

BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES

Application d'une balance Mettler du type ME22 à l'étalonnage de radionucléides

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

Rapport BIPM-73/13

Décembre 1973

## TABLE DES MATIERES

	page
Résumé .....	1
A. Introduction .....	1
B. Contrôles d'exactitude et de reproductibilité .....	1
1. Étalonnage .....	1
2. Tare électrique .....	2
3. Dérive des lectures et du point zéro .....	3
C. <u>Utilisation de la balance ME22 pour l'échantillonnage de</u> <u>solutions radioactives</u> .....	3
1. Principe de la mesure (exposé du problème), adaptation du plateau de la balance .....	3
2. Comparaison directe des pesées différentielles effectuées avec les balances ME22 et M5 .....	5
3. Simulation du prélèvement des gouttes .....	6
4. Détermination du taux d'évaporation de l'eau contenue dans un pycnomètre .....	6
5. Simulation de pesées successives d'un pycnomètre avec prélèvement de gouttes et mouvement de transfert ..	6
6. Comparaisons de l'activité massique de solutions radioactives .....	6
7. Détermination de la masse d'une goutte par la méthode d'extrapolation .....	7
D. <u>Influence des charges électriques sur la pesée des pycnomètres</u> .....	10
1. Application de charges électriques sur les pycnomètres et étude de la vitesse de décharge .....	10
2. Efficacité de divers éliminateurs de charges radioactifs ..	13
3. Manipulations habituelles des pycnomètres et effets de charges électriques .....	16
4. Utilisation d'un éliminateur de charges pendant les pesées de gouttes de solution radioactive .....	18
E. Conclusions .....	18
Remerciements .....	20
Références .....	20

## Résumé

On a étudié l'utilisation de la balance ME22 pour la pesée de gouttes de solutions radioactives au moyen de pycnomètres de polyéthylène. Malgré les faibles dimensions de la cage et la limitation du domaine de précision maximale à des différences de charge de 21 mg, les résultats de ces pesées sont très satisfaisants. La comparaison avec les résultats obtenus par la balance M5 n'a révélé aucune différence significative, et l'on peut noter un gain de temps d'environ 30% par rapport à la balance M5. La méthode de pesée des gouttes par extrapolation, bien que moins recommandée pour les balances habituelles, pourrait donner ici des résultats presque aussi bons grâce au faible délai entre le dépôt de la goutte et la première lecture.

Par contre, la pesée d'objets isolants avec la balance ME22 risque d'être faussée par des effets de charge électrique. On a pu démontrer que, dans ce cas, l'utilisation d'un éliminateur radioactif est indispensable.

## A - Introduction

La Société Mettler Instrumente AG à Greifensee (Suisse), par l'intermédiaire de son représentant en France (Sofranie), a mis à la disposition du B.I.P.M. une microbalance électronique du type ME22. Ce rapport décrit les expériences entreprises en vue d'une utilisation éventuelle de ce type de balance pour la détermination des masses de gouttes de solutions radioactives.

Toutes les expériences décrites ci-après ont été effectuées à une température de 20 °C et un taux d'humidité relative de 60%. Le conditionnement d'air était en marche pendant toute la durée des expériences. Les contrôles d'exactitude et de reproductibilité ont été effectués sur deux balances, mais les expériences décrites dans les Sections C et D se réfèrent uniquement à la balance N° 470 121.

## B. Contrôles d'exactitude et de reproductibilité

### 1. Étalonnage

Après avoir "étalonné" et mis à zéro la balance selon le point 4 de la notice d'instructions [1], on a placé sur le plateau une masse de 10 mg récemment étalonnée par le B.I.P.M. On a ensuite choisi le domaine de 10 mg, placé le zéro à 0% ou à - 100% et effectué 10 pesées dans chaque cas. L'étalonnage et la remise

à zéro ont été répétés après chaque pesée. Les résultats moyens et leurs écarts-types sont exprimés en microgrammes. Les premiers représentent la différence entre la lecture et la valeur de l'étalon (cf. tableau 1).

TABLEAU 1

Lecture moins valeur de l'étalon de 10 mg.  
Moyennes et écarts-types (en  $\mu\text{g}$ ).

		Balance N°	
		470 126	470 121
Gamme	- 100% à 0	-3,4 $\pm$ 0,2	+3,3 $\pm$ 0,1
	0 à +100%	-4,0 $\pm$ 0,2	+2,3 $\pm$ 0,1

## 2. Tare électrique

Les masses de 1 à 200 mg du jeu de masses Ni 5 (étalonnées au B.I.P.M. en février 1973) ont été pesées de manière analogue, dix fois chacune. Ces résultats sont représentés dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Pesée de quelques masses de la série Ni 5

Masse nominale (mg)	Domaine (mg)	Gamme (%)	Résultats moyens (lecture moins valeur de l'étalon; en $\mu\text{g}$ )	
			470 126	470 121
1'	10	0 à 100	+1	+2
1	10	"	0	+1
2'	10	"	-4	-2
2	10	"	-3	-2
5	10	"	-1	+2
10	10	"	-4	+2
20'	10	- 100 à 100	-6	+6
20	10	"	-7	+6
50	100	0 à 100	-23	0
100	100	"	-36	+7
200'	100	- 100 à 100	-68	+22
200	100	"	-68	+22

Nous reproduisons ci-dessous les données correspondantes, extraites de la notice d'instructions [1] (p. 11).

#### Balance ME22 et unité de commande BE22

	1 mg	10 mg	100 mg	
Domaine électrique				
Domaine de compensation électrique	-1 ... +1 mg	-10 ... +10 mg	-100 ... +100 mg	
Linéarité $\pm 1 \times 10^{-4}$	$\pm 0,1 \mu\text{g}$	$\pm 1 \mu\text{g}$	$\pm 10 \mu\text{g}$	
Reproductibilité	$\pm 0,5 \mu\text{g}$	$\pm 1 \mu\text{g}$	$\pm 10 \mu\text{g}$	
Précision	$\pm 0,6 \mu\text{g}$	$\pm 2 \mu\text{g}$	$\pm 20 \mu\text{g}$	
Temps de stabilisation	< 10 s	< 5 s	< 5 s	
Domaine de tarage et zéro - électrique, continu	100% du domaine de pesée			
Tarage par le jeu de poids incorporé	2,999 g			
- Echelons de commutation	1 mg	10 mg	100 mg	1 000 mg
Précision du jeu de poids	$\pm 30 \mu\text{g}$	$\pm 30 \mu\text{g}$	$\pm 80 \mu\text{g}$	$\pm 180 \mu\text{g}$

### 3. Dérive des lectures et du point zéro

Après étalonnage et mise à zéro, une masse étalon de 1 mg a été placée sur le plateau. Dix séries de 20 lectures furent prises, une toutes les 30 s, l'étalonnage étant refait après chaque série. Le domaine de mesure était 1 mg. Trois séries de lectures analogues furent prises, à plateau vide, pour le point zéro, et toute l'expérience fut répétée après arrêt du conditionnement d'air. Les résultats moyens sont représentés dans la figure 1. On peut constater que les deux balances étudiées ne se comportent pas de manière tout à fait identiques, mais que les résultats sont compatibles avec une reproductibilité de  $0,5 \mu\text{g}$  spécifiée par le constructeur [1].

## C. Utilisation de la balance ME22 pour l'échantillonnage de solutions radioactives

### 1. Principe de la mesure (exposé du problème); adaptation du plateau de la balance

Pour mesurer l'activité massique d'une solution aqueuse d'un radionucléide, il faut prélever une goutte de solution d'une masse comprise entre 5 et 150 mg et la déposer sur un support approprié. La masse de cette goutte doit être déterminée à  $10^{-3}$  près ou mieux, sans perte de solvant avant et pendant la pesée.

On se sert généralement d'un petit flacon de polyéthylène (pycnomètre) à col effilé et ayant une masse nette d'environ 1 g. On le remplit de quelques grammes de solution et on le pèse avant et après prélèvement de la goutte dont on veut connaître la masse. Cette technique [2] a été étudiée jusque dans ses moindres détails et elle est utilisée par la plupart des laboratoires de métrologie de la radioactivité. Le plus souvent, on se sert d'une balance M5 (ou équivalente) qui est bien adaptée à ce travail. Cependant, il serait souhaitable de pouvoir accélérer les pesées sans perte de précision et diminuer le risque d'erreurs de lecture.

