

FR 7901694

128

UTILISATION DES ACCELERATEURS EN ANALYSE  
PAR ACTIVATION, NOTAMMENT POUR LA CARAC-  
TERISATION DES MATERIAUX PURS \*

-----

Ch. ENGELMANN

Meeting on Nuclear Analytical Procedures,  
Dresden, RDA, March 19 - 23, 1979.  
CEA - CONF 4583

## RESUME

Les principaux moyens d'activation, leurs performances potentielles respectives et leurs domaines d'applications privilégiés, sont sommairement rappelés.

Les possibilités offertes par les particules chargées et les photons gamma en ce qui concerne la détermination des éléments légers ou le dosage d'autres impuretés, dans des matériaux purs, sont passées en revue.

Des exemples, relatifs à l'évaluation des teneurs en bore, en carbone, en azote, en oxygène ou en fluor dans des métaux ( Na, Al, Ti, Ni, Cu, Zr, Mo, Ta, W, Pb, ... ), des alliages ( PbCuTe, PbSnCd ) , et des semiconducteurs ( Si, AsGa, InP, ... ), sont présentés. Pour certains de ces produits, les résultats obtenus par les méthodes nucléaires sont confrontés aux valeurs fournies par d'autres techniques analytiques. La supériorité des premières, dès lors que les niveaux de concentration de ces impuretés sont inférieurs à  $1 \mu\text{g.g}^{-1}$ , apparait nettement.

UTILISATION DES ACCELERATEURS EN ANALYSE PAR ACTIVATION, NOTAMMENT  
POUR LA CARACTERISATION DES MATERIAUX PURS

Ch. ENGELMANN

Département de Recherche et Analyse - Service d'Analyse et d'Etudes  
en Chimie Nucléaire et Isotopique - Laboratoire d'Analyse par  
Réactions Nucléaires  
CEN/SACLAY, B.P. n° 2, 91190 GIF-sur-YVETTE  
FRANCE

INTRODUCTION

Le domaine d'application privilégié des particules chargées et des photons gamma produits à l'aide d'accélérateurs se rapporte évidemment aux déterminations des éléments légers, notamment à l'état de traces infimes, dans les matériaux ultra-purs (métaux, semiconducteurs, ...). Dans ce cas précis, ces moyens d'activation offrent en effet des possibilités uniques, voire exceptionnelles.

Cependant, depuis quelques années, ils sont également mis en oeuvre, de plus en plus, pour doser d'autres éléments que les précédents ou pour réaliser des analyses multiélémentaires par des voies purement instrumentales. Le plus souvent, ils s'avèrent d'ailleurs complémentaires des neutrons en autorisant des exarènes manifestement plus simples, plus rapides, parfois plus sûrs ou plus performants que ces derniers, a fortiori que l'ensemble des procédés analytiques conventionnels. Certes, en général, comme le rappellent les valeurs rassemblées dans le tableau I ci-dessous, les limites de détection réalisables sont moins intéressantes qu'avec les neutrons thermiques, vu l'importance des sections efficaces des réactions nucléaires induites par ceux-ci et les flux disponibles dans les réacteurs. Néanmoins, la souplesse d'emploi des accélérateurs, le fait de pouvoir choisir éventuellement la nature des projectiles incidents parmi plusieurs particules différentes, et plus encore, leur énergie, présentent sans aucun doute de substantiels avantages par rapport aux sources neutroniques.

COMPARAISON DES PERFORMANCES AUTORISEES PAR LES PARTICULES CHARGÉES, LES  
PHOTONS GAMMA, LES NEUTRONS THERMIQUES OU RAPIDES

Les limites de détection normalement réalisables avec ces moyens d'activation ainsi que leurs domaines d'applications usuels sont consignés dans le tableau I.

Il est notoire que les particules chargées sont plus performantes que les photons gamma. Toutefois, ces derniers se distinguent par les avantages suivants:

- l'activation étant à peu près uniforme, d'une part il est possible d'analyser des échantillons volumineux d'une manière globale, d'autre part aucune hypothèse n'est à formuler quant à l'homogénéité de ces derniers;
- par un choix approprié de l'énergie maximale du faisceau, les interférences d'origine nucléaire sont éliminables, notamment en ce qui concerne la détermination du carbone, de l'azote, de l'oxygène et du fluor;
- les matériaux sensibles aux effets thermiques peuvent être efficacement refroidis pendant l'irradiation, par un courant d'eau ou tout autre fluide cryogénique;
- les étalonnages sont simples et directs, en particulier il n'est pas nécessaire d'élaborer des échantillons de référence de composition chimique identique au milieu analysé;
- l'état superficiel, voire la forme géométrique des prises d'essai important peu, ils sont beaucoup moins critiques qu'en activation aux particules chargées;
- la dissipation de l'énergie du faisceau incident est moins localisée, d'où l'absence d'effets secondaires (amorphisation, fusion, migration, etc...).

En revanche, vu la faible pénétration des particules chargées dans les milieux matériels, celles-ci conviennent spécialement aux analyses de couches minces; la profondeur concernée par l'activation, fortement dépendante de l'énergie des projectiles incidents, étant ajustable d'une manière relativement précise.

ANALYSE PAR ACTIVATION AU MOYEN DE PARTICULES CHARGÉES

Les générateurs les plus utilisés sont, les cyclotrons, et les accélérateurs VAN DE GRAAFF ( simple étage et tandem ). Les premiers permettent d'atteindre des énergies très élevées, tandis que les appareils du type VAN DE GRAAFF fournissent de faisceaux remarquablement stables et reproductibles, caractérisés par une excellente définition en énergie; de sorte qu'ils s'avèrent particulièrement intéressants, notamment quant aux précisions des analyses. En outre, ils sont plus souples d'emploi, et en général, leur coût d'exploitation est sensiblement moindre; d'où une préférence marquée pour ce type d'accélérateur dès lors qu'il s'agit d'effectuer des mesures fines et sûres. Evidemment, les appareils tandem, vu les énergies obtenues, sont plus conformes aux exigences des méthodes présentement considérées.

#### Déterminations d'éléments légers

Presque tous les éléments, de l'hydrogène au soufre, voire au-delà, sont dosables. Les tableaux II et III renferment des exemples récents concernant, d'une part les performances autorisées par des réactions nucléaires souvent mises en oeuvre, d'autre part les teneurs observées dans des matériaux purs.

La possibilité d'entreprendre certaines de ces analyses par des voies purement instrumentales s'avère manifestement fort appréciable.

Quant aux dosages d'éléments légers à la surface des solides, quelques réactions nucléaires utilisables et les limites de détection correspondantes sont consignées dans le tableau IV.

Outre les exemples d'applications indiqués dans les tableaux II et III, les particules chargées ont évidemment été employées récemment pour effectuer de nombreuses autres analyses de matériaux purs, parmi lesquelles figurent, le dosage du lithium dans des semiconducteurs; par voie instrumentale /39/, la détermination de l'azote dans du zirconium /40/ et du soufre dans l'aluminium ou le fer /41/.

