

## UN MESUREUR AUTOMATIQUE DE CHROMATOGRAMMES RADIOACTIFS SUR BANDES DE PAPIER

J. FOUARGE\*

*Laboratoire de Chimie Nucléaire,  
Val-Benoît, Liège (Belgique)*

(Reçu le 12 février 1962)

### INTRODUCTION

Au cours d'une étude sur les séparations de produits de fission et de terres rares radioactives par chromatographie sur bandes de papier, la nécessité d'un enregistrement automatique de l'activité s'est rapidement fait sentir.

Il importait de pouvoir mesurer plusieurs chromatogrammes les uns à la suite des autres, de préférence au cours de la nuit, la journée étant normalement consacrée aux éluions.

Le principe du déroulement des bandes étant un peu différent de ceux habituellement rencontrés dans le commerce, nous avons pensé qu'il pouvait être utile de publier quelques détails sur cette réalisation qui nous a donné satisfaction.

### PRINCIPE

La caractéristique principale de notre réalisation réside dans l'emploi, comme mécanisme dérouleur de bandes, du même "bloc moteur-magazin" que celui de l'enregistreur graphique; celui-ci étant, notamment par raison d'économie, du type galvanomètre d'Arsonval (Rectigraphie Chauvin et Arnoux).

Ce dérouleur "bloc magasin" légèrement modifié par adjonction d'un blindage et de contacts de commande et de repérage, entraîne une bande sans fin, en acétate de cellulose, de 90 cm de long aux maximum, ayant la même largeur (15 cm) et les mêmes perforations que le papier d'enregistrement.

En outre, cette bande sans fin porte d'un côté des perforations latérales tous les 10 cm comme repères de longueurs et, de l'autre côté, une perforation unique commandant le déplacement latéral du château de plomb avec son détecteur.

Les chromatogrammes sont tendus sur la bande sans fin à l'aide de ruban adhésif et, suivant les cas, 3 ou 5 pistes sont prévues.

De cette manière nous avons pu, de façon tout à fait routinière, mesurer soit 15 bandes de 20-25 cm de longueur utile et de 1-1.5 cm de large, soit 3 bandes de 50-80 cm de longueur utile et de 3 cm de large.

Le reste du système est classique (Fig. 1); le tube compteur surplombant une "fenêtre" ajustable par bonds (0.5 à 20 mm) est relié à un débitmètre (ratemeter)

\* Chercheur à l'Institut Interuniversitaire des Sciences Nucléaires, 2, rue A. Stévert, Liège, Belgique.

possédant de préférence une gamme logarithmique et dont les indications sont enregistrées sur un papier se déroulant à vitesse proportionnelle.

Un des avantages de notre réalisation est précisément qu'il est aisé d'enregistrer à une vitesse sous multiple ( $1/2$ ,  $1/4$ ,  $1/8$ ) du déroulement des chromatogrammes et d'obtenir directement un graphique de format commode, par exemple 12.5 cm pour un chromatogramme développé sur 50 cm.

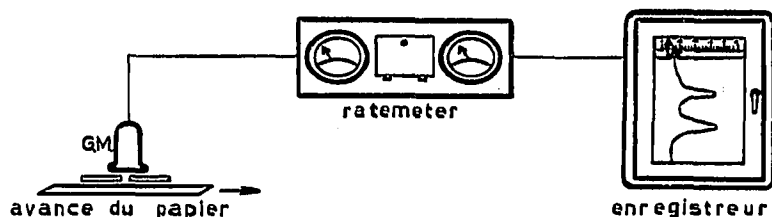


Fig. 1. Principe de l'appareil.

En outre, les repères de position espacés de 10 en 10 cm et l'origine du chromatogramme s'inscrivent automatiquement sous la forme de petits traits verticaux se trouvant un peu sous la ligne du zéro.