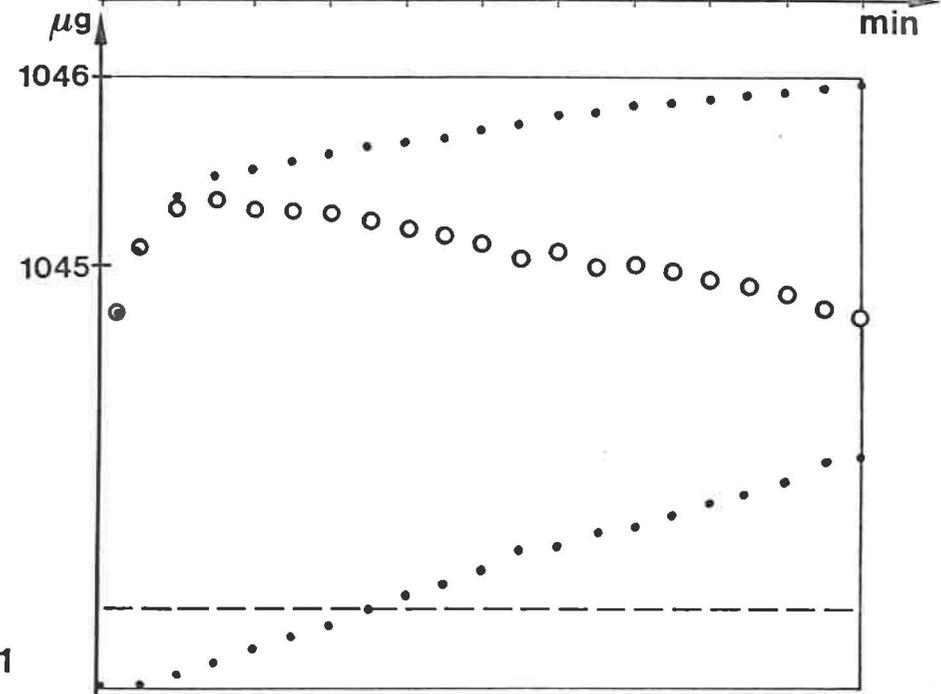
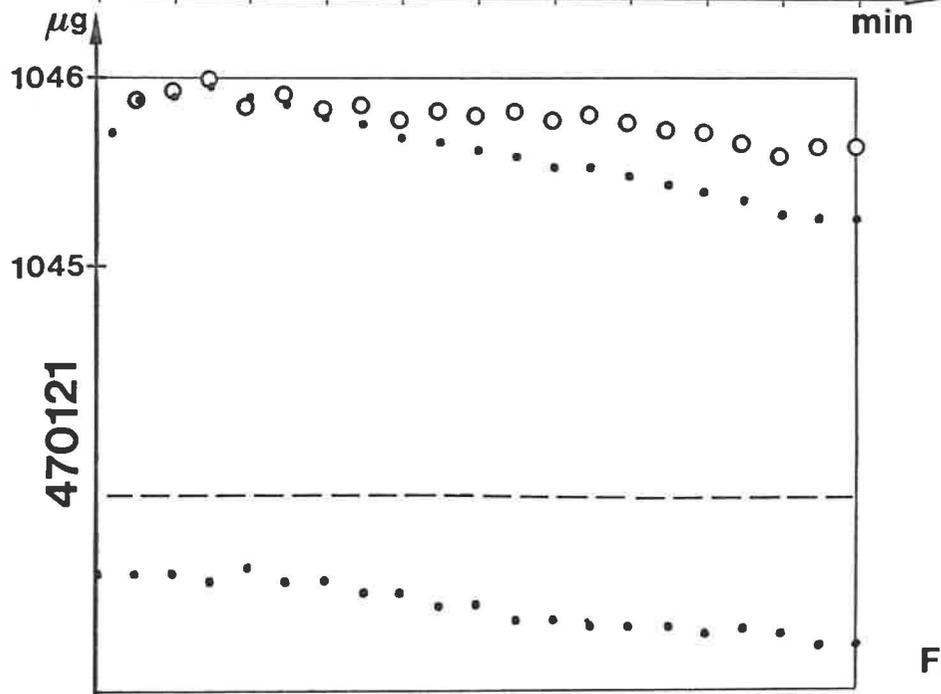
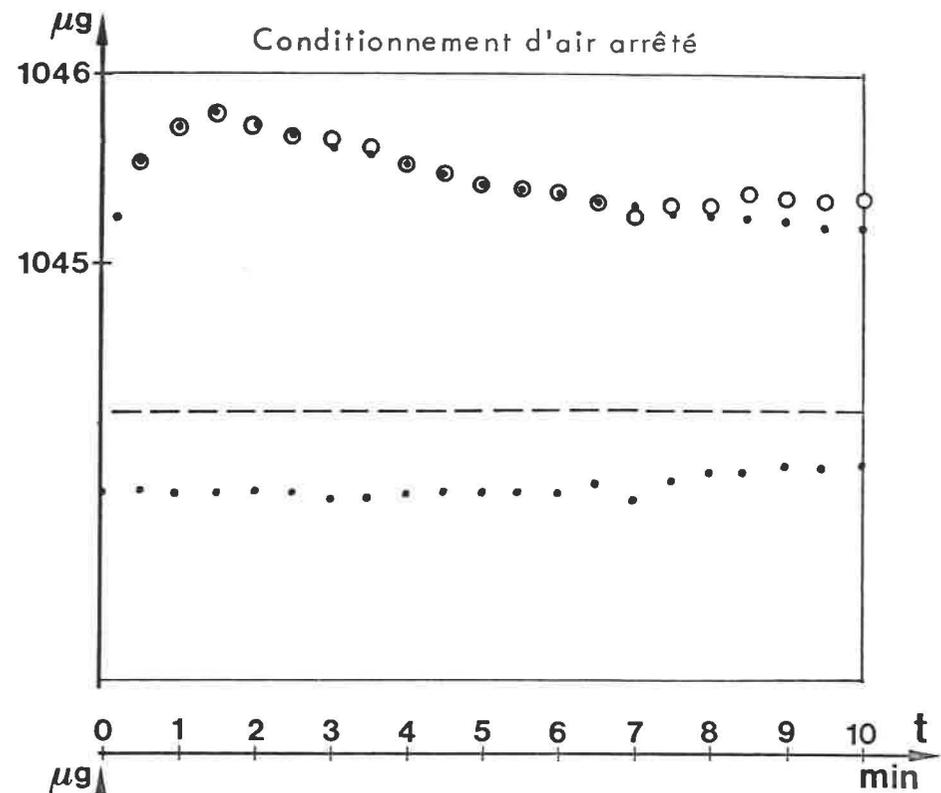
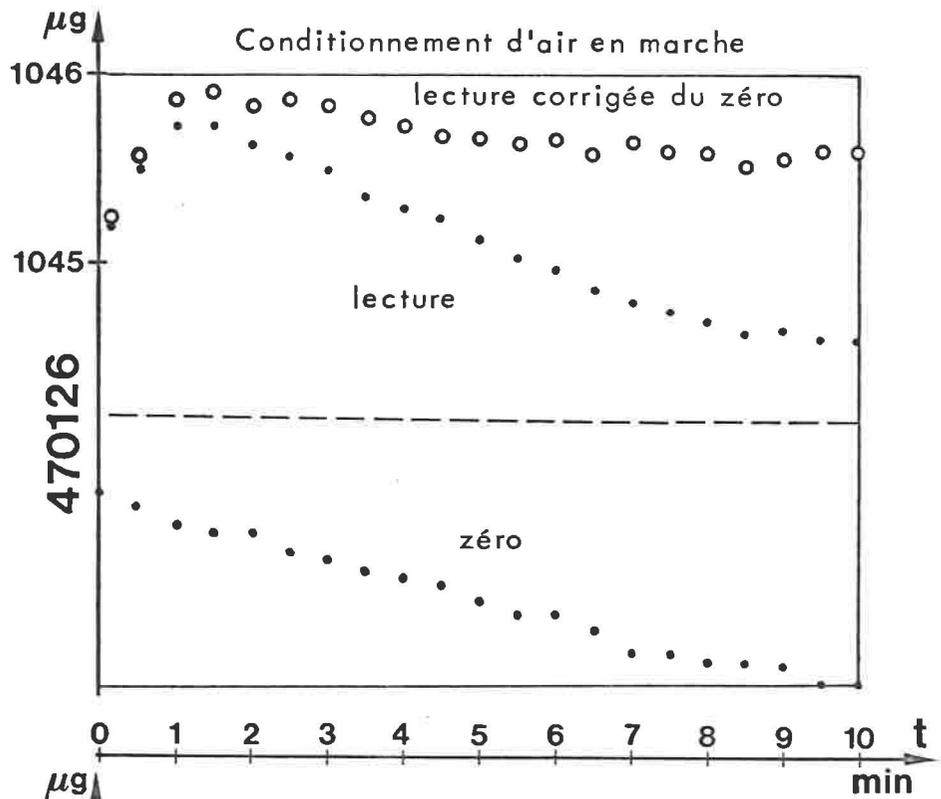


Fig.1

Le pycnomètre, trop grand pour le plateau de cette balance, a pu être suspendu dans une position presque horizontale, au moyen d'un crochet double formé d'un fil d'acier inoxydable ( $d = 0,9 \text{ mm}$ ). Il a été ainsi possible de conserver un col effilé de 4 à 5 cm de longueur (cf. figure 2). Il est important que la solution n'entre pas dans le col pendant les pesées.