#### Analyses multiélémentaires par voie instrumentale

Les particules chargées (p,d,T,<sup>3</sup>He,<sup>4</sup>He,...) sont évidemment utilisables pour déterminer de façon spécifique et sensible de nombreux autres éléments que les précédents. Cependant, c'est dans le domaine des analyses multiélémentaires instrumentales qu'elles s'avèrent particulièrement prometteuses; notamment en ce qui concerne l'examen de matériaux présentant de fortes sections efficaces de capture neutronique ( Li, B, Eu, Dy,...) ou subissant des activations très importantes et durables (Co,Ag,Ta,W, Ir,Au,...) par irradiation aux neutrons thermiques.

Le tableau V contient, à titre indicatif, quelques éléments aisément dosables par activation aux protons, aux tritons ou aux hélions-3, ainsi que les limites de détection réalisables en l'absence d'interférences.

Des exemples concrets d'applications relatifs à des analyses multiélémentaires purement instrumentales - par spectrométrie  $\gamma$  au moyen de détecteurs Ge(Li) - de matériaux purs activés préalablement avec des protons, sont consignés dans le tableau VI.

Outre les matériaux indiqués dans ce dernier, les particules chargées ont été mises en oeuvre pour analyser d'une manière instrumentale, les métaux ou produits suivants :

- Ag, Au, Dy, Ho, Ir, Pr, Tb et de nombreux minéraux, par activation aux protons de 10 MeV /5/ /6/ /9/;
- W, par activation avec des hélions-3 de 14 MeV /8/;
- des verres de référence, par activation au moyen de protons de 20 MeV /7/.

Dans ce dernier cas, les analyses n'ont pas été entreprises par spectrométrie  $\gamma$ , mais en détectant les photons X caractéristiques issus des produits d'activation. Près de 26 éléments ont ainsi pu être déterminés à des teneurs situées entre 1 et 500  $\mu\text{g.g}^{-1}$ .

Il va de soi, qu'en procédant à des séparations radiochimiques à l'issue des irradiations, les limites de détection expérimentales peuvent être notablement améliorées, comme le montrent les valeurs du tableau VII obtenues par KONSTANTINOV et coll./44/ au sujet du dosage de plusieurs éléments ( Ca, Ti, V, Cr, Fe, Cu, Nb, Mo, W ) dans le tantale.

#### ANALYSE PAR ACTIVATION AU MOYEN DE PHOTONS GAMMA

Quelques éléments ( Se, Br, Ag, Cd, In, Er, ...), particulièrement sensibles à la photoexcitation nucléaire, sont activables par le rayonnement gamma issu de radioéléments (<sup>24</sup>Na, <sup>60</sup>Co, <sup>124</sup>Sb,....).

Cependant, les photons gamma requis pour activer intensément les éléments, en vue de leur dosage, sont obtenus en bombardant une cible métallique (Ta, W, Pt, Au, Hg, ...), par des électrons accélérés. Le rayonnement de freinage produit de cette manière se présente sous la forme d'un spectre continu d'énergie maximale égale à l'énergie cinétique des électrons incidents.

Les appareils utilisés pour engendrer ces faisceaux de photons gamma sont les suivants :

- accélérateur linéaire;
- bétatron;
- microtron;
- Van de Graaff.

Ce dernier est capable de fournir des faisceaux d'électrons très importants: plusieurs milliampères. En revanche, l'énergie maximale ne dépasse guère 5 MeV dans ces conditions; ce sorte que son emploi est limité aux analyses par photo-excitation nucléaire.

Les possibilités du bétatron sont relativement restreintes, notamment pour ce qui concerne les analyses de matériaux purs. Ses intensités de faisceau sont en effet beaucoup trop faibles ( $< 10 \mu A$ ) pour autoriser la détermination de traces.

L'accélérateur linéaire est incontestablement le générateur le plus utilisé actuellement. Il permet d'engendrer des faisceaux de forte intensité (100 à 500  $\mu A$ ), d'énergie maximale réglable entre quelques MeV et plusieurs dizaines de MeV.

Néanmoins, sur le plan des applications analytiques, le microtron s'avère l'appareil le plus prometteur. Compact, robuste, de mise en oeuvre très aisée, son coût d'exploitation apparaît notablement inférieur à celui d'un accélérateur linéaire de mêmes performances.

#### Déterminations d'éléments légers

L'analyse par activation aux photons gamma est manifestement la méthode de choix pour déterminer, d'une manière fiable, des traces de carbone, d'azote, d'oxygène et de fluor dans les matériaux purs.

Ses principaux avantages par rapport aux procédés mettant en oeuvre des particules chargées ont été brièvement énumérés précédemment. Il convient de rappeler, d'une part que les prises d'essai sont analysées globalement, d'autre part que les interférences par réactions nucléaires compétitives sont toujours éliminables en choisissant convenablement l'énergie maximale du faisceau incident.

Sous certaines conditions, des dosages par voie instrumentale peuvent être réalisés dans divers matériaux ( Ex : Li, Be, B, Na, Al, V, Cs, ...). Toutefois, le plus souvent, notamment lorsqu'il s'agit de déterminer des teneurs très faibles (inférieures à  $10 \mu g.g^{-1}$ ) ou que le produit analysé s'active intensément ( Ex : K, Ca, Ti, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, Sr, Zr, ...), les radioisotopes caractéristiques des éléments recherchés doivent obligatoirement être isolés chimiquement avant comptage.

Les réactions nucléaires permettant de déterminer le carbone, l'azote, l'oxygène et le fluor ainsi que leurs limites de détection sont consignées dans le tableau VIII.

Le tableau IX contient des exemples de métaux, d'alliages ou de matériaux semiconducteurs analysés par activation au moyen de photons gamma, et les teneurs en carbone, en azote, en oxygène et en fluor observées dans ces produits.

Ces éléments légers, spécialement les trois premiers, ont évidemment été déterminés, de cette manière, dans une multitude d'autres métaux purs ( Li, Be, Ti, V, Cr, Fe, Zn, Se, Y, Nb, Mo, Ag, Cd, In, Cs, Au, Th, U, ...) /46//48//51//52//53//54//55//56//57//58//59//60//61//62//63//64//65//66/ ou d'alliages (AlMg, ZnMgTe, ....) /48/.

#### Déterminations d'autres éléments

Les réactions photonucléaires, notamment celles du type ( $\gamma, n$ ), permettent de doser d'une manière sensible et fiable de nombreux éléments outre les précédents. Le tableau X en contient quelques uns et les limites de détection autorisées correspondantes. Des échantillons de plusieurs grammes peuvent éventuellement être irradiés, de sorte que dans certains cas, les teneurs minimales mesurables sont nettement en-deçà des valeurs indiquées.

Cependant, apparemment, il semble que les réactions photonucléaires soient très rarement utilisées pour analyser des matériaux purs, en particulier quant à la détermination des impuretés autres que les éléments légers considérés ci-dessus.