La Fig. 2 nous montre la reproduction d'un tel enregistrement. Il s'agit d'une

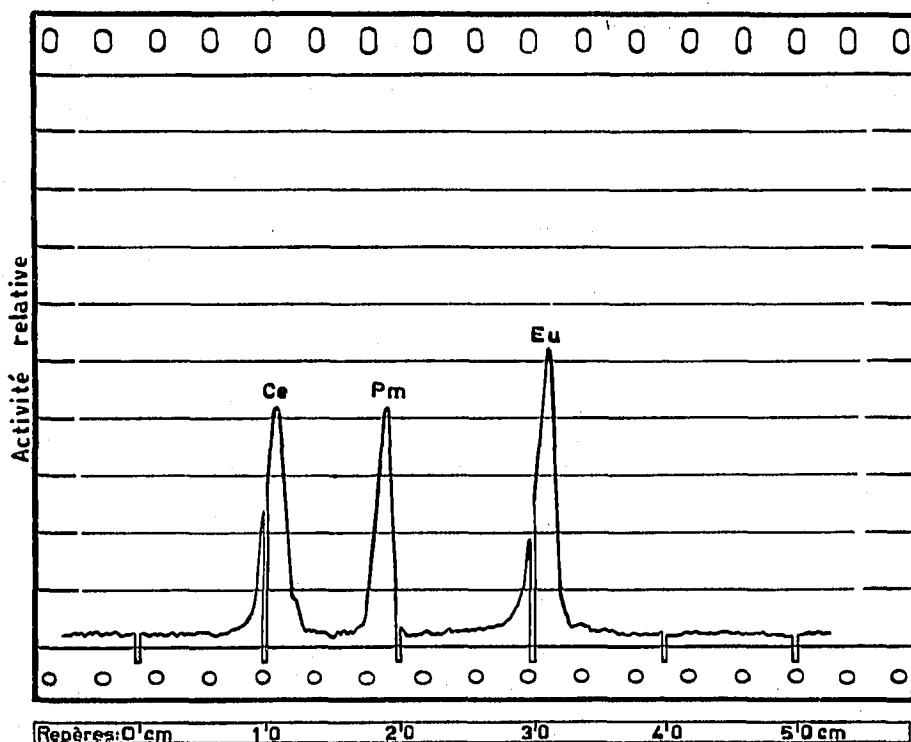


Fig. 2. Enregistrement obtenu sur l'appareil après la mesure d'une bande de 50 cm de longueur.

séparation de terres rares obtenue sur une bande de 50 cm de longueur utile, le défilement étant fait 240 mm à l'heure et l'enregistrement 60 mm à l'heure (réduction au quart).

## DESCRIPTION DE L'APPAREIL

La disposition générale des organes est conforme au croquis de la Fig. 3.

Nous examinerons successivement :

- A. Le système d'entraînement des chromatogrammes.
- B. Le château de plomb mobile.
- C. Le panneau général de commandes.
- D. Le "ratemeter".
- E. L'enregistreur graphique.
- F. Le compteur auxiliaire à traction directe.
- G. La réserve à chromatogrammes.

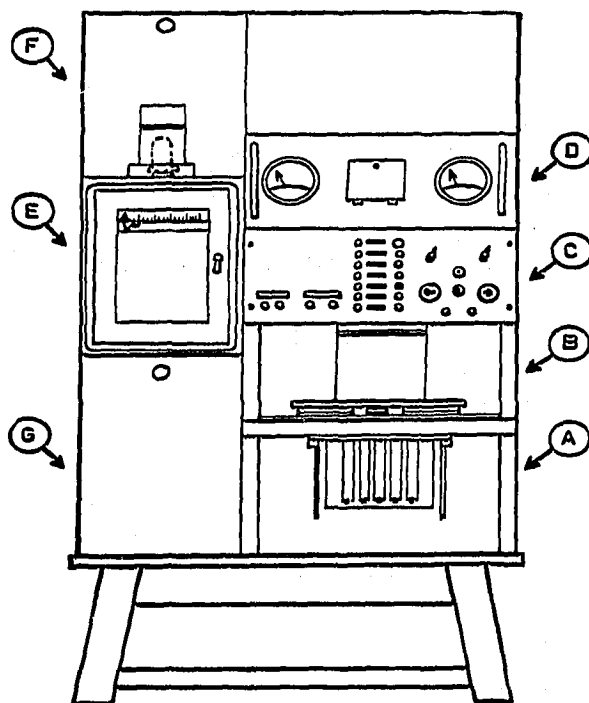


Fig. 3. Disposition générale des organes. A = Mécanisme de déroulement de la bande sans fin. B = Château de plomb mobile avec tube G.M. incorporé. C = Tableau de commande pour l'ensemble de l'appareil. D = Ratemeter linéaire et logarithmique "ECKO". E = Appareil enregistreur "Chauvin & A.". F = Château de plomb auxiliaire pour examen rapide des bandes. G = Réserve de chromatogrammes.