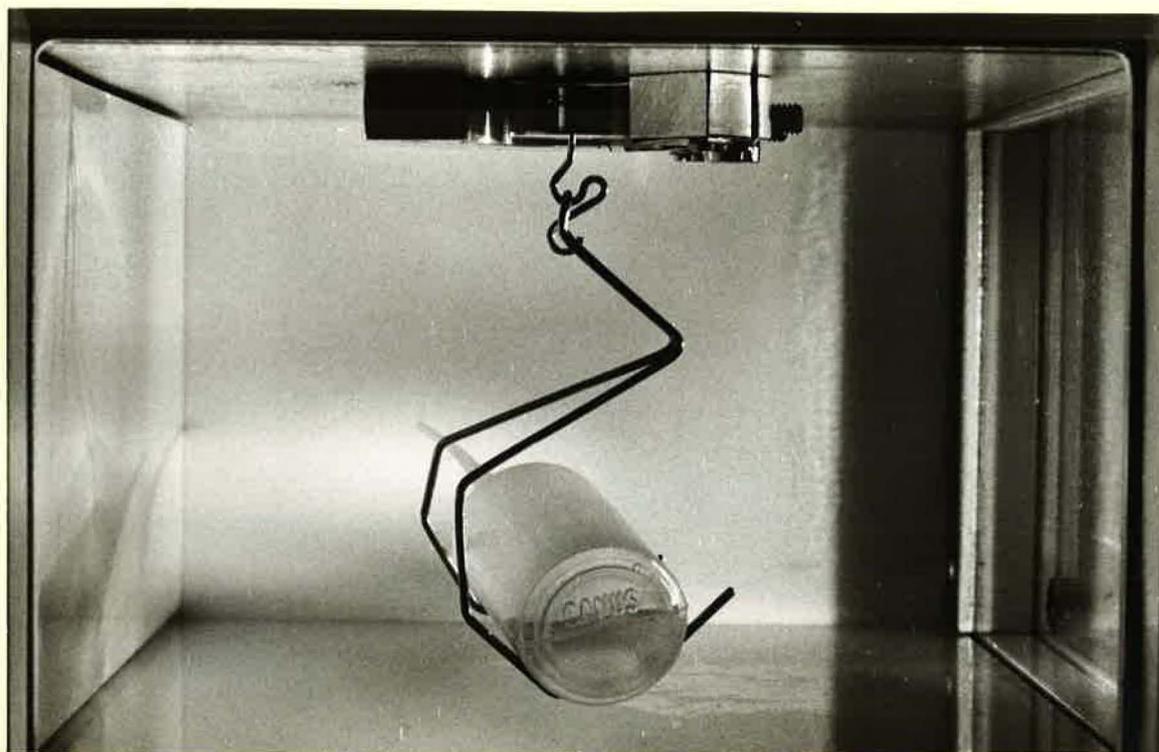


Fig. 2.- Vue de la cage de la balance ME22. Un pycnomètre est suspendu au moyen d'un crochet (892 mg) qui remplace le plateau.

## 2. Comparaison directe des pesées différentielles effectuées avec les balances ME22 et M5

On croyait d'abord que la meilleure méthode pour comparer les résultats obtenus avec les deux balances était la suivante :

- a) Pesée du pycnomètre rempli d'eau distillée - M5;
- b) Pesée du même pycnomètre - ME22;
- c) Prélèvement d'une goutte de masse comprise entre 10 et 21 mg;
- d) Pesées - ME22, puis M5.

Après avoir effectué de cette manière dix manipulations, on a été surpris de constater que les résultats de la balance ME22 étaient toujours plus bas de 50 à 355  $\mu\text{g}$ . Ces différences étant sans doute dues à l'évaporation de l'eau, trois expériences complémentaires ont été effectuées et sont décrites dans les paragraphes C.3 à C.5.

### 3. Simulation du prélèvement des gouttes

Les opérations décrites en C.2 ont été simulées en utilisant des charges de métal, une tare de 2 g et une surcharge de 20 mg, provenant du jeu de masses Ni 5. Les résultats étaient, en microgrammes:

M5	ME22	ME22-M5
20 033	20 022	- 11
20 033	20 023	- 10
20 034	20 023	- 11

La surcharge, en guise de goutte, ayant une masse de 20 017  $\mu\text{g}$ , on constate l'accord des résultats ME22 avec celui indiqué en B.2 et qui se rapporte à cette même masse de 20 mg. En revanche, les résultats M5 sont trop élevés de 16  $\mu\text{g}$ , dont une partie est sans doute due à des effets de gradients de température lors du transfert des masses d'une balance à l'autre.

### 4. Détermination du taux d'évaporation de l'eau contenue dans un pycnomètre

On a observé la masse d'un pycnomètre, tel qu'il est habituellement utilisé, contenant de l'eau distillée et laissé sur le "plateau" de la balance ME22 pendant une heure.

Durant les trois premières minutes, on n'a observé aucun changement. Cela pourrait être dû à un effet thermique compensant la perte par évaporation car, ensuite, la masse diminuait régulièrement à une vitesse de 15  $\mu\text{g h}^{-1}$ , en accord avec des mesures antérieures.

### 5. Simulation de pesées successives d'un pycnomètre avec prélèvements de gouttes et mouvements de transfert

L'expérience décrite en C.2 a été reprise, mais sans prélèvement de gouttes et sans pesée avec la balance M5. Des pertes de masse assez régulières ont pu être constatées après chaque mouvement aller et retour jusqu'à la balance M5 (distance environ 2,5 m). Après avoir simulé neuf pesées en 25 min, les pertes s'élevaient à 188  $\mu\text{g}$ , ce qui montre clairement que la méthode de comparaison directe des deux balances n'est pas valable.

### 6. Comparaisons de l'activité massique de solutions radioactives

Pour contrôler les pesées effectuées avec la balance ME22, nous avons préparé deux séries de dix sources en utilisant deux solutions différentes de  $^{60}\text{Co}$ . Préalablement, des séries semblables avaient été préparées en utilisant les mêmes pycnomètres, mais avec la balance M5. Le temps mis à préparer une source était de 3 à 4 min pour la M5 et de 2 à 3 min pour la ME22.

Les sources furent toutes traitées selon notre technique habituelle et leurs activités mesurées par comptage  $4\pi$   $\beta$ - $\gamma$ . On les a groupées de manière à minimiser l'influence d'une dérive éventuelle des comptages. Les résultats (cf. figures 3 et 4) ne montrent aucune différence systématique entre les deux méthodes de pesée. Il convient de noter que les masses de sources de la figure 3 sont toutes comprises entre 10 et 22 mg; avec la balance ME22, on pouvait donc utiliser le domaine de pesée de 10 mg. En revanche, les sources de la figure 4 étaient toutes supérieures à 21 mg (de 29 à 70 mg); les pesées sur la balance ME22 devaient donc être effectuées en utilisant le domaine de 100 mg et, par conséquent, étaient moins précises.

Certains résultats ont été contrôlés par une seconde mesure. Dans un seul cas (voir figure 4, mesures Q et V), une différence importante a été obtenue dont la cause reste inconnue.

### 7. Détermination de la masse d'une goutte par la méthode d'extrapolation

La méthode d'extrapolation consiste à observer la masse d'une goutte pendant quelques minutes et à extrapoler ces valeurs vers l'instant du dépôt de la goutte. Plus la première lecture se fait rapidement, plus le résultat est exact. Cependant, des différences systématiques de l'ordre de 0,5% par rapport à la méthode du pycnomètre, trouvées dans la comparaison internationale d'une solution de  $^{60}\text{Co}$  en 1963 [3] et confirmées par des expériences ultérieures [4, 5] ont conduit la plupart des laboratoires de métrologie de la radioactivité à abandonner la méthode d'extrapolation.