En revanche, elles sont fréquemment appliquées à l'analyse multiélémentaire instrumentale de poussières atmosphériques /11/ /67/ /68/, de prélèvements biologiques /10/ /69/ /70/, de produits agricoles /67/ /70/ /71/ /72/, de roches /12/ /67/ /73/, de météorites /67/, de sédiments marins /74/, de sols /13/ ou pour déterminer les impuretés métalliques dans des matières plastiques /75/.

De surcroît, elles s'avèrent fort appréciables pour réaliser certaines analyses très spécifiques, parmi lesquelles il convient de mentionner, à titre d'exemples :

- le dosage, par voie purement instrumentale, du rubidium dans le strontium /76/, de l'yttrium dans des mélanges de terres rares /77/, et de l'iode dans le césium /78/, avec des limites de détection meilleures que  $1 \mu\text{g.g}^{-1}$ ;
- la détermination du thallium dans des verres, le zinc et ses composés /79/, du bismuth dans le cuivre, l'étain et le plomb /80/;
- la caractérisation de bronzes, de monnaies anciennes et divers autres objets archéologiques /81/ /82/ /83/.

Enfin, les éléments sensibles à la photoexcitation nucléaire (Se, Br, Sr, Y, Ag, Cd, In, Ba, Hf, W, Ir, Pt, Au, Hg) sont dosables d'une manière simple et rapide via leurs isomères radioactifs formés par des réactions du type ( $\gamma, \gamma'$ ).

Certes, les performances autorisées par ce moyen d'activation (limites de détection : 1 à 200  $\mu\text{g.g}^{-1}$  selon l'élément considéré) ne sont pas très spectaculaires. Toutefois, vu sa commodité d'emploi, cette méthode se prête par excellence à des analyses systématiques de très grandes séries d'échantillons, par exemple d'alliages à base des éléments précités ou de minerais et produits dérivés contenant ces derniers /84/ /85/ /86/ /87/.

#### COMPARAISON DES METHODES NUCLEAIRES AUX PROCEDES CONVENTIONNELS, QUANT A LA DETERMINATION DES ELEMENTS LEGERS DANS LES METAUX PURS

Les tableaux XI à XVI renferment des exemples de teneurs en carbone, en azote et en oxygène observées dans divers métaux purs, par des méthodes nucléaires ou conventionnelles. Ces analyses ont été réalisées dans le cadre des circuits de comparaison entre laboratoires organisés par le Bureau Communautaire de Référence (CCE-Bruxelles). Le but visé par ce dernier étant évidemment la fabrication de matériaux de référence certifiés quant aux concentrations des éléments précités.

Ces résultats laissent apparaître les difficultés d'emploi, voire l'impuissance, des méthodes conventionnelles, dès lors que les teneurs en carbone, en azote ou en oxygène sont inférieures à  $1 \mu\text{g.g}^{-1}$ . Il en est de même d'ailleurs pour ce qui concerne le dosage de l'oxygène par activation avec des neutrons de 14 MeV.

#### CONCLUSION

A la lumière des résultats présentés ci-dessus, il est manifeste que les méthodes d'analyse par activation avec des particules chargées ou des photons gamma offrent des possibilités fort appréciables pour la caractérisation des matériaux purs.

D'une part, elles s'avèrent uniques dès lors qu'il s'agit d'évaluer d'une manière fiable des teneurs en éléments légers, notamment en carbone, en azote ou en oxygène, inférieures à  $1 \mu\text{g.g}^{-1}$  dans les métaux, les alliages et les semi-conducteurs.

D'autre part, dans une multitude de cas, elles autorisent des examens par des voies purement instrumentales, en particulier pour la détermination des impuretés plus lourdes que les précédentes.

Certes, pour mettre en oeuvre ces techniques, de puissants appareils représentant des investissements et des frais de fonctionnement très importants sont requis. Cependant, vu leurs performances exceptionnelles et leur fiabilité, elles sont indispensables et pratiquement irremplaçables pour analyser les matériaux très purs, spécialement en ce qui concerne le dosage de traces infimes d'éléments légers.

Parmi les nombreux créneaux d'application de ces méthodes, le contrôle d'échantillons de référence permettant de tester les équipements d'analyse courants utilisés dans les laboratoires industriels occupe d'ores et déjà une place privilégiée.

Des deux moyens d'activation ci-dessus, le second est évidemment préférable, le fait d'autoriser des analyses globales, éventuellement de prélèvements très volumineux, est incontestablement un atout marquant.

À cet égard, le microtron, vu ses qualités et les avantages financiers qu'il présente, notamment par rapport aux accélérateurs linéaires, jouera certainement un rôle de premier plan dans les prochaines années. Sans pour autant devenir un instrument accessible à tous les laboratoires, il est raisonnablement

prévisible que son acquisition et son exploitation ne seront guère plus lourds à supporter que certains gros équipements analytiques modernes.

#### REMERCIEMENTS

Que la Commission des Communautés Européennes ( Bureau Communautaire de Référence) trouve ici l'expression de notre gratitude pour son aimable autorisation concernant la publication de certains résultats présentés lors des circuits de comparaisons entre laboratoires, organisés sous son égide, et auxquels nous participons.

#### REFERENCES

- /1/ V. KRIVAN, D.L. SWINDLE, E.A. SCHWEIKERT, Anal. Chem. 46 ( 1974 ) 1626
- /2/ V. KRIVAN, Anal. Chem. 47 ( 1975 ) 469
- /3/ J.L. DEBRUN, J.N. BARRANDON, P. BENABEN, CH. ROUXEL, Anal. Chem. 47 ( 1975 ) 637
- /4/ P. BENABEN, J.N. BARRANDON, J.L. DEBRUN, Anal. Chim. Acta 78 ( 1975 ) 129
- /5/ J.L. DEBRUN, J.N. BARRANDON, P. BENABEN, Anal. Chem. 48 ( 1976 ) 167
- /6/ J.N. BARRANDON, P. BENABEN, J.L. DEBRUN, Anal. Chim. Acta 83 ( 1976 ) 157
- /7/ J.R. Mc GINLEY, E.A. SCHWEIKERT, Anal. Chem. 48 ( 1976 ) 429
- /8/ C.S. SASTRI, H. PETRI, G. ERDTMANN, Anal. Chim. Acta 89 ( 1977 ) 141
- /9/ R. DELMAS, J.N. BARRANDON, J.L. DEBRUN, Analisis 4 ( 1976 ) 37
- /10/ J.S. HISLOP, D.R. WILLIAMS, J. Radicanal. Chem. 16 ( 1973 ) 329
- /11/ T. KATO, N. SATO, N. SUZUKI, Talanta 23 ( 1976 ) 517
- /12/ N. SATO, T. KATO, N. SUZUKI, Radiochim. Acta 21 ( 1974 ) 63
- /13/ A. CHATTOPADHYAY, R.E. JERVIS, Anal. Chem. 46 ( 1974 ) 1630
- /14/ J.L. IRIGARAY, J.C. CAPELANI, B. SAUVEZIE, J.L. CHALARD, Techniques d'activation nucléaires dans les sciences biologiques, AIEA Vienne ( 1979 )
- /15/ R.A. SRAPENYANTS, Bull. Amer. Phys. Soc. 23 ( 1978 ) 1028
- /16/ J.R. Mc GINLEY, L. ZIKOVSKY, E.A. SCHWEIKERT, J. Radioanal. Chem. 37 ( 1977 ) 275
- /17/ J.R. Mc GINLEY, G.J. STOCK, E.A. SCHWEIKERT, J.B. CROSS, R. ZEISLER, L. ZIKOVSKY, J. Radioanal. Chem. 42 ( 1978 ) 559
- /18/ B. VIALATTE, J. Radioanal. Chem. 8 ( 1971 ) 269
- /19/ K. STRIJCKMANS, C. VANDECASTEELE, J. HOSTE, Anal. Chim. Acta 96 ( 1978 ) 195
- /20/ M.L. BOTTGGER, W. HELBIG, S. NIESE, Isotopenpraxis 4 ( 1975 ) 127
- /21/ K. STRIJCKMANS, C. VANDECASTEELE, J. HOSTE, Anal. Chim. Acta 89 ( 1977 ) 255
- /22/ K. KROGNER, W. HELBIG, S. NIESE, Isotopenpraxis 8 ( 1975 ) 278
- /23/ E.A. SCHWEIKERT, J.R. Mc GINLEY, G. FRANCIS, D.L. SWINDLE, J. Radioanal. Chem. 19 ( 1974 ) 89