#### A. Le système d'entraînement des chromatogrammes

Tout comme le bloc "moteur magasin" du "Rectigraphe", celui qui entraîne la bande sans fin isolante est fourni avec 3 paires de roues dentées permettant, dans le modèle "normal" les vitesses 240, 120, 60, 30 et 15 mm à l'heure; celles-ci conviennent parfaitement et le changement d'une paire d'engrenages est simple et rapide.

Cet ensemble aisément amovible (Fig. 4) se suspend horizontalement sous l'ouverture d'une plaque d'acier de 8 mm d'épaisseur qui est solidaire du bâti et supporte le château de plomb à glissières.

A cet effet, la plaque de suspension est pourvue à l'arrière de deux ergots simi-

lares à ceux de l'enregistreur et, à l'avant, de deux pattes agrippant deux autres ergots ajoutés sur les flancs du bloc magasin.

Sur la platine du bloc magasin, une réglotte transversale en "plexiglass" surélève la bande transporteuse juste sous la fente de mesure, elle fait office de tendeur pour les chromatogrammes en vue d'assurer une géométrie de comptage reproductible.

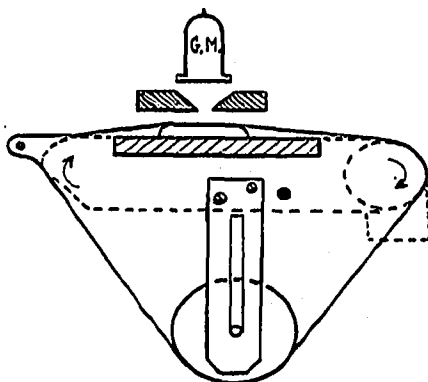


Fig. 4. Coupe du dispositif entraîneur.

Le cas échéant, un rouleau de "plexiglass" de 10 cm de diamètre, suspendu à l'intérieur de la bande accentue encore, par son poids, la tension; il est guidé par deux pattes enfichables sur les flancs du bloc magasin.

La réglotte en "plexiglass", également amarrée sur les flancs du "bloc magasin", porte, incrustées de part et d'autre à petite distance des bords, deux lamelles ressort qui, en l'absence de bande transporteuse, sont chacune en contact électrique franc avec une patte d'acier inoxydable maintenue à plat, sur les côtés de la réglotte, par une lame en acier à ressort instantanément amovible (Fig. 5).

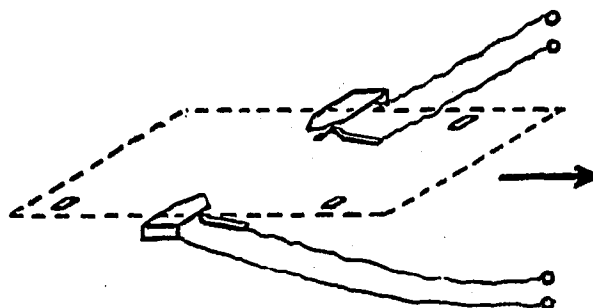


Fig. 5. Réalisation des déplacements et du repérage.

En fonctionnement, les deux côtés de la bande transporteuse glissent entre les deux parties du contact qui, de ce fait, demeurent ouvertes excepté au passage des perforations.

La bande sans fin dont on prépare à l'avance quelques exemplaires de longueur optimum (65-85 cm) est utilisable un grand nombre de fois; c'est une feuille d'acétate de cellulose de 2/10 mm d'épaisseur, découpée à la largeur et poinçonnée aux cotes du papier enregistreur. La jonction, après un léger amincissement des extrémités, est soigneusement collée à l'aide du minimum de liquide spécial pour film photographique en respectant évidemment l'espace entre les perforations.

Enfin, sous la platine, à l'intérieur du bloc, une plaque de plomb de plus de 1 cm d'épaisseur sert à améliorer le blindage vis-à-vis du rayonnement général des autres chromatogrammes.

### B. Le château de plomb mobile (Figs. 6-9)

Le blindage mobile du tube compteur consiste essentiellement en un cylindre de plomb avec parois de 5 cm d'épaisseur, coulé entre deux tubes de fer sertis sur une plaque d'acier ( $250 \times 370 \times 18$  mm) supportant l'ensemble; il est coiffé d'un couvercle de plomb de même épaisseur.

Au-dessus de la plaque, derrière le château proprement dit, se trouve l'écrou de bronze qui entraîne l'ensemble dans son déplacement latéral par la rotation de la vis mère (diam. 14 mm, pas 1 mm) (Fig. 6).