En effet, les balances du type Mettler M5 ne permettent guère de lecture exacte à moins d'une minute après le déblocage. Pendant ce temps, la vitesse d'évaporation dépend fortement des conditions (température, humidité, conductibilité thermique du support). La masse décroît suivant une ligne qui peut être courbée dans un sens ou dans l'autre. Comme la balance ME22 permet déjà des lectures à partir de 15 s après le dépôt d'une goutte, il semblait intéressant d'observer la diminution de la masse d'une goutte d'eau et de comparer les résultats à ceux obtenus par d'autres auteurs et avec des balances différentes [4, 5].

Une goutte d'eau distillée d'une masse comprise entre 2 et 109 mg fut déposée, soit sur le plateau ordinaire de la balance ME22, soit sur un film de VYNS doré (support habituel pour les sources radioactives). Ce film était suspendu dans le trou circulaire ( $d = 16$  mm) d'un cadre carré ( $18 \times 18$  mm) en acier inoxydable de 0,05 mm d'épaisseur (62 mg). Pour une partie des mesures, ce cadre reposait directement sur le plateau; pour une autre partie, on avait intercalé une feuille de téflon.

Après étalonnage et mise à zéro de la balance, le support fut posé sur le plateau et le tarage ajusté à -100% du domaine de mesure, 10 ou 100 mg. Les gouttes furent déposées sur la face non dorée du film, la balance étant déblocuée. Les lectures commencèrent 15 s après le dépôt et se succédèrent

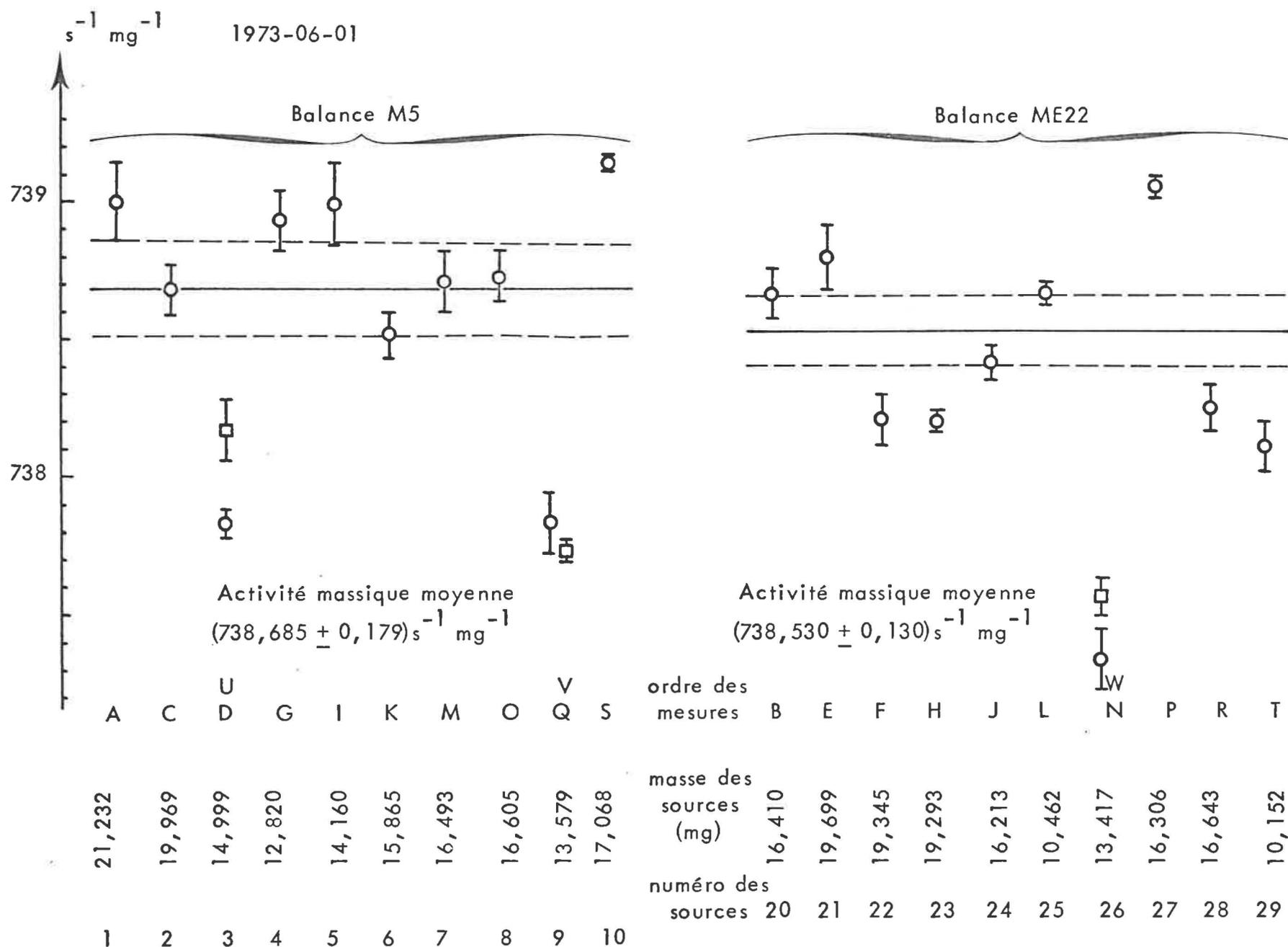


Fig. 3.- Comparaison de l'activité massique d'une solution de <sup>60</sup>Co déterminée avec deux balances différentes.  
Masse des sources ≤ 21 mg.

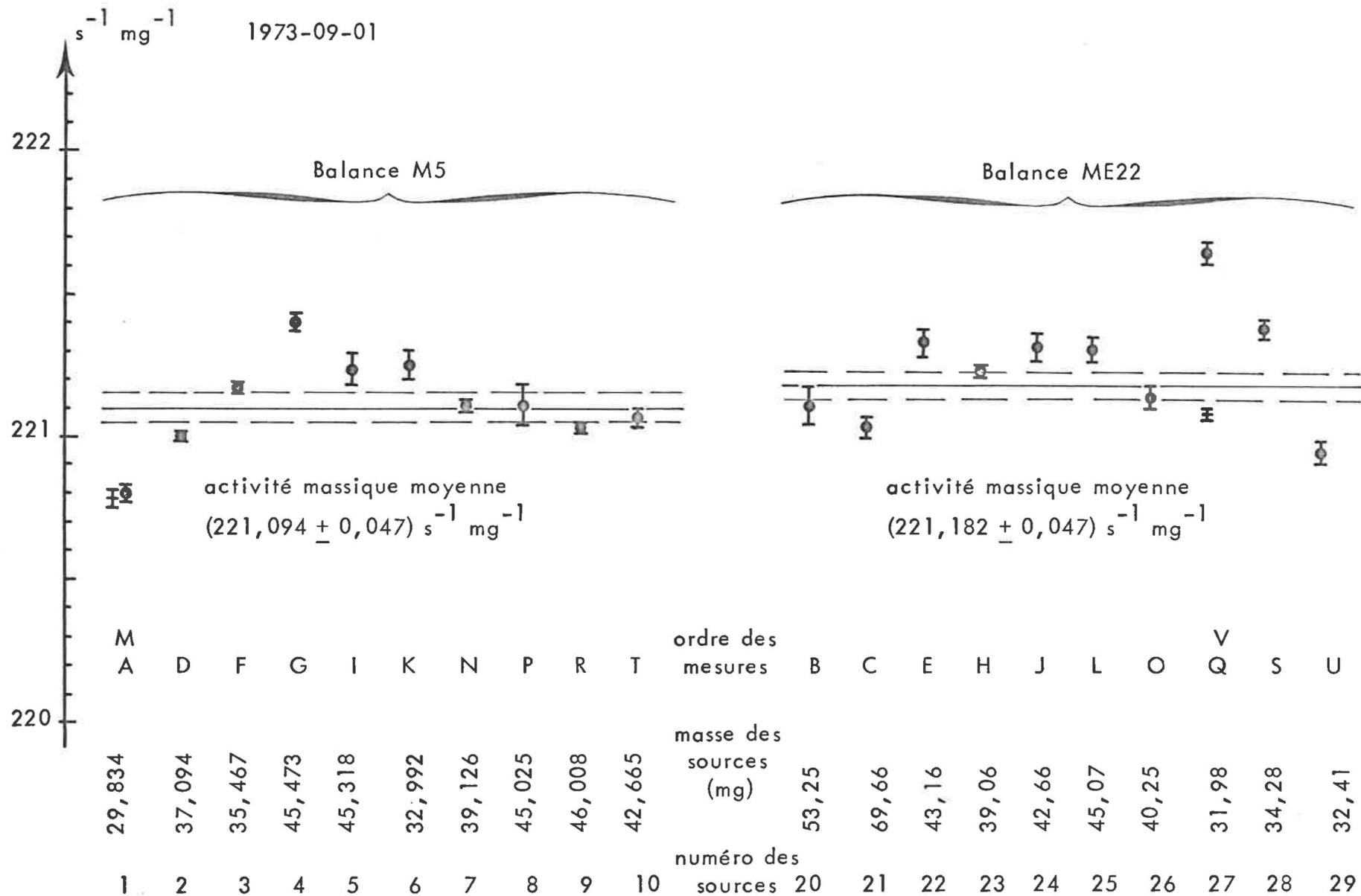


Fig. 4.- Comparaison de l'activité massique d'une solution de  $^{60}\text{Co}$  déterminée avec deux balances différentes. Masse des sources  $> 21 \text{ mg}$ .

