques

et

Technique du "sandwich"

par C. COLAS, A. RYTZ et C. VEYRADIER

Bureau International des Poids et Mesures

A. Introduction

Le dépôt par électrolyse de substances radioactives permet d'obtenir des sources très minces, uniformes et stables, dont la qualité dépasse celle des sources obtenues par tout autre procédé. Cependant, on ne peut pas connaître la masse de solution utilisée, ce qui empêche de déduire de l'activité de ces sources l'activité massique de la solution initiale.

Malgré cet inconvénient, il y a de nombreux exemples où les sources électrolytiques sont utilisées avantageusement: mesure de la correction  $K_E$  dépendant du schéma de désintégration, préparation de sources étalons de laboratoire ou de sources pour comparaisons entre laboratoires (où la stabilité est particulièrement importante).

Les radionucléides suivants ont été utilisés au Bureau International pour préparer des sources électrolytiques:  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{54}\text{Mn}$ ,  $^{63}\text{Ni}$ ,  $^{90}(\text{Sr}+\text{Y})$ .

B. Description de la méthode de préparation de sources électrolytiques

1. Préparation des supports de sources

Les supports doivent avoir une excellente conductibilité électrique. Il est donc recommandé d'utiliser des films dorés sur les deux côtés, préparés suivant l'un ou l'autre des deux procédés suivants:

a) les deux couches d'or se trouvent sur des côtés opposés de la rondelle.

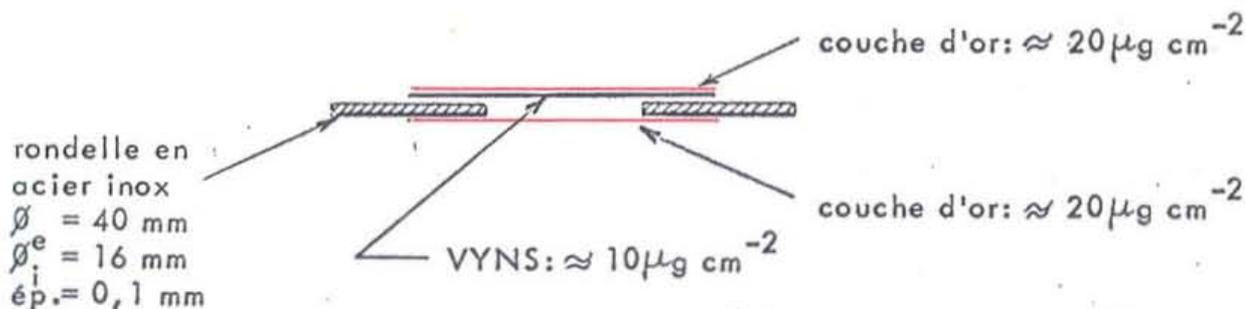


Fig. 1 - Aspect du film

b) les deux couches d'or se trouvent du même côté de la rondelle.



Fig. 2 - Aspect du film

Les 2 couches d'or du film se trouvent du même côté de la rondelle. On dépose tout d'abord à l'aide d'un sandwich un film de VYNS doré sur un côté. Ensuite on dépose la seconde couche d'or.

Le procédé b) est plus compliqué, mais il donne de meilleurs résultats. On prépare d'abord un film de VYNS doré dans une rondelle de 40 mm de diamètre extérieur et 28 mm de diamètre intérieur. Ce film est alors transposé par la technique du "sandwich" (voir C) sur une rondelle de 40 x 16 mm en mettant l'or contre la rondelle. Ensuite, on dore le film une deuxième fois, sur le même côté de cette rondelle.

2. La cellule d'électrolyse a été construite d'après A. Spagnol et al., Report EUR 477.e (1964). Elle est représentée dans la figure 3.