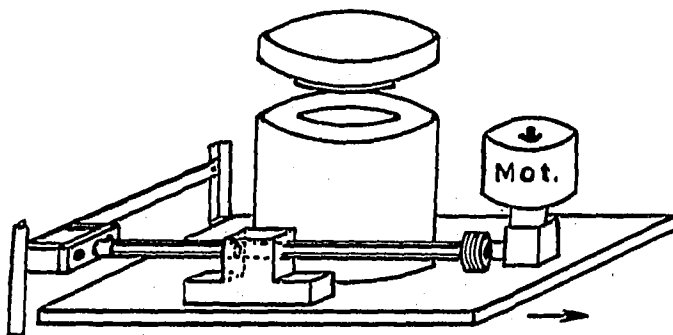


Fig. 6. Mécanisme du château de plomb.

Un côté de celle-ci est solidement amarré au bâti et l'autre est terminé par un accouplement caoutchouté relié directement à la démultiplication du moteur à renversement de marche; celui-ci est fixé au bâti et entraîne la vis à une vitesse de 1 à 2 tours à la seconde.

Sous la plaque d'acier se trouvent les parties femelles des quatre glissières (bronze) et un plateau circulaire en acier de 2 cm d'épaisseur percé en son centre d'un trou de 3 cm de diamètre et, dans le sens avant-arrière d'un tunnel où coulisent les blocs de bronze qui forment la fenêtre ajustable (Fig. 7), un ressort interne situé au fond du tunnel assure le contact permanent entre les deux blocs formant la fenêtre, le tout étant retenu par une goupille traversant la plaque d'acier sur l'avant du château. Nous pouvons ainsi obtenir les largeurs de fenêtres de 0.5, 1, 2, 5, 10 et 20 mm, la longueur étant toujours de 2.5 cm.

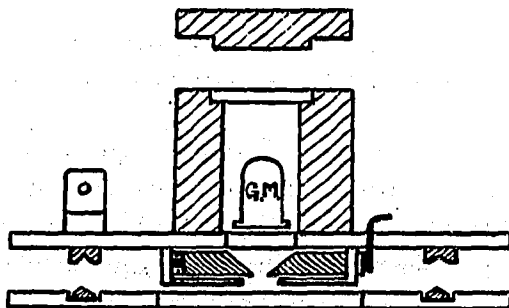


Fig. 7. Coupe dans le château de plomb.

A l'arrière de la plaque mobile se trouvent encore deux réglettes isolantes pourvues l'une de trois, l'autre de cinq encoches, correspondant aux positions d'arrêt du tube compteur au-dessus des différentes pistes (Fig. 8); leurs rôles est d'actionner momentanément les contacts de maintien de l'alimentation du moteur après cessation de l'impulsion de commande du déplacement.

Le tube compteur actuellement utilisé est du type à fenêtre en bout, à vie illimitée (EW<sub>3</sub>H de 20th Century); il est suspendu de manière réglable par son socket au centre d'un cylindre d'aluminium assurant sa protection mécanique et son centrage.

Il s'avère cependant que certains isotopes émetteurs  $K$  tels  $^{153}\text{Gd}$  et  $^{109}\text{Yb}$  sont pratiquement indétectables avec le compteur de Geiger; son remplacement par un détecteur à cristal scintillant s'impose.

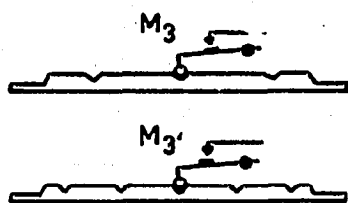


Fig. 8. Réglettes des contacts de positions.

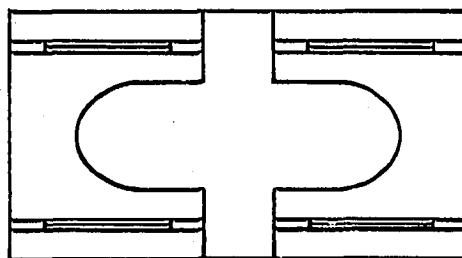


Fig. 9. Plaque support avec glissières.

Enfin, tout cet assemblage peut se déplacer latéralement sur la partie mâle des glissières en fonte, ajustées sur une plaque d'acier solidaire du bâti; celle-ci possède l'ouverture nécessaire à la course du plateau circulaire (Fig. 9).