- /24/ M. VALLADON, J.L. DEBRUN, J. Radioanal. Chem. 39 ( 1977 ) 385
- /25/ G. REVEL, M. DA CUNHA BELO, I. LINCK, L. KRAUS,  
Rev. Phys. Appl. 12 ( 1977 ) 81
- /26/ C. VANDECASTEELE, J. HOSTE, Anal. Chim. Acta 79 ( 1975 ) 302
- /27/ C. VANDECASTEELE, F. ADAMS, J. HOSTE, Anal. Chim. Acta 76 ( 1975 ) 27
- /28/ C. VANDECASTEELE, J. HOSTE, Anal. Chim. Acta 78 ( 1975 ) 121
- /29/ F. NORDMANN, A. FLUHR, G. TINELLI., Ch. ENGELMANN,  
Analisis 3 ( 1975 ) 171
- /30/ Ch. ENGELMANN, J. GOSSET, Analisis 6 ( 1978 ) 306
- /31/ C. VANDECASTEELE, F. ADAMS, J. HOSTE, Anal. Chim. Acta 72 ( 1974 ) 269
- /32/ P. DEBEFVE, P. LERCH, C. VANDECASTEELE,  
Radiochem. Radioanal. Letters 24 ( 1976 ) 51
- /33/ C. VANDECASTEELE, J. HOSTE, J. Radioanal. Chem. 27 ( 1975 ) 465
- /34/ E. SCHUSTER, K. WOHLLEBEN, Z. Anal. Chem. 245 ( 1969 ) 239
- /35/ J.W. BUTLER, E.A. WOLICKI, Modern Trends in Activation Analysis, Ed.J.R.  
DE VOE, NBS Special Publ. 312, Vol. II ( 1969 ) 791
- /36/ G.REVEL, I. LINCK, M. DA CUNHA BELO, J.L. PASTOL, L. KRAUS,  
Radiochem. Radioanal. Letters 27 ( 1976 ) 131
- /37/ E. SCHUSTER, K. WOHLLEBEN, Int. J. Appl. Rad. Isot. 19 (1968) 471
- /38/ A.R. KNUDSON, K.L. DUNNING, Anal. Chem. 44 ( 1972 ) 1053
- /39/ J.R. Mc GINLEY, E.A. SCHWEIKERT, Anal. Chem. 47 ( 1975 ) 2403
- /40/ J. PETIT, J. GOSSET, Ch. ENGELMANN, Mém.Sc.Rev.Métal. (1978) 395
- /41/ S.A. DABNEY, D.L. SWINDLE, J.N. BECK, G.FRANCIS, E.A.SCHWEIKERT,  
J.Radioanal. Chem. 16 ( 1973 ) 375
- /42/ B. BORDERIE, J.N. BARRANDON, J.L. DEBRUN,  
J. Radioanal. Chem. 37 ( 1977 ) 297
- /43/ C.S. SASTRI, H. PETRI, G. ERDTMANN, Anal. Chem. 49 ( 1977 ) 1510
- /44/ I.O. KONSTANTINOV, B.V. ZATOLOKIN, N.N. KRASNOV, Y.V.G. SEVASTYANOV,  
L.S. VOLKOVA , J. Radioanal. Chem. 31 ( 1976 ) 487
- /45/ P. BOCK, Ch. ENGELMANN, A. HATTERER, J. Radioanal. Chem.38 ( 1977 ) 97
- /46/ F. NORDMANN, G. TINELLI, Ch. ENGELMANN, J. Radioanal. Chem. 17 (1973) 255
- /47/ Ch. SEGEBADE, Th. DUDZUS, Radiochem. Radioanal.Letters 16 (1974) 137
- /48/ M. FEDOROFF, C.LOOS-NESKOVIC, G.REVEL,  
J. Radioanal. Chem. 38 ( 1977 ) 107
- /49/ G.W. BLACKMORE, J.B. CLEGG, J.S. HISLOP, J.B. MULLIN,  
J.Electron. Mat. 5 ( 1976 ) 401
- /50/ J.S. HISLOP, T.J. WEBBER, D.R. WILLIAMS, Analyst 98 ( 1973 ) 75
- /51/ J.S. HISLOP, D.A. WOOD, AERE-R-6165 ( 1969 )
- /52/ G.J. LUTZ, L.W. MASTERS, Anal. Chem. 42 ( 1970 ) 948
- /53/ S.P. KAPITSA, V.N. SAMOSYUK, Yu.M. TSIPENYUK, L.L.KUNIN, B.A. CHAPYZHNIKOV  
A.M. VASSERMAN, Yu. V. YAKOVLEV, Radiochem. Radioanal. Letters 5(1970)217