à des intervalles réguliers pendant plusieurs minutes. Un exemple est donné dans la figure 5. La vitesse d'évaporation diminue d'abord notablement et s'approche de plus en plus d'une valeur constante indiquant que l'équilibre thermique est atteint. Pour exprimer numériquement ces résultats, nous avons extrapolé linéairement ( $M'_0$ ) les valeurs obtenues entre 60 et 120 s du début et sur une ligne courbée ( $M_0$ ) obtenue visuellement, les valeurs observées entre 15 et 60 s du début. Les valeurs de  $M_0$  et  $\Delta M = M'_0 - M_0$  sont indiquées dans le tableau 3.  $\Delta M$  est l'erreur commise en ignorant ce qui se passe pendant la première minute. Elle est faible quand la goutte est en bon contact thermique avec une masse suffisante. Pour les gouttes déposées sur un film de VYNS doré, la différence  $\Delta M$  atteint un pour mille et elle est toujours négative. Puisqu'on pourrait tenir compte de cette déviation, ces résultats montrent que la balance ME22 permet d'utiliser cette méthode. Cependant, étant donné qu'elle est moins rapide, nous n'avons pas poursuivi ces expériences.

#### D. Influence des charges électriques sur la pesée des pycnomètres

Il est bien connu que la surface des pycnomètres de polyéthylène se charge électriquement quand le pycnomètre est déformé ou entre en contact avec un corps isolant de constante diélectrique différente. Les charges peuvent y rester longtemps à cause de la faible conductivité de ce matériau.

Les manipulations effectuées pour préparer des dilutions et sources radioactives nécessitent des déformations du pycnomètre et des contacts avec d'autres isolants. Il est important de connaître l'ordre de grandeur de ces effets et l'efficacité des éliminateurs de charges.

La balance ME22 est spécialement adaptée à l'étude de l'effet d'électricité statique: d'une part, on peut suivre aisément et presque dès le début la force exercée sur le plateau; d'autre part, ces forces sont particulièrement grandes à cause de la faible distance entre le plateau et la paroi inférieure de la cage.

Nous avons d'abord mis en oeuvre un système pour appliquer des charges électriques sur des pycnomètres dans des conditions initiales reproductibles. Ensuite, nous avons observé la vitesse de décharge successivement en l'absence et en présence de sources radioactives diverses. Finalement, nous avons étudié 5 manipulations courantes dans lesquelles des charges électriques peuvent intervenir et qui mettent en évidence la nécessité d'utiliser des éliminateurs de charges.

##### 1. Application de charges électriques sur les pycnomètres et étude de la vitesse de décharge

Le simple appareil utilisé pour charger les pycnomètres comprenait une alimentation de 5 000 V =, une résistance en série de 3 M $\Omega$  et deux électrodes. Celles-ci étaient munies de bandes d'or afin d'établir un bon contact avec la surface du pycnomètre (cf. figure 6). Quand l'opérateur appuyait le pycnomètre sur les électrodes, le saisissait au col avec une pince et le tournait autour de son axe, celui-ci se chargeait sur deux plages annulaires, distantes d'environ 2 cm.

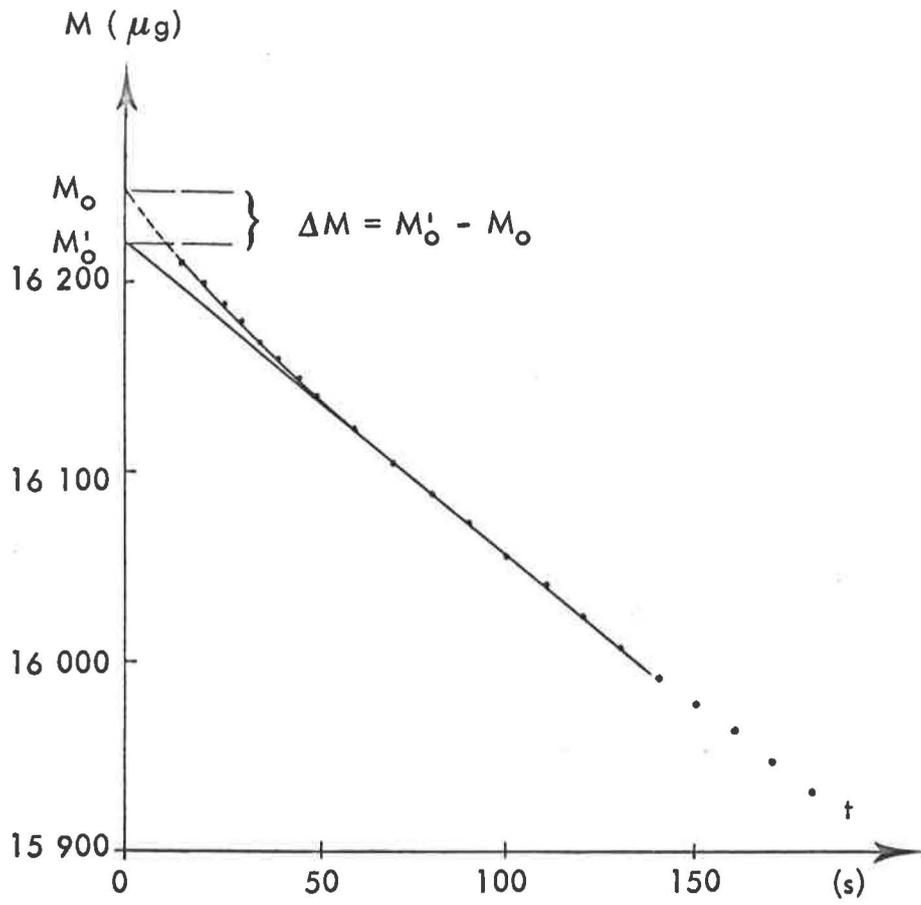


Fig. 5.- Exemple d'une détermination de la masse d'une goutte par la méthode d'extrapolation

TABLEAU 3

Méthode d'extrapolation pour déterminer la masse d'une goutte d'eau (en  $\mu\text{g}$ )

Description	$M_0$	$\Delta M$	$M_0$	$\Delta M$	$M_0$	$\Delta M$
Goutte déposée sur le plateau	7 524	0	7 390	-4	32 830	+7
	8 484	-7	9 495	-6	41 880	+3
	8 973	+5	13 029	-5	51 120	0
	12 540	0	16 066	-2	60 340	-6
	13 738	-6	18 286	-4	70 480	-1
	17 488	-7	20 490	-5	83 590	-22
	17 751	0			91 670	-32
	17 900	-5			110 000	-28
	21 840	-1				
	21 906	-10				
Moyennes		-3,1		-4,3		-9,8
Goutte déposée sur support de VYNS doré ( $\approx 40 \mu\text{g cm}^{-2}$ ) en contact thermique avec le plateau	3 375	-6			27 340	-40
	5 868	-10			34 100	-60
	8 004	-28			43 680	-30
	11 447	-20			56 700	-50
	13 453	-28			68 570	-60
	16 247	-27			83 410	-30
	18 100	-28			92 390	-40
	20 745	-25			109 390	-60
Moyennes		-21,5			-46,2	
Goutte déposée sur support de VYNS doré, isolé du plateau par une feuille de téflon	2 428	-4			29 720	-16
	5 953	-14			39 120	-38
	8 886	-18			52 670	-12
	10 014	-16			59 910	-44
	13 260	-19			64 630	-38
	21 334	-26			67 190	-34
					71 210	-52
					79 270	-34
				95 980	-38	
Moyennes		-16,1			-34,0	

 $M_0$  Masse par "extrapolation curviligne" $M'_0$  " " " linéaire

$$\Delta M = M'_0 - M_0$$

Pour rendre visible la présence des charges, on a approché un pycnomètre chargé d'une coupe de verre contenant de la poudre d'orangé de méthyle (hélianthine) qui s'est déposée sur la surface chargée. L'endroit des charges ainsi marqué est visible sur le pycnomètre de droite de la figure 6. Le pycnomètre de gauche a été chargé en le frottant avec la pince munie de manches de peau de chamois, ce qui produit des charges élevées. Cependant, pour les essais décrits ici, nous avons préféré l'utilisation d'une alimentation haute tension à cause d'une meilleure reproductibilité.