### C. Le panneau général de commandes

Sur le devant du panneau sont réunies les commandes suivantes, le schéma des raccords étant sur la Fig. 10.

1. Interrupteur général	I <sub>1</sub>	
2. Avance des chromatogrammes	I <sub>4</sub>	
3. Alimentation du "ratemeter"	I <sub>2</sub>	
4. Alimentation de l'enregistreur	I <sub>3</sub>	
5. Index marqueur des repères	I <sub>6</sub>	
6. Alimentation du moteur	I <sub>5</sub>	
7. Commande manuelle du déplacement	B <sub>1</sub>	
8. Sens de marche du château	I <sub>7</sub>	
9. Réglage de la vitesse du déplacement	R <sub>1</sub>	
10. Choix du programme	I <sub>8</sub>	{ (a) pas de déplacement (b) position centrale ou extrémités (c) 3 pistes espacées de 4 cm (d) 5 pistes espacées de 2.5 cm

Les particularités du fonctionnement électrique sont détaillées ci-dessous:

(a) Les positions de repos correspondant aux différentes pistes ou aux fins de course sont obtenues par l'ouverture des contacts de maintien M<sub>3</sub> (3 pistes) et M<sub>3</sub>'

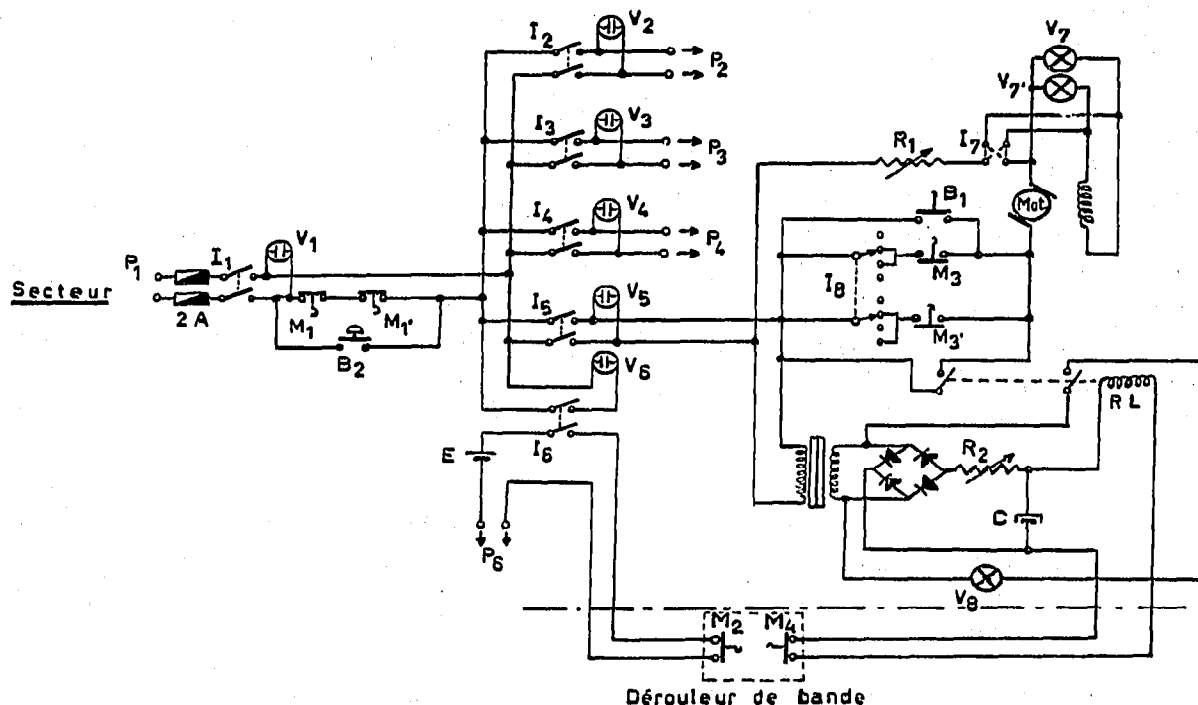


Fig. 10. Alimentation générale et déplacement du château de plomb.