- /54/ A.S. ZADVORNYI, A.P. GORENKO, N.V. SERYKH, N.A. SKAKUN, A.P. KLYUCHAREV, Zh. Anal. Khim. 26 ( 1971 ) 1841
- /55/ B.A. CHAPYZHNIKOV, Kh. N. EVZHANOV, E.D. MALIKOVA, I.L. KUNIN, V.N. SAMOSYUK, Radiochem. Radioanal. Letters 11 ( 1972 ) 269
- /56/ B.A. CHAPYZHNIKOV, Kh. N. EVZHANOV, E.D. MALIKOVA, L.L. KUNIN, V.N. SAMOSYUK, Radiochem. Radioanal. Letters 11 ( 1972 ) 275
- /57/ S.P. KAPITSA, V.N. MELEKHIN, V.N. SAMOSYUK, Yu.M. TSIPENYUK, J. Radioanal. Chem. 16 ( 1973 ) 297
- /58/ I.M. PRONMAN, A.V. ANDREEV, Yu.A. KARPOV, B.S. KUDINOV, J. Radioanal. Chem. 17 ( 1973 ) 243
- /59/ B.A. CHAPYZHNIKOV, E.D. MALIKOVA, L.L. KUNIN, V.N. SAMOSYUK, A.M. VASSERMAN, E.V. FROLOV, Kh. N. EVGANOV, J. Radioanal. Chem. 17 ( 1973 ) 275
- /60/ A.F. GORENKO, N. A. SKAKUN, G.M. SHEVCHENKO, At. Energ. 34 ( 1973 ) 53
- /61/ A.M. VASSERMAN, L.L. KUNIN, S.P. KAPITSA, V.N. SAMOSYUK, Zh. Anal. Khim. 28 ( 1973 ) 729
- /62/ V.I. RODIONOV, V.N. SAMOSYUK, B.A. CHAPYZHNIKOV, G. REVEL, M. FEDOROFF, Radiochem. Radioanal. Letters 18 ( 1974 ) 379
- /63/ M. FEDOROFF, C. LOOS-NESKOVIC, G. REVEL, Radiochem. Radioanal. Letters 22 ( 1975 ) 283
- /64/ A.F. GORENKO, A.S. ZADVORNYI, A.P. KLYUCHAREV, N.A. SKAKUN, At. Energ. 38 ( 1975 ) 415
- /65/ V.N. SAMOSYUK, V.I. FIRSOV, B.A. CHAPYZHNIKOV, T.T. KISELEVA, V.I. RODIONOV, M.N. SHTCHULEPMINOV, J. Radioanal. Chem. 37 ( 1977 ) 203
- /66/ R. NEIDER, Th. DUDZUS, H.U. FUSBAN, P. JOST, P. REIMERS, B.F. SCHMITT, Ch. SEGEBADE, K. WANDELBURG, H.P. WEISE, J. Radioanal. Chem. 39 ( 1977 ) 397
- /67/ T. KATO, K. MASUMOTO, N. SATO, N. SUZUKI, J. Radioanal. Chem. 32 ( 1976 ) 51
- /68/ I. OLMEZ, N.A. ARAS, J. Radioanal. Chem. 37 ( 1977 ) 671
- /69/ R.E. JERVIS, B. TIEFENBACH, A. CHATTOPADHYAY, J. Radioanal. Chem. 37 ( 1977 ) 751
- /70/ T. KATO, N. SUZUKI, Anal. Chim. Acta 81 ( 1976 ) 337
- /71/ A. CHATTOPADHYAY, J. Radioanal. Chem. 37 ( 1977 ) 785
- /72/ N. SATO, T. KATO, N. SUZUKI, J. Radioanal. Chem. 36 ( 1977 ) 221
- /73/ H.A. DAS, G.A. GERRITSEN, D. HOEDE, J. ZONDERHUIS, J. Radioanal. Chem. 14 ( 1973 ) 415
- /74/ T. KATO, N. SUZUKI, Bull. Chem. Soc. Jap. 50 ( 1977 ) 1930
- /75/ Y. KONDO, Radioisotopes 25 ( 1976 ) 105
- /76/ H. TSAI, T. KATO, Y. OKA, Bull. Chem. Soc. Jap. 43 ( 1970 ) 2823
- /77/ G.J. LUTZ, P.D. LAFLEUR, Talanta 16 ( 1969 ) 1457
- /78/ H. TSAI, T. KATO, Y. OKA, Bull. Chem. Soc. Jap. 43 ( 1970 ) 2482
- /79/ L.W. MASTERS, G.J. LUTZ, Anal. Chim. Acta 56 ( 1971 ) 365
- /80/ G.J. LUTZ, N. SATO, Trans. Am. Nucl. Soc. 27 ( 1977 ) 216
- /81/ Ch. SEGEBADE, G.J. LUTZ, J. Radioanal. Chem. 34 ( 1976 ) 345

- /82/ P. REIMERS, G.J. LUTZ, Ch. SEGEBADE, Archaeometry 19 (1977) 167
- /83/ P. REIMERS, G.J. LUTZ, Ch. SEGEBADE, J. Radioanal. Chem. 3) ( 1977 )93
- /84/ S.S. KODIRI, I.A. ABRAMS, L.L. PELEKIS, L.P. STARCHIK.  
Zavod. Lab. 1 ( 1973 ) 39
- /85/ S.S. KODIRI, I.A. ABRAMS, L.L. PELEKIS, L.P. STARCHIK  
At. Energ. 32 ( 1972 ) 428
- /86/ S.P. KAPITSA, Yu.T. MARTYNOV, V.V. SULIN, Yu.M. TSIPENYUK,  
At. Energ. 34 ( 1973 ) 199
- /87/ S.P. KAPITSA, Yu. T. MARTYNOV, V.V. SULIN, Yu.M. TSIPENYUK,  
Isotopenpraxis 12 ( 1976 ) 386

TABLEAU I

Limites de détection réalisables par activation au moyen de particules chargées, de photons gamma, de neutrons thermiques ou rapides.

Moyen d'activation considéré	Limites de détection réalisables ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )	Applications usuelles	Autres exemples d'emploi
Particules chargées	$10^{-4}$ à $10^{-2}$	Déterminations de traces infimes d'éléments légers (Ex : H, Li, B, C, N, O, S...) dans des matériaux purs (métaux, semi-conducteurs...)	Analyses multiélémentaires de métaux purs /1/ /2/ /3/ /4/ /5/ /6/ et de minéraux /5/ /6/ /9/, par voie instrumentale.
Photons gamma	$10^{-3}$ à $10^{-1}$ (1)	Déterminations du carbone, de l'azote, de l'oxygène et du fluor sans interférences, dans les produits précités. Dosages d'éléments pour lesquels ce moyen d'activation s'avère particulièrement favorable (Ex : Mg, Ca, Ti, Ni, Ga, Sr, Zr, I, Pb,....)	Analyses multiélémentaires de prélèvements biologiques /10/ de poussières atmosphériques /11/, de roches /12/ et de sols /13/, par voie instrumentale.
Neutrons thermiques	$10^{-6}$ à $10^{-4}$ (1)	Analyses multiélémentaires par voie instrumentale appliquées à la biologie, l'environnement, la métallurgie, etc... Plus généralement dosages ultra-sensibles de la majorité des éléments moyens ( $Z > 10$ ) et lourds.	
Neutrons rapides	$10^{-2}$ à $10^{-1}$ (1)	Analyses à caractère industriel; notamment, dosage de l'oxygène dans les métaux.	Dosage de l'azote, du phosphore et du calcium dans des milieux biologiques /14/. Dosage automatique de plusieurs éléments (N, Mg, P, K, Cl) dans des produits agricoles /15/.

(1) La masse des échantillons activés est supposée égale à 1 g.