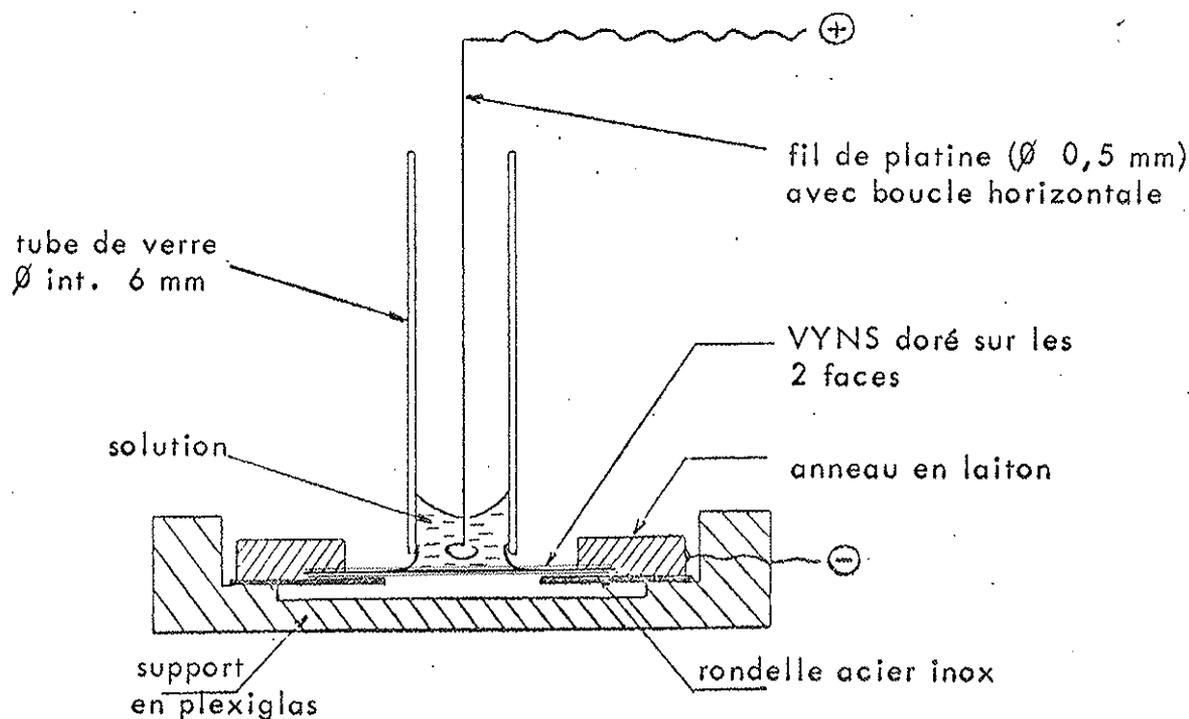


Fig. 3 - Cellule d'électrolyse

### 3. Circuit électrique (voir figure 4)

On utilise une batterie formée de quelques piles de 4,5 V.