$I_1.P_1.V_1$	Alimentation générale	$M_4.V_8$	Contact de changement de piste- voyant
$I_2.P_2.V_2$	Alimentation "ratemeter"	Mot.	Moteur de déplacement du château pour changer de piste
$I_3.P_3.V_3$	Alimentation enregistreur	$R_1$	Ajustage de la vitesse du moteur- voyant
$I_4.P_4.V_4$	Avance de la bande	$R_2.C$	Ajustage de la durée d'enclenchement du relais
$I_5.V_5$	Déplacement du château de Pb	$B_1$	Changement manuel de piste
$I_6.P_6.V_6$	Marqueur vers entrée enregistreur	$B_2$	Réarmement du programme
$I_7.V_7.V_7'$	Sens de déplacement du château	RL	Relais de changement automatique de piste
$I_8$	Choix du programme (0, 1, 3, 5 pistes)		
$M_1.M_1'$	Micro-switch de fin de programme		
$M_2.E$	Contact des repères—pile sèche		
$M_3.M_3'$	Micro-switch de positionnement du château		

(5 pistes) par l'intermédiaire des encoches prévues dans les deux réglettes isolantes solidaires du chariot.

Lorsque les parties plates des réglettes poussent sur les contacts  $M_3$  ou  $M_3'$  (Fig. 8) ceux-ci sont maintenus fermés et le déplacement se poursuit jusqu'au cran adjacent.

(b) Le changement de piste s'amorce par le pontage momentané du contact  $M_3$  ou  $M_3'$  durant 2 à 3 sec, soit à la main par un bouton poussoir, soit automatiquement par la fermeture du relais (RL); à chaque tour de piste celui-ci se ferme une seule fois.

Dès que le déplacement a fermé  $M_3$  ou  $M_3'$  le déplacement se poursuit jusqu'à l'encoche adjacente.

(c) Comme le déroulement des bandes chromatographiques est relativement lent (15 à 240 mm/h), on ne peut obtenir directement la durée adéquate (2-3 sec) de fermeture du contact d'amorçage  $M_4$  par le simple fait du passage de la perforation de la bande tractrice entre ses pôles.

Afin que le relais (6 V) n'enclenche qu'une seule fois par tour de piste, le temps

juste nécessaire à l'amorçage du déplacement, malgré la persistance beaucoup plus longue de la fermeture de  $M_4$ , nous avons eu recours à l'artifice suivant:

Un condensateur C ( $2000 \mu\text{F}$ , 15 V) est chargé, en permanence, à travers une résistance variable  $R_2$ , ajustée à une valeur telle que, en régime d'équilibre, le courant passant dans la bobine du relai soit insuffisant pour le maintenir fermé. Comme en fonctionnement, le contact  $M_4$  reste normalement ouvert, isolé par la bande tractrice, le condensateur demeure chargé à la tension de pointe fournie par le redresseur (12 V environ).

Lors du passage de la perforation, le contact  $M_4$  est brusquement établi, le relai branché directement sur le condensateur chargé ferme énergiquement et se maintient ainsi quelques secondes seulement en vidant la charge du condensateur qui lui ne peut recharger à la tension de pointe tant que le contact  $M_4$  reste fermé.

(d) Les contacts  $M_1$  et  $M_1'$  sont des "micro-switches" de fin de course; en fin de programme, ils coupent l'alimentation générale.

#### D. Le "ratemeter"

Nous utilisons le "Ratemeter" N522 A de EKCO; son courant de sortie, relativement important (5 mA pour la déviation totale), permet en effet l'utilisation d'un enregistreur galvanométrique de prix très raisonnable.

Ses gammes de mesure vont de 3 à 10,000 coups par seconde pour la déviation totale avec 0.2, 1, 5, 20 ou 80 sec de constante de temps; ce choix est fixé d'une part par la vitesse de déroulement et la largeur de la fente et, d'autre part, par l'activité mesurée.

Récemment, nous avons complété cette installation avec une gamme logarithmique à 3-4 modules (0.1 à 1000 ou 1 à 10,000 à la sec) dont le principe est basé sur la caractéristique quasi-logarithmique de la tension (0.1 à 0.4 V) aux bornes d'une diode à jonction au silicium, en fonction du courant direct qui la traverse.

#### E. L'enregistreur graphique

Nous utilisons le "Rectigraphe" (Chauvin et Arnoux) (sensibilité: 5 mA pour la déviation totale); c'est essentiellement un galvanomètre à cadre mobile dont le tracé est rendu rectiligne par un dispositif mécanique particulier de l'articulation du bras de l'aiguille. L'élongation maximum est de 13 cm (Fig. 2).