TABLEAU II

Exemples récents d'utilisation de particules chargées pour doser les éléments légers.

Élément déterminé	Réaction nucléaire mise en oeuvre	Energie des projectiles incidents (MeV)	Matériaux analysés	Limites de détection réalisables* ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )	Références
H	${}^1\text{H} ({}^7\text{Li}, n) {}^7\text{Be}$	74	Ti**	0,1 à 0,5	/16/ /17/
Li	${}^6,7\text{Li} (d, X) {}^7\text{Be}$	25	-	0,025	/18/
B	${}^{10}\text{B} (d, n) {}^{11}\text{C}$	6	Ta**	0,1	/19/
C	${}^{12}\text{C} (d, n) {}^{13}\text{N}$	3,5	Si**	0,07	/20/
N	${}^{14}\text{N} (p, n) {}^{14}\text{O}$	12	Ta**, W**	0,4 à 1,6	/21/
	${}^{14}\text{N} (p, \alpha) {}^{11}\text{C}$	6,75	Si	0,001	/22/
O	-	14 à 15	Ta**	0,1	/19/
	${}^{18}\text{O} (p, n) {}^{18}\text{F}$	12	Si	0,06	/23/
	${}^{16}\text{O} (T, n) {}^{18}\text{F}$	3 à 3,5	Al**, Si**, Ti** Ge**, Mo**, Au**	0,0005 à 0,025	/24/ /25/
	${}^{16}\text{O} ({}^3\text{He}, X) {}^{18}\text{F}$	15 à 20	Si**, Cu	0,03 à 0,06	/23/ /26/
S	${}^{16}\text{O} (\alpha, X) {}^{18}\text{F}$	34 à 45	Si, Cu, Ge	0,01 à 0,06	/23/ /27/ /28/
	${}^{34}\text{S} (p, n) {}^{34}\text{Cl}$	12	Na	0,01	/29/

\* En l'absence d'interférences.

\*\* Analyses effectuées par voie instrumentale.

TABLFAU III

Exemples récents de déterminations d'éléments légers dans des matériaux purs, par activation au moyen de particules chargées.

Matériau analysé	Eléments dosés	Réaction nucléaire mise en oeuvre	Energie des projectiles incidents <sup>†</sup> (MeV)	Teneurs observées ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	Références
Na	S	$^{34}\text{S}(\text{p},\text{n})^{34\text{m}}\text{Cl}$	12	0,5 à 1	/29/
Al	O	$^{16}\text{O}(\text{}^3\text{He},\text{X})^{18}\text{F}$	10	$0,050 \pm 0,018^{***}$ (12)	/30/
Si	C**	$^{12}\text{C}(\text{}^3\text{He},\alpha)^{11}\text{C}$	14	$0,122 \pm 0,007$	/31/
	N	$^{14}\text{N}(\text{p},\alpha)^{11}\text{C}$	6,75	0,001 à 0,1	/22/
	O**	$^{16}\text{O}(\text{}^3\text{He},\text{X})^{18}\text{F}$	10,6 à 16,7	0,006 à 15	/23/
Cu****	O	$^{16}\text{O}(\alpha,\text{X})^{18}\text{F}$	42	$0,22 \pm 0,05$	/32/
Zr	B	$^{10}\text{B}(\text{d},\text{n})^{11}\text{C}$	5,9	$0,024 \pm 0,002^{***}$ (9)	*****
W	O**	$^{16}\text{O}(\text{}^3\text{He},\text{X})^{18}\text{F}$	10	$0,49 \pm 0,24^{***}$ (8)	*****
Au*****	O	$^{16}\text{O}(\alpha,\text{X})^{18}\text{F}$	41	$0,059 \pm 0,012$	/32/
Pb	O	$^{16}\text{O}(\text{}^3\text{He},\text{X})^{18}\text{F}$	15 à 18	$0,79 \pm 0,36^{***}$ (8)	/33/
		$^{16}\text{O}(\alpha,\text{X})^{18}\text{F}$	36 à 40	$0,99 \pm 0,21^{***}$ (8)	/33/

\* A la surface des échantillons décapés.

\*\* Analyses réalisées d'une manière instrumentale.

\*\*\* Ecart-type ( le nombre de déterminations individuelles correspondant est indiqué entre parenthèses).

\*\*\*\* Degré de pureté : 99,999 %.

\*\*\*\*\* Contenant  $500 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  de cuivre.

\*\*\*\*\* Analyses réalisées dernièrement dans notre laboratoire.

TABLEAU IV

Déterminations d'éléments légers à la surface de solides, par activation au moyen de particules chargées.

Elément considéré	Réactions nucléaires utilisables	Energie des projectiles incidents (MeV)	Limites de détection réalisables* ( $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ )	Références
B	$^{10}\text{B}(\text{d},\text{n})^{11}\text{C}$	3	$10^{-4}$ à $10^{-3}$	/34/
C	$^{12}\text{C}(\text{d},\text{n})^{13}\text{N}$	3	$10^{-5}$ à $10^{-4}$	/34/
	$^{13}\text{C}(\text{}^3\text{He},\alpha)^{11}\text{C}$	4,5	id.	/35/
N	$^{14}\text{N}(\text{d},\text{n})^{15}\text{O}$	3	id.	/34/
O	$^{16}\text{O}(\text{d},\text{n})^{17}\text{F}$	3	id.	/34/
	$^{16}\text{O}(\text{T},\text{n})^{18}\text{F}$	2 à 3,5	$2\cdot 10^{-3}$ à $4\cdot 10^{-3}$	/25/ /36/
	$^{16}\text{O}(\text{}^3\text{He},\text{p})^{18}\text{F}$	4,5	$10^{-4}$ à $10^{-3}$	/35/
Mg	$^{25}\text{Mg}(\text{T},\text{p})^{27}\text{Mg}$	3,2	$3\cdot 10^{-2}$	/36/
Al	$^{27}\text{Al}(\text{d},\text{p})^{28}\text{Al}$	3,2	$10^{-4}$ à $10^{-3}$	/37/
	$^{27}\text{Al}(\text{T},\text{p})^{29}\text{Al}$	3,1	$3\cdot 10^{-3}$	/36/
Cl	$^{37}\text{Cl}(\text{d},\text{p})^{38}\text{Cl}$	5	0,2	/38/

\* En l'absence d'interférences.

TABLEAU V

Possibilités et performances des méthodes d'analyses multiélémentaires instrumentales, par activation au moyen de particules chargées.