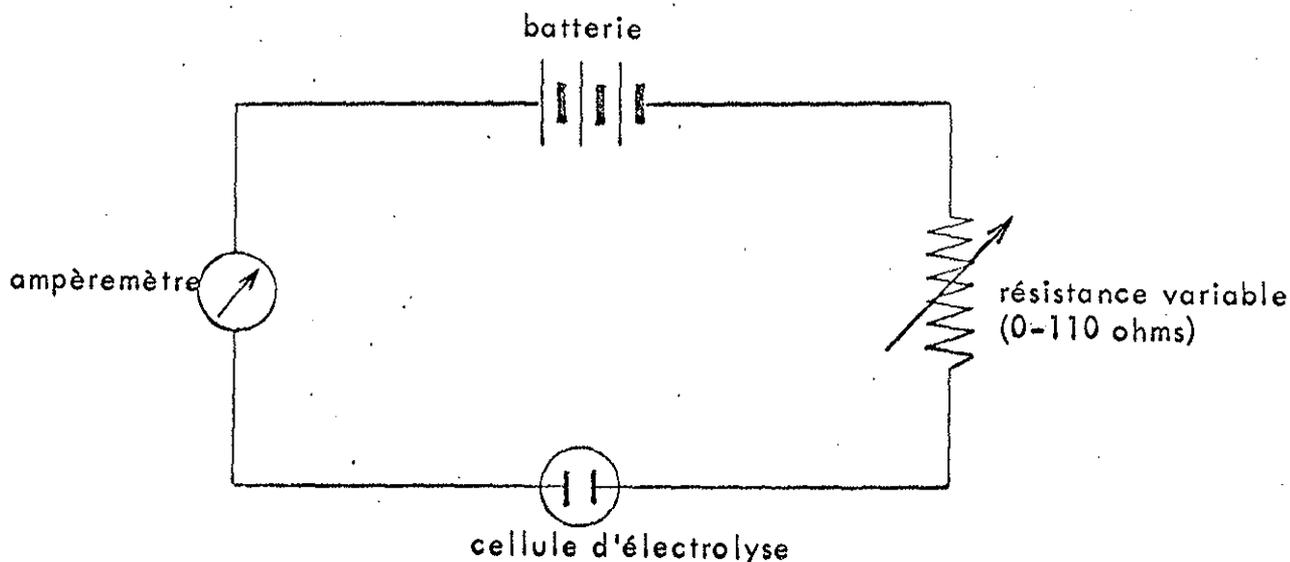


Fig. 4 - Circuit électrique

### 4. Description de la manipulation

La rondelle est placée dans un support en plexiglas et immobilisée par un poids sous forme d'anneau en laiton, relié à la cathode. Le support repose sur une table ajustable en hauteur et qu'on met d'abord dans sa position basse. On fixe le tube de verre avec l'anode en platine à quelques centimètres au-dessus de la rondelle, comme indiqué dans la figure 5, et on dépose, au moyen d'un "pycnomètre" en polyéthylène, environ 50 mg de solution radioactive au milieu du film doré. On ajoute une ou deux gouttes d'une dilution à 10% de  $\text{NH}_4\text{OH}$ . On fait monter la table jusqu'à ce que la goutte touche le bord du tube de verre et s'y introduise, par capillarité, tout en établissant le contact électrique avec l'anode (figure 6). On règle le courant à environ 80 mA et on l'y maintient en ajoutant un peu de  $\text{NH}_4\text{OH}$ . La distance entre le film et la boucle (horizontale) de l'anode est d'environ 2 mm. La durée de l'électrolyse est de quelques secondes à quelques minutes,