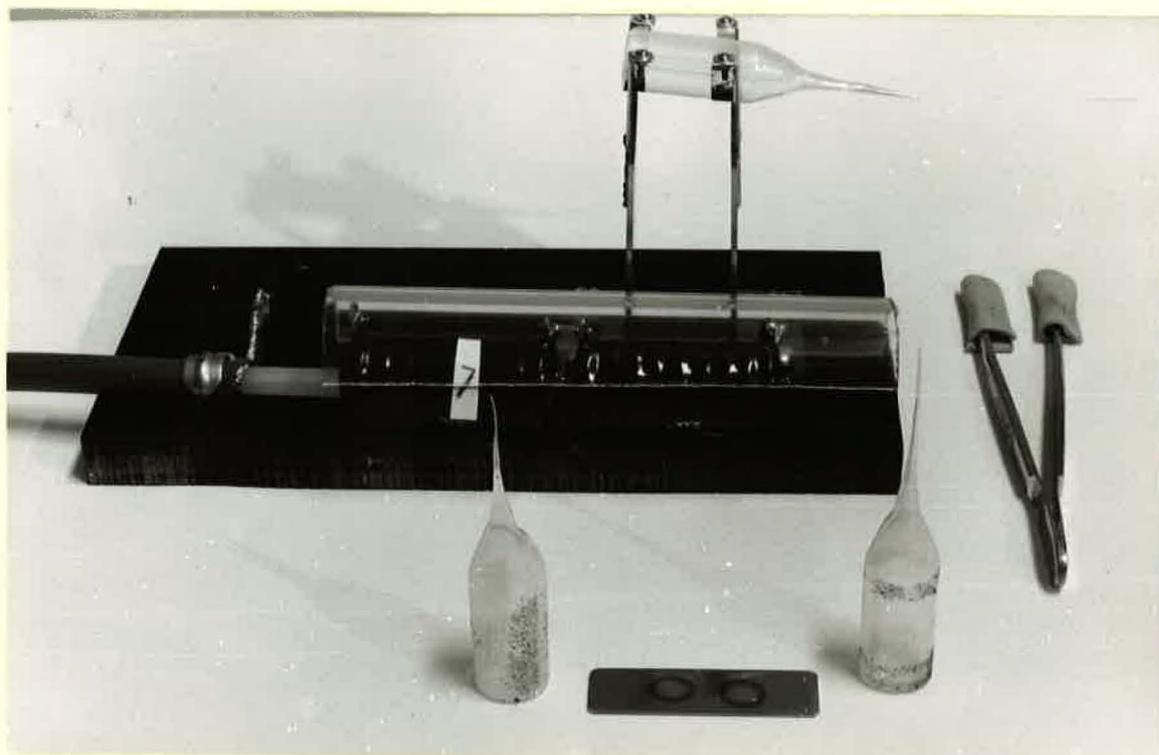


Fig. 6.- Application de charges aux pycnomètres. En haut, un pycnomètre placé sur les électrodes. Au milieu, la résistance de protection (3 M $\Omega$ ). A droite, une pince garnie de peau de chamois. En bas, deux pycnomètres avec marquage des surfaces chargées et l'éliminateur de charges (source de  $^{241}\text{Am}$  sur acier inoxydable).

## 2. Efficacité de divers éliminateurs de charges radioactifs

Nous avons préparé un éliminateur de charges à rayons  $\alpha$  en déposant deux gouttes d'une solution de  $^{241}\text{Am}$  (environ 20  $\mu\text{Ci}$ ) sur un support d'acier inoxydable. Les résidus des gouttes sont visibles dans la figure 6. Après avoir mis à zéro et étalonné la balance ME22 munie du plateau spécial, on a déchargé un pycnomètre en l'exposant à la source, puis on l'a placé sur le plateau. On a choisi le domaine 10 mg et ajusté la tare pour compenser la masse du pycnomètre. Le pycnomètre était ensuite chargé comme décrit plus haut et placé de nouveau sur le plateau de la balance. Après déblocage et amortissement, la première lecture

était faite au bout de 30 s. Des lectures régulières à une minute d'intervalle se suivaient pendant 10 à 15 min. L'effet des charges électriques se manifestait par une surcharge apparente située entre 0,5 et 3 mg. Les détails des expériences effectuées sont indiqués dans le tableau 4.

TABLEAU 4

Détails des expériences avec divers éliminateurs de charges

Pycnomètre		Equivalent de charge initiale (mg)	Éliminateur de charges		Distance (cm)
vide	ouvert	0,89	-	-	-
"	"	0,96	$^{241}\text{Am}$	20 $\mu\text{Ci}$	7
"	"	1,35	"	"	6
"	"	0,64	"	"	5
"	"	0,84	"	"	$\approx$ 4
"	"	2,6	"	"	$\approx$ 3
contenant 5 $\mu\text{Ci}$ de $^{60}\text{Co}$ ( $\approx$ 0,5 g)		1,2	-	-	-
"	"	1,4	$^{60}\text{Co}$ à l'extérieur	1 mCi	$\approx$ 8
"	"	4,6	$^{60}\text{Co}$ à l'intérieur	"	$\approx$ 7

Comme la charge électrique décroît approximativement selon une exponentielle, il est pratique de porter les valeurs observées sur un graphique semi-logarithmique et de normaliser les points de départ à une surcharge apparente de 1 mg. La figure 7 montre ces résultats et fait apparaître très clairement l'effet des éliminateurs de charges. Les radionucléides utilisés étaient le  $^{241}\text{Am}$  (20  $\mu\text{Ci}$ ) et le  $^{60}\text{Co}$  (1 mCi). On constate que les particules  $\alpha$  sont beaucoup plus efficaces que le rayonnement  $\beta$  ou  $\gamma$ , mais il faut qu'elles atteignent le voisinage de la surface du pycnomètre. Il faut donc amener une source de  $^{241}\text{Am}$  à une distance qui ne dépasse pas 4 cm. La source de  $^{60}\text{Co}$  qui se trouvait dans une enveloppe arrêtant la plupart des rayons  $\beta$  n'agissait donc presque exclusivement que par son rayonnement  $\gamma$ . N'ayant pas à notre disposition une source  $\beta$  pure suffisamment forte, nous avons fait quelques essais avec une source découverte de 2 mCi de  $^{60}\text{Co}$ . Les résultats n'étaient pas très différents de ceux obtenus avec la source couverte, mais étaient moins reproductibles.

On a trouvé qu'un pycnomètre contenant 5  $\mu\text{Ci}$  de solution de  $^{60}\text{Co}$  ne se décharge pas plus vite qu'un pycnomètre vide.