Un micromoteur synchrone entraîne le papier enregistreur à vitesse constante; le modèle normal utilisé possède trois jeux d'engrenages aisément amovibles donnant les vitesses suivantes: 15, 30, 60 et 120 mm/h.

Il est à remarquer que nos chromatogrammes étant actuellement développés sur 50 cm et plus, nous enregistrons toujours à une vitesse sous-multiple du déroulement, par exemple, déroulement à 240 mm/h et enregistrement à 60 mm/h avec constante de temps de 20 sec ou, si les activités sont trop voisines du fond continu, déroulement à 60 mm/h et enregistrement à 15 mm/h avec constante de temps de 80 sec.

De cette manière, nous avons directement un enregistrement de format commode et suggestif ( $15 \times 20$  cm).

On notera sur la Fig. 2 que la trace est interrompue périodiquement par des retours brusques de la plume sous la ligne du zéro à chaque passage d'une perforation repère de la bande entraîneuse. L'enregistrement en est fort peu affecté et les mesures de  $R_F$  sont ainsi rendues aisées et précises.



Le dépassement inverse du zéro est nécessaire pour distinguer nettement le marqueur sur un faible fond continu; on l'obtient sans peine en insérant, avec la polarité convenable, une pile de 1.5 V en série dans le circuit cadre mobile-contact marqueur-enregistreur (E, Fig. 10).

#### *F. Le compteur auxiliaire à traction directe*

Dans les cas où l'on désire enregistrer l'activité d'une seule bande dont la longueur ne dépasse pas 20 cm, nous avons prévu d'utiliser directement la traction du papier enregistreur pour déplacer le chromatogramme.

Ce dernier est fixé, à l'aide de ruban adhésif, sur une réglotte de verre qui coulisse horizontalement sous un autre tube compteur monté au-dessus et un peu en retrait de l'enregistreur proprement dit.

L'extrémité avant de la réglotte de verre est munie d'un ruban de toile dont l'autre bout, passant par une ouverture pratiquée dans le dessus du caisson du rectigraphie juste au-dessus du papier enregistreur, est fixé au milieu de ce dernier au moyen de ruban adhésif. Un petit rouleau facilite le glissement du ruban de toile au coude et un "microswitch" arrête le déroulement à l'arrivée de la latte de verre dans l'étrier de fin de course.

#### *G. La réserve à chromatogrammes*

Une douzaine de plaques de verre (40 × 25 cm) glissant dans des rainures pratiquées dans des flancs en bois servent à stocker momentanément un grand nombre de bandettes nécessitant éventuellement d'autres examens (décroissance, absorption, etc.).

#### REMERCIEMENT

L'auteur tient à remercier l'Institut des Sciences Nucléaires pour les crédits qui lui ont permis cette réalisation ainsi que Messieurs E. JEUNEHOMME et R. CONTRARDY, qui l'ont aidé efficacement dans la réalisation mécanique et le câblage.

#### RÉSUMÉ

Dans l'appareil décrit, un bloc "moteur-magazin" identique à celui de l'enregistreur graphique, est utilisé pour obtenir le défilement successif des chromatogrammes sous le tube compteur; l'enregistrement est d'un format réduit commode.

Une bande sans fin, en acétate de cellulose, porte jusqu'à 15 bandes de papier de 20-25 cm utile, réparties sur 5 pistes espacées de 2.5 cm ou 3 bandes de 50-80 cm utile, réparties sur 3 pistes espacées de 4 cm.

Après exploration d'une piste, le tube compteur et son château de plomb se déplacent latéralement jusqu'à la suivante.

Le reste de l'installation est classique; il comporte un "ratemeter" suivi d'un enregistreur à plume rectilinéaire de prix modique, du type à cadre mobile.

#### SUMMARY

An apparatus is described in which a unit identical to that of the graphic recorder is used to move the chromatograms successively under the counter tube; the record is of a conveniently reduced size.

An endless strip made of cellulose acetate carries up to 15 paper bands of 20–25 cm effective length, arranged on 5 tracks at a distance of 2.5 cm from each other, or 3 bands of 50–80 cm effective length, arranged on 3 tracks spaced at 4 cm.

After scanning one track, the counter tube with its lead casing moves sideways to the next track.

The rest of the set-up is classical; it consists of a ratemeter connected to a not too expensive rectilinear pen recorder of the moving coil type.

*J. Chromatog.*, 9 (1962) 96–105