Conditions d'activation	Eléments déterminables	Limites de détection réalisables* ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	Références
p  E = 10 MeV I = 1 $\mu\text{A}$ Durée des irradiations : 1 h.	Ca, Ti, Cr, Ni, Cu, Ga, Ge, Zn, Se, Br, Rb, Y, Zr, Mo Li, S, V, Fe, As, Sr, Nb Ru, Pd, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, I In, W, Re, Ir, Pt, Au, Hg, Tl, Pb	0,001 à 0,01 0,01 à 0,1 0,02 à 0,2 0,5 à 100	/5/ /5/ /6/ /6/
T  E = 3,5 MeV I = 1 $\mu\text{A}$ Durée des irradiations : 1 h.	Na, Mg, Al, Si S, Cl, V, Mn Ti, Cr, Ni	0,01 à 0,02 0,1 à 0,3 1 à 3	/42/ /42/ /42/
$^3\text{He}$  E = 14 MeV I = 2 $\mu\text{A}$ Durée des irradiations : 1 h ou 1 période du radioélément produit	Al, Ti, V, Mn, Ni, Zn, Nb Mo Mg, Cr, Fe, Zr, Ag	0,001 à 0,05 0,05 à 0,1 0,1 à 0,5	/43/ /43/ /43/

\* En l'absence d'interférences.

TABLEAU VI

Exemples récents d'analyses multiélémentaires instrumentales de matériaux purs, par activation au moyen de protons.

Matériau analysé	Eléments déterminés	Energie des protons (MeV)	Limites de détection expérimentales autorisées* ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )	Références
Al	Cr, Rb	10	0,0005 à 0,001 (1)	/5/
	Ca, Ti, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Se, Br, Y, Zr, Mo	id.	0,001 à 0,01 (1)	/5/
	Li, S, V, Fe, As, Sr, Nb	id.	0,01 à 0,1 (1)	/5/
Si	Li, Ca, Ti, Cr, Zn, Ga, Ge, Se, Br, Rb, Y, Zr, Mo	id.	0,001 à 0,01 (2)	/5/
	V, Fe, Ni, Cu, As, Sr, Nb	id.	0,01 à 0,03 (2)	/5/
	B, S	id.	0,1 à 0,3 (2)	/5/
Co	Li, Ca, Ti, Cr, Zn, Ga, Ge, As, Se, Br, Rb, Sr, Y, Zr, Mo, Ru, Ag, Cd, Te, I	id.	0,01 à 0,1 (1)	/4/
	Cr, V, Fe, Ni, Cu, Nb, Pd, Sn, Sb, Pt, Au, Hg, Tl	id.	0,1 à 1 (1)	/4/
	S, In, W, Re, Ir, Pb	id.	1 à 10 (1)	/4/
Nb	Ti, V, Cr, Fe, Zr, Mo, Sb, Hf, Ta, W	12	0,04 à 5 (3)	/2/
Rh	Ca, Ti, Cr, Fe, Cu, Zn, Br, Ru, Cd, Sn, Sb, Ir, Pt	10	0,06 à 8 (1)	/3/
Ta	Ti, Fe, Zr, Nb, W	15	0,005 à 0,5 (4)	/1/

\* En l'absence d'interférences.

- (1) 1  $\mu\text{Ah}$
- (2) 3  $\mu\text{Ah}$
- (3) 10  $\mu\text{Ah}$
- (4) 5  $\mu\text{Ah}$



TABLEAU VII

Analyse du tantale par activation au moyen de protons.

Impureté déterminée	Limites de détection autorisées*	
	(µg.g <sup>-1</sup> )	
	Par voie instrumentale	En procédant à des séparations radiochimiques
Ca	10	0,003
Ti	0,2	0,01
V	10	0,1
Cr	3	0,01
Fe	3,7	0,05
Cu	10	0,6
Nb	7	0,005
Mo	0,2	0,01
W	15	0,01

\* D'après KONSTANTINOV et coll./44/

Ep = 11,4 MeV      I = 10 µA      t irradi. = 2,5 heures

TABLEAU VIII

Déterminations du carbone, de l'azote, de l'oxygène et du fluor, par activation photonucléaire.

Elément considéré	Réaction photonucléaire mise en oeuvre	Energie seuil (MeV)	Limites de détection autorisées * ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )
C	$^{12}\text{C}(\gamma, n)^{11}\text{C}$	18,7	0,001 à 0,005
N	$^{14}\text{N}(\gamma, n)^{13}\text{N}$	10,6	0,01 à 0,05
O	$^{16}\text{O}(\gamma, n)^{15}\text{O}$	15,7	0,01 à 0,05
F	$^{19}\text{F}(\gamma, n)^{18}\text{F}$	10,4	0,001 à 0,005

\* En l'absence d'interférences, pour un faisceau d'énergie maximale 35 à 40 MeV et une intensité électronique moyenne de  $100\mu\text{A}$ .

TABLEAU IX

Exemples récents de déterminations d'éléments légers dans des matériaux purs, par activation photonucléaire.

Matériau analysé	Eléments dosés	Teneurs observées ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	Références
Na	C	0,2 à 0,4	/45/
	N	0,5 à 1,6	/45/
	O	0,3 à 10	/46/
Al	C	0,41 $\pm$ 0,08* (12)	**
	O	0,038 $\pm$ 0,007* (13)	/30/
	F	0,1 à 0,3	/47/
Si	C	0,01 à 0,06	**
	N	0,3 à 0,5	**
	O	0,07 à 0,15	**
Ni	C	0,2 à 0,5	/48/
	N	1,10 $\pm$ 0,07 * (11)	**
	O	7,50 $\pm$ 0,55 * (13)	**
Cu	O	1,06 $\pm$ 0,07 * (12)	**
	F	0,01 à 0,04	/47/
Ta	O	1,3 $\pm$ 0,3 * (12)	**
W	C	0,01 à 0,06	**
	O	0,44 $\pm$ 0,26 * (12)	**
Pb	O	0,58 $\pm$ 0,08 * (12)	**
	F	0,2 à 0,3	/47/
AsGa	C	0,04 $\pm$ 0,03 * (4)	/49/
	O	0,04 $\pm$ 0,01 * (10)	id.
InP	C	0,01 à 0,1	/49/ /50/
	O	0,05 à 0,3	id.
PbCuTe	O	1,0 $\pm$ 0,35 * (5)	**
PbSnCd	O	0,54 $\pm$ 0,31 * (6)	**

\* Ecart-type ( le nombre de déterminations individuelles correspondant est indiqué entre parenthèses).

\*\* Analyses réalisées dernièrement dans notre laboratoire.

TABLEAU X

Éléments particulièrement sensibles à l'activation photonucléaire  
et exemples de limites de détection réalisables.

Élément	Limite de détection * ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )
Sc	0,02
Ti	0,002
Ni	0,01
Cu	0,001
Zn	0,005
As	0,01
Ga	0,005
Sr	0,001
Zr	0,01
Ag	0,01
Sb	0,02
I	0,01
Pr	0,02
Ta	0,01
Au	0,001
Tl	0,01
Pb	0,05

\* En l'absence d'interférences, pour un échantillon d'environ 1 g irradié pendant 1 h au plus, par un faisceau d'énergie maximale comprise entre 30 et 40 MeV, d'intensité électronique moyenne égale à  $100 \mu\text{A}$ .

TABLEAU XI

Carbone dans l'aluminium.

Résultats des analyses réalisées par diverses méthodes nucléaires et conventionnelles.