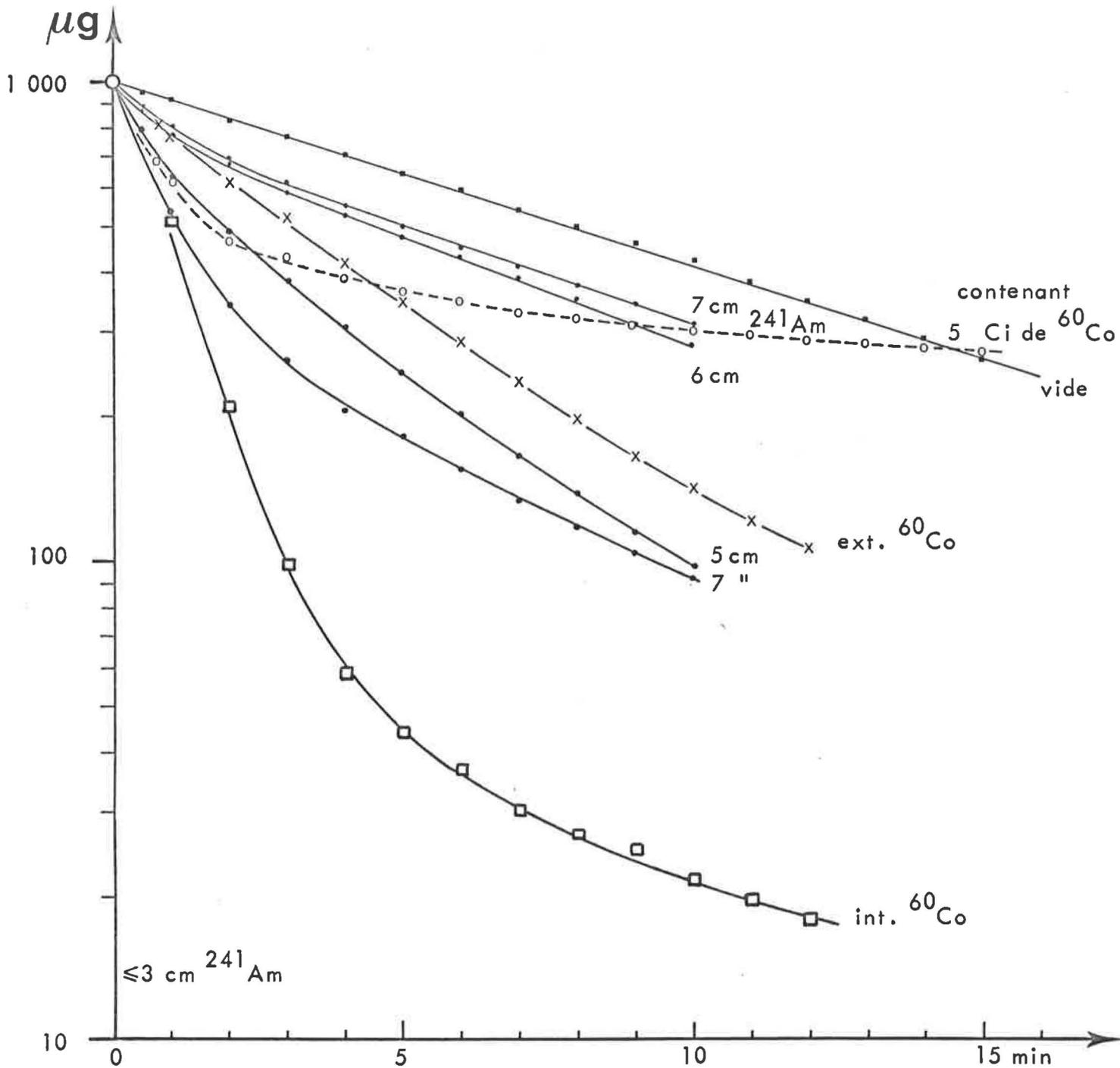


Fig. 7.- Vitesse de décharge d'un pycnomètre

### 3. Manipulations habituelles des pycnomètres et effets de charges électriques

Les manipulations des pycnomètres lors de la préparation de dilutions et de sources radioactives peuvent influencer les pesées par un effet thermique (différence de température et d'humidité) et par un effet de charges électriques.

Les manipulations considérées ici conduisent toujours à une température plus élevée. Le pycnomètre se refroidit ensuite dans la balance et augmente sa masse en adsorbant de l'humidité. Des précautions spéciales (mains gantées, pinces) peuvent diminuer l'effet thermique. En revanche, l'effet électrique équivaut à une diminution de la masse apparente. Il peut être éliminé complètement en plaçant près du plateau une source radioactive émettant des particules  $\alpha$ .

La figure 8 résume les résultats d'une série de 20 expériences et fait apparaître ces deux effets. L'entrée horizontale de cette figure décrit les cinq opérations qui simulaient les manipulations effectuées habituellement. L'entrée verticale décrit les quatre conditions différentes sous lesquelles ces manipulations étaient effectuées. On a également indiqué si la main tenant le pycnomètre était gantée (latex ou coton) et si la pince était garnie de peau de chamois. Malgré le caractère qualitatif, et pas toujours reproductible de ces expériences, on en déduit aisément l'influence des différentes conditions expérimentales. Ces résultats peuvent être interprétés comme suit:

- A est une manipulation peu réaliste et provoque un effet thermique considérable. En revanche, l'effet de charge semble négligeable.
- B L'essuyage avec du papier Sopalin produit de fortes charges, surtout dans B1 où la pince est garnie de peau de chamois. L'effet thermique s'y superpose.
- C L'effet thermique est faible. Dans C1 on remarque l'effet de charges électriques dues à la peau de chamois.
- D ressemble fortement à B. Le gant de coton ne semble pas donner de résultats très différents.
- E L'effet thermique est absent, mais les charges provoquées par la déformation du pycnomètre sont importantes et peuvent être cumulatives. E1 montre que l'utilisation d'une peau de chamois sur la pince n'est pas recommandée.

Il faut remarquer que, normalement, les opérations B et D s'effectuent dans un laps de temps beaucoup plus long. Il est bien connu qu'il faut attendre au moins quelques heures avant de peser un pycnomètre qu'on vient de remplir.

Cette figure fait ressortir très nettement la nécessité de placer dans la cage de la balance ME22 un éliminateur de charges si des objets en matière isolante doivent être pesés. Dans le cas des expériences B2 et D2, on pourrait avoir des doutes concernant la reproductibilité. Toutefois, des mesures prolongées (jusqu'à 30 heures) ont montré que la décharge est exponentielle jusqu'à la disparition complète des charges,

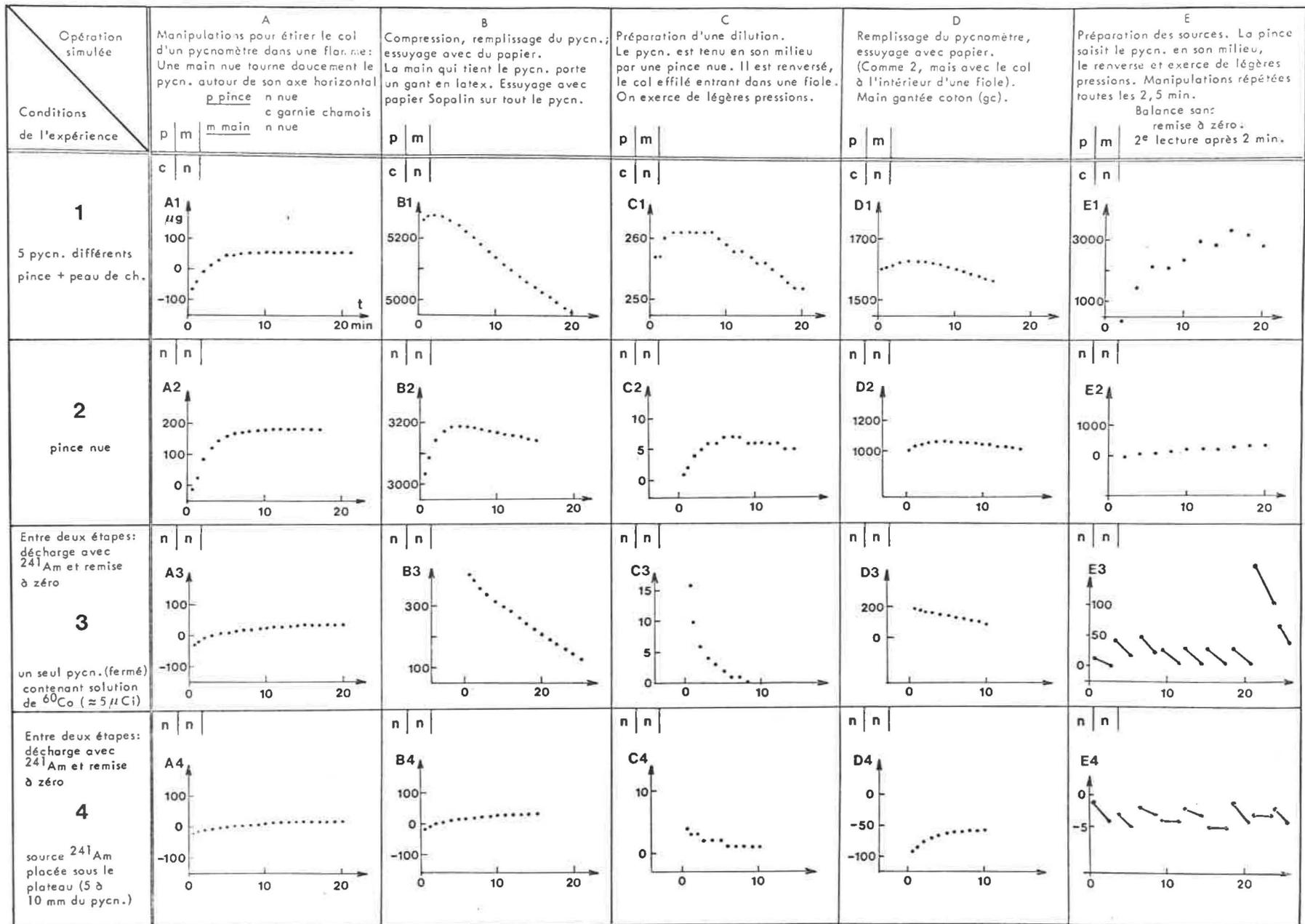


Figure 8

Finalement, nous avons fait quelques essais avec une balance M5 afin d'observer des effets dûs à des charges électriques. On a pu confirmer les résultats antérieurs indiquant que ces effets sont le plus souvent négligeables,

#### 4. Utilisation d'un éliminateur de charges pendant les pesées de gouttes de solution radioactive

Les mesures décrites en C.6 et illustrées dans les figures 3 et 4 ont été effectuées sans utilisation d'éliminateur de charges. Cependant, les effets parfois considérables des charges créées au cours des manipulations des pycnomètres appellent à la prudence. Pour mettre en évidence l'utilité d'un éliminateur de charges, on a effectué l'expérience suivante.