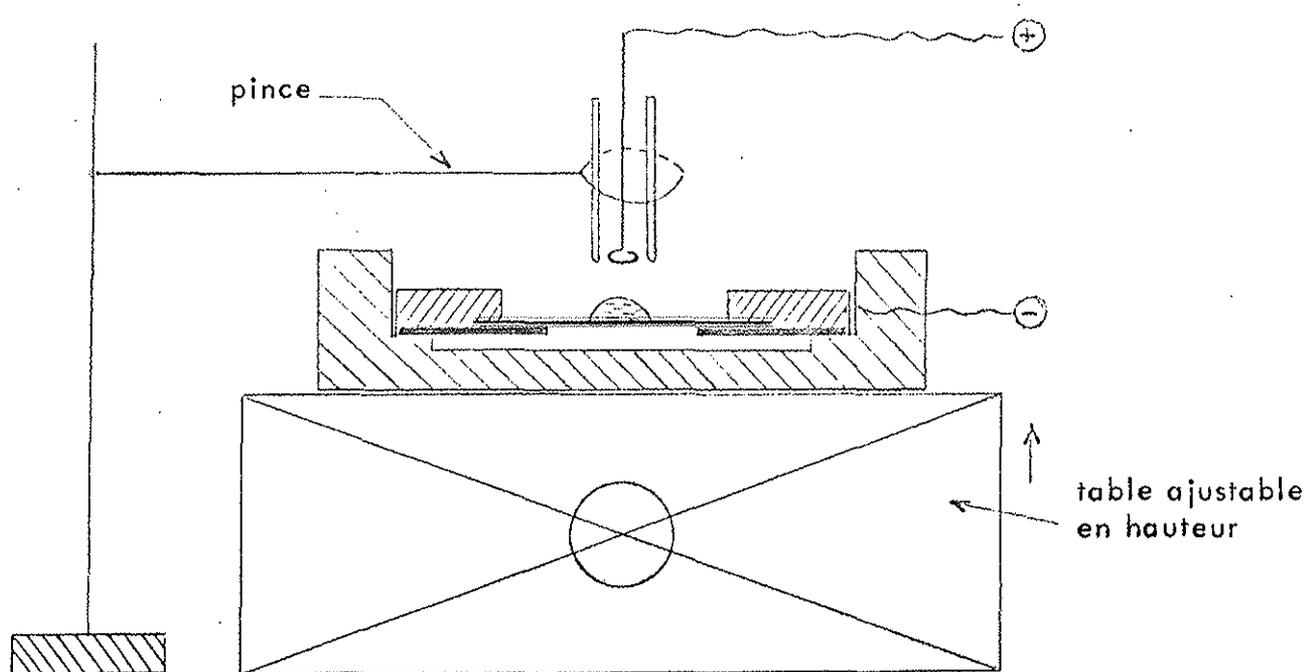


Fig. 5

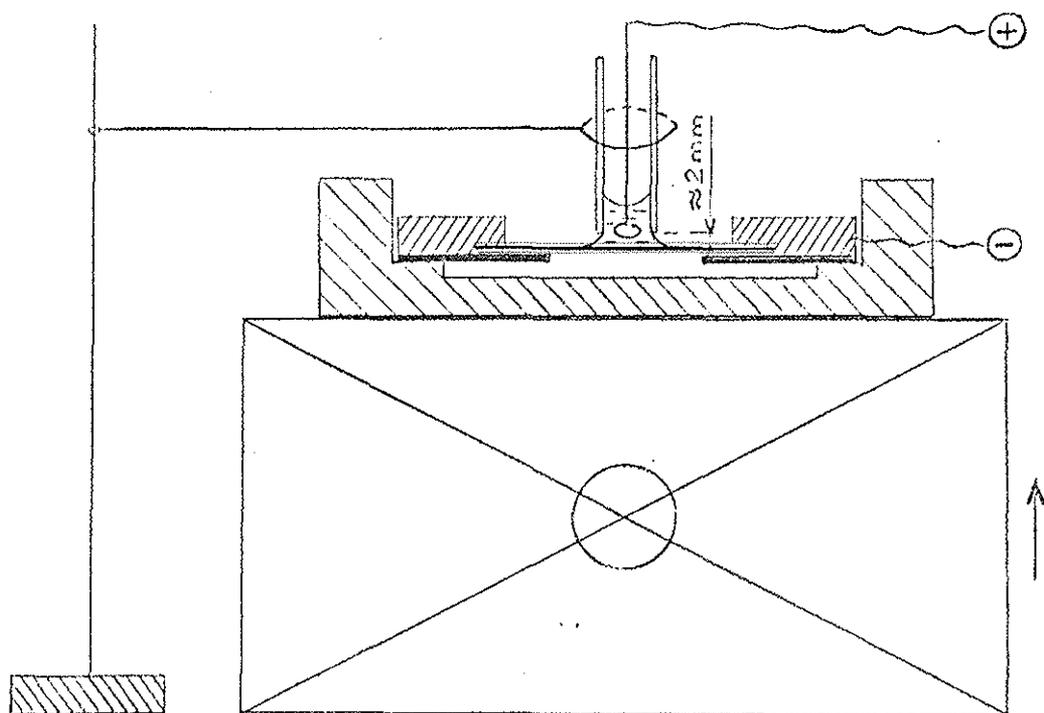


Fig. 6

## Cellule d'électrolyse - Détails

- distance entre extrémité du fil de platine (boucle) et film: env. 2 mm
- après électrolyse, après avoir descendu le support mobile, le circuit étant toujours sous tension, on enlève la solution du film et on rince plusieurs fois à l'eau distillée. On nettoie également le tube de verre.

suivant l'activité massique de la solution et l'activité désirée de la source. En général, il est avantageux d'utiliser des solutions à activité massique élevée. Valeurs typiques pour le  $^{60}\text{Co}$  et le  $^{54}\text{Mn}$ :  $15 \mu\text{Ci g}^{-1}$ ; pour des sources d'activité  $10^3$  à  $10^4 \text{ s}^{-1}$ . Pour arrêter le courant, on abaisse la table. Il faut ensuite rincer la source et l'anode avec de l'eau distillée au moyen d'un "pycnomètre". Après plusieurs rinçages on laisse sécher la source, ce qui ne dure que quelques minutes dans une étuve à  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ ; après quoi elle peut être introduite dans le compteur proportionnel.

### C. Préparation du "sandwich"

La technique du "sandwich" permet d'enfermer une source solide entre deux films métallisés. On l'applique quand on veut rendre la source plus robuste et comme protection contre une contamination des compteurs. Elle est moins utile pour les radionucléides émettant des électrons de faible énergie. Pour le  $^{60}\text{Co}$  la perte en efficacité  $\beta$  n'est que de quelques pourcent. C'est pourquoi nous avons pris l'habitude au Bureau International de mettre en sandwich toutes les sources de  $^{60}\text{Co}$ .

On prépare d'abord des films couvre-source qui sont des films de VYNS dorés sur une face et de grand diamètre (diamètres de la rondelle: 40 et 28 mm). On place un de ces films sur la source qu'on veut mettre en sandwich, la face dorée vers l'extérieur (voir figure 7). En soufflant légèrement sur le sandwich, on arrive à coller ensemble les deux films.