Méthode mise en oeuvre	Teneurs observées ( $\mu\text{S}\cdot\text{g}^{-1}$ )
<u>Activation : <math>^{12}\text{C}(\gamma, n)^{11}\text{C}</math></u>	
Laboratoire n° 1	0,41 $\pm$ 0,08 *
- n° 2	0,42 $\pm$ 0,14
- n° 3	0,18 $\pm$ 0,04
<u>Activation : <math>^{12}\text{C} (^3\text{He}, \alpha)^{11}\text{C}</math></u>	0,5 $\pm$ 0,2
<u>Combustion</u>	
Laboratoire n° 1	< 1
- n° 2	< 1

\* Résultat obtenu dans notre laboratoire.

TABLEAU XII

Carbone dans le sodium, le molybdène et le tungstène.  
 Résultats des analyses réalisées par diverses méthodes nucléaires et conventionnelles.

Métal analysé	Méthode mise en oeuvre	Nombre de laboratoires	Teneurs observées ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )
Na	Activation : $^{12}\text{C}(\gamma, n)^{11}\text{C}$	1	0,2 à 0,4 *
	Combustion par voie sèche	1	6 ± 1
	Combustion par voie humide	5	7 ± 1 à 12 ± 2
Mo	Activation : $^{12}\text{C}(\gamma, n)^{11}\text{C}^{**}$	1	0,1 à 0,2 *
	Combustion ***	8	5 à 18
W	Activation : $^{12}\text{C}(\gamma, n)^{11}\text{C}^{**}$	1	0,01 à 0,06 *
	Combustion ***	8	3,4 à 10

\* Résultats obtenus dans notre laboratoire.

\*\* Le carbone-11 a été séparé par combustion selon les mêmes conditions que ci-dessous.

\*\*\* Les échantillons ont été traités à 1300°C en présence d'un flux ( $\text{CuO} : \frac{m_{\text{CuO}}}{m_{\text{échant.}}} = 2$ )

TABLEAU XIII

Azote dans le nickel.

Résultats des analyses réalisées par diverses méthodes nucléaires et conventionnelles.

Méthode mise en oeuvre	Nombre de laboratoires	Teneurs observées ( $\mu\text{g.g}^{-1}$ )
Activation : $^{14}\text{N}(\gamma, n)^{13}\text{N}$	2	$1,0 \pm 0,2^*$ (1)
		$1,1 \pm 0,1^*$ (2)
		$1,4 \pm 0,4$
Activation : $^{14}\text{N}(d, n)^{15}\text{O}$	1	$1,3 \pm 0,2$
Kjeldahl	1	$1,1 \pm 0,4$
Fusion réductrice	8	$0,5 \pm 0,1$ à $2 \pm 0,6$
Spectrométrie de masse à étincelles	2	$1,0 \pm 0,3$ et $3,4 \pm 0,6$

\* Résultats obtenus dans notre laboratoire:

(1) Séparation de l'azote-13 par fusion réductrice sans bain;

(2) Séparation de l'azote-13 par fusion oxydante ( $\text{Pb}_3\text{O}_4 + \text{B}_2\text{O}_3$ ).

TABLEAU XIV

Oxygène dans l'aluminium.

Résultats des analyses réalisées par diverses méthodes nucléaires et conventionnelles.

Méthode mise en oeuvre	Teneurs observées ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )
<u>Activation : <math>^{16}\text{O}(\gamma, n)^{15}\text{O}</math></u>	
Laboratoire n° 1	$0,038 \pm 0,007^*$
- n° 2	$0,046 \pm 0,024$
<u>Activation : <math>^{16}\text{O}(^3\text{He}, X)^{18}\text{F}</math></u>	
Laboratoire n° 1	$0,050 \pm 0,018^*$
- n° 2	$0,031 \pm 0,019$
- n° 3	$< 0,03$
<u>Activation : <math>^{16}\text{O}(T, n)^{18}\text{F}</math></u>	$< 0,03$
<u>Activation : <math>^{16}\text{O}(n, p)^{16}\text{N}</math></u>	$< 0,5$
<u>Fusion carburante</u>	$< 0,5$

\* Résultats obtenus dans notre laboratoire.



**TABLEAU XV**

Oxygène dans le tungstène.

Résultats des analyses réalisées par diverses méthodes nucléaires  
et conventionnelles.

Méthode mise en oeuvre	Teneurs observées ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )
Activation : $^{16}\text{O}(\gamma, n)^{15}\text{O}$	$0,47 \pm 0,26$ * (1)
Activation : $^{16}\text{O}(^3\text{He}, X)^{18}\text{F}$	$0,41 \pm 0,21$ * (2)
Laboratoire n° 1	$0,48 \pm 0,25$ * (3)
- n° 2	$0,70 \pm 0,15$
Activation : $^{16}\text{O}(n, p)^{16}\text{N}$	
Laboratoire n° 1	$0,36 \pm 0,18$
- n° 2	$0,82 \pm 0,26$
- n° 3	$1,1 \pm 0,6$
- n° 4	$3,0 \pm 1,9$
<u>Fusion carburante</u>	
Laboratoire n° 1	< 1
- n° 2	< 1,5
- n° 3	< 2
- n° 4	$5,0 \pm 1,4$

\* Résultats obtenus dans notre laboratoire :

- (1) Séparation de l'oxygène-15 par fusion carburante avec un bain de nickel ( $m_W = 1,5 \text{ g}$  ;  $m_{\text{Ni}} = 7,5 \text{ g}$ );
- (2) Séparation de l'oxygène-15 par fusion carburante avec un bain de nickel et d'étain ( $m_W = 1,5 \text{ g}$  ;  $m_{\text{Ni}} = 4,5 \text{ g}$  ;  $m_{\text{Sn}} = 1,5 \text{ g}$ );
- (3) Analyse réalisée par voie instrumentale.

TABLEAU XVI

Oxygène dans le plomb et ses alliages.

Résultats des analyses réalisées par diverses méthodes nucléaires et conventionnelles.

Méthode mise en oeuvre	Teneurs observées		
	Pb	( $\mu\text{g.g}^{-1}$ ) Pb Sn Cd	Pb Cu Te
Activation : $^{16}\text{O}(\gamma, n)^{15}\text{O}$	0,5 $\pm$ 0,1*	0,5 $\pm$ 0,3*	1,0 $\pm$ 0,3*
Activation : $^{16}\text{O}(^3\text{He}, X)^{18}\text{F}$	0,3 $\pm$ 0,2	0,6 $\pm$ 0,6	0,8 $\pm$ 0,5
<u>Fusion carburante</u>			
Laboratoire n° 1	0,8 $\pm$ 0,6	0,7 $\pm$ 0,7	0,4 $\pm$ 1,4
- n° 2	0,4 $\pm$ 0,2	0,2 $\pm$ 0,1	0,5 $\pm$ 0,3
- n° 3	0,9 $\pm$ 0,1	0,8 $\pm$ 0,1	0,7 $\pm$ 0,1

\* Résultats obtenus dans notre laboratoire.