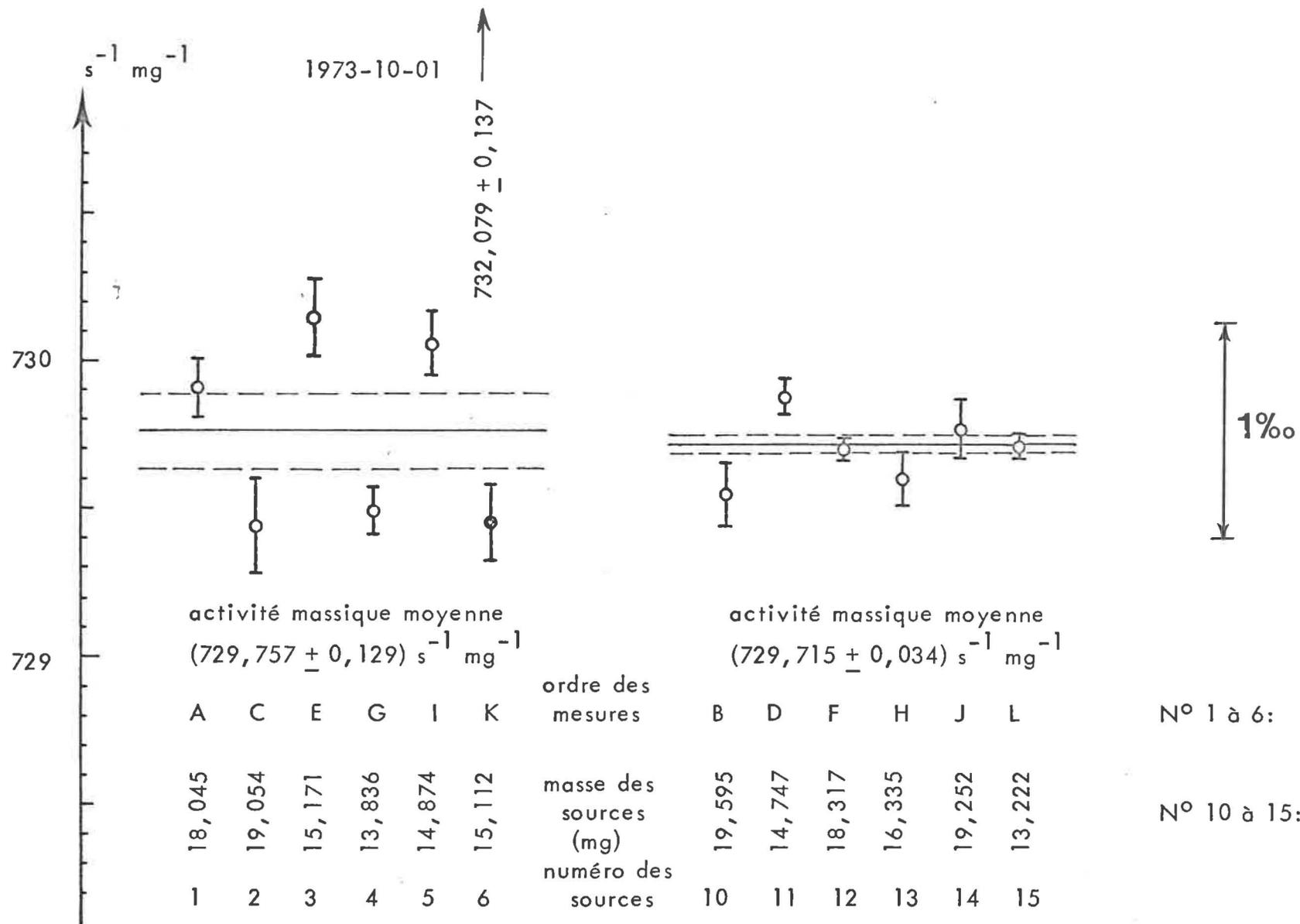
Un pycnomètre rempli de solution de  $^{60}\text{Co}$  a été utilisé pour préparer deux séries de 6 sources. Toutes les pesées se faisaient avec la balance ME22, mais sans éliminateur de charges pour la première série. Avant d'entamer la seconde série, une source de 20  $\mu\text{Ci}$  de  $^{241}\text{Am}$  fut placée sous le plateau de la balance. Les sources furent traitées et comptées comme décrit en C.6 et les résultats sont représentés dans la figure 9. Les activités massiques moyennes sont pratiquement identiques, mais la dispersion a été réduite, ce qui prouve l'efficacité de l'éliminateur. En outre, en pesant la dernière source de la première série, le pycnomètre fut déformé intentionnellement un peu plus que d'habitude. Comme on pouvait s'attendre à un résultat aberrant, confirmé par la mesure d'activité, on a eu soin de refaire la seconde pesée du pycnomètre, mais en présence de la source de  $^{241}\text{Am}$ . C'est ce résultat qui est indiqué et inclus dans la moyenne.

#### E. Conclusions

Nos résultats sont en général compatibles avec les spécifications de la notice d'instructions [1] de la balance ME22. Cependant, nous trouvons que la durée nécessaire du temps de stabilisation est considérablement plus longue que la valeur indiquée.

Pour peser des pycnomètres il faut remplacer le plateau de la balance ME22 par un crochet spécial. Les manipulations sont alors suffisamment simples et s'enchaînent sans difficulté. On arrive ainsi à peser une série de sources en 70% du temps exigé par une balance du type M5.

Le seul inconvénient réel de la balance ME22 nous semble être les dimensions trop faibles de la cage, car elles impliquent le changement du plateau et l'utilisation d'un éliminateur de charges. En outre, on ne pourrait garder des pycnomètres dans la cage, avant les pesées, afin qu'ils prennent la température de la balance.



N° 1 à 6: sans source de  $^{241}\text{Am}$   
sous le plateau  
de la balance

N° 10 à 15: avec source de  $^{241}\text{Am}$   
sous le plateau  
de la balance

Fig. 9

Pour profiter de la plus grande précision relative, l'opérateur doit prélever du pycnomètre des gouttes qui ne dépassent pas 21 mg. Cette limitation ne présente pas de difficulté particulière, mais demande une attention accrue et peut être gênante dans le cas de solutions peu concentrées. Cependant, nos expériences ont montré que la précision obtenue dans le domaine de 20 à 100 mg est suffisante.

La méthode des pesées différentielles en série, où la lecture après prélèvement d'une goutte est en même temps la lecture avant prélèvement de la goutte suivante, ne peut être utilisée avec la balance ME22. Toutefois, les avantages de cette méthode - diminution du risque d'erreurs de lecture, compensation de certaines erreurs aléatoires - si importants pour le travail avec une balance M5, semblent avoir moins d'importance pour le type ME22.

### Remerciements

Nous tenons à remercier sincèrement l'entreprise Mettler Instrumente AG de nous avoir proposé d'utiliser une balance du type ME22. Nous sommes également très reconnaissants à la Société Sofranie qui n'a pas hésité à nous venir en aide et qui a tout fait pour que nous puissions terminer ces expériences.

### Références

- [1] Instructions Mettler ME22, 2.451.13 - Mettler Instrumente AG, CH-8606 Greifensee - Zürich, Suisse.
- [2] Campion (P.J.), Procedures for accurately diluting and dispensing radioactive solutions (en préparation).
- [3] Rytz (A.), Rapport sur la comparaison internationale de la méthode  $4\pi\beta(\text{CP})-\gamma$  au moyen du cobalt-60 (Mars-Avril 1963); C.C.E.M.R.I. 5<sup>e</sup> session, 1964, Annexe 4, pp. 67-102 (1965).
- [4] van der Eijk (W.) and Moret (H.), The precise determination of dropweights, Symposium "Standardization of Radionuclides", A.I.E.A., Vienne, pp. 529-535 (1967).
- [5] Campion (P.J.), Dale (J.W.G.) and Williams (A.), A study of weighing techniques used in radionuclide standardization, Nucl. Instr. and Meth. 31, pp. 253-261 (1964).