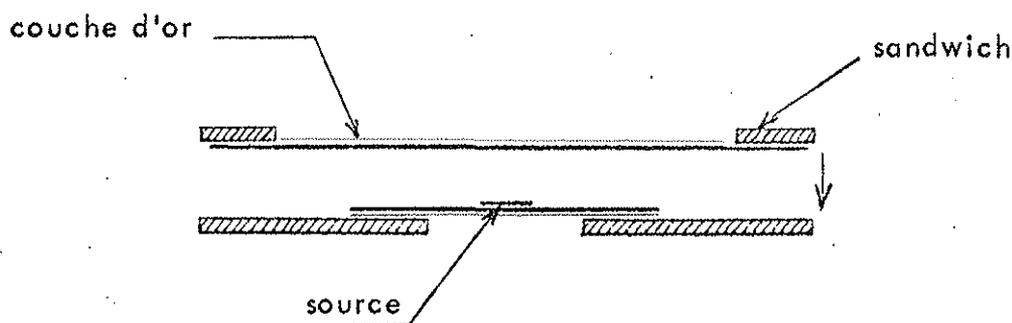


Fig. 7

On passe alors avec un pinceau très fin, imprégné d'alcool éthylique, tout autour du bord du film couvre-source. Après plusieurs passages, le film est découpé et reste collé sur la source (figure 8). Il est très important de ne pas faire couler d'alcool vers l'intérieur des films, car il risquerait, par capillarité, d'atteindre la source, de la dissoudre éventuellement et de contaminer la rondelle, d'où résulterait une perte d'efficacité et même d'activité (en effet, une partie de la substance radioactive ainsi dissoute peut être entraînée par le pinceau lors du découpage du film couvre-source).

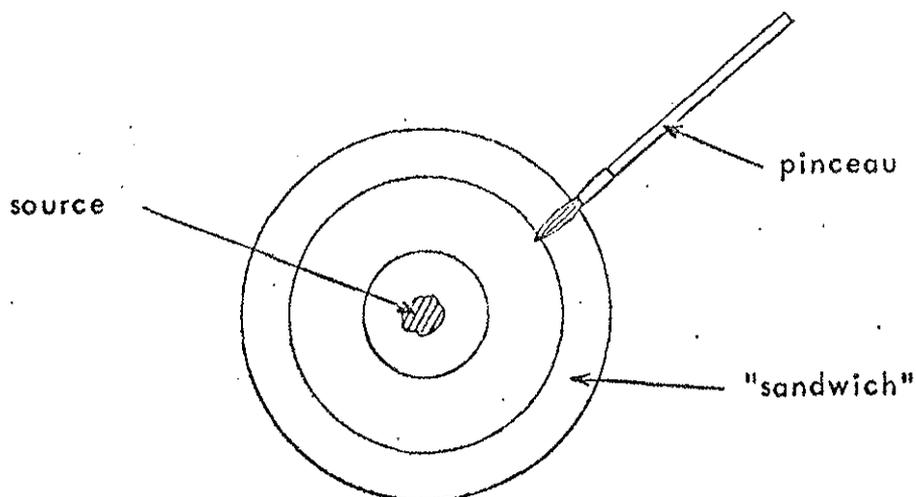


Fig. 8

Il arrive que des bulles d'air restent enfermées entre les deux films. On les fera disparaître en plaçant sur le "sandwich" une coupelle dans laquelle on a mis quelques gouttes d'alcool (figure 9). L'acétone, utilisé par certains laboratoires, est plus efficace mais risque de dissoudre le VYNS qui peut alors se découper au bord de la source proprement dite.

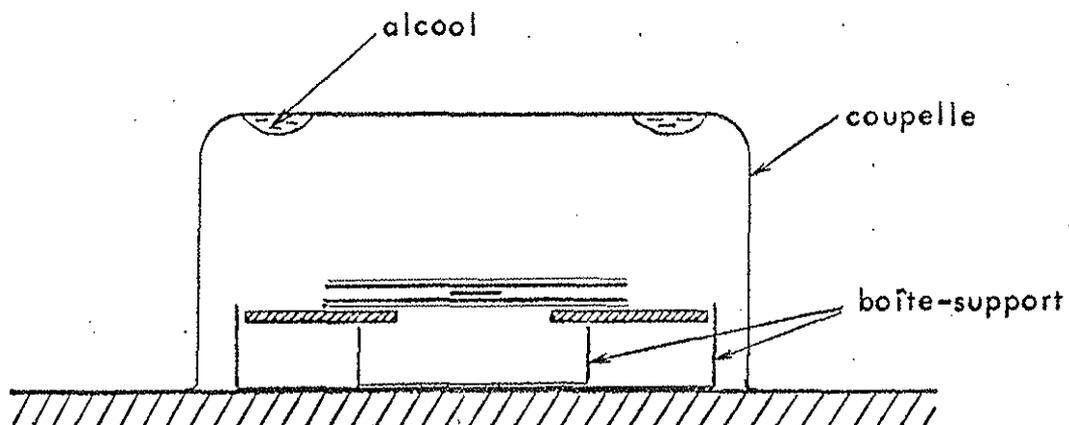


Fig. 9