

DISPOSITIF AUTOMATIQUE DE TRANSFERT DE GAZ (TRITIUM, DEUTERIUM, HYDROGENE)

J.L. Morgat, J. Desmares et M. Cornu
Service de Biochimie, CEN Saclay, B.P. no. 2, 91190-Gif-sur-
Yvette, France.

Received on February 6, 1975.

SUMMARY

For a very long time numerous devices have been proposed to compress the tritium gas stocked under reduced pressure. The Toepler pump is nevertheless the most utilized apparatus for this purpose, despite many disadvantages. To avoid the troubles of a conventional vacuum line, an automatic gas transfert machine has been built.

INTRODUCTION

Une caractéristique commune aux diverses méthodes de synthèse de molécules tritiées est l'utilisation du tritium sous forme de gaz. Livré en ampoules scellées, sous pression réduite, le tritium gazeux doit être transféré dans un dispositif qui permet la mesure de son volume et de sa pression, et l'acheminement d'une quantité prédéterminée de gaz dans l'enceinte où il sera amené à réagir. Ces manipulations sont effectuées classiquement dans des appareillages en verre, connectés par un jeu de robinets à une pompe Toepler et à des pompes à vide, (1) (2) (3) (4) (5). Le schéma de tels appareillages est donné par la figure (1).

L'utilisation de ces dispositifs en verre fait apparaître des inconvénients qui peuvent être sérieux. Le premier réside dans le fonctionnement de la pompe Toepler qui implique le déplacement de près de 20 kilogrammes de mercure. Une erreur dans la manipulation des robinets peut se solder par le bris de la pompe Toepler, la dispersion du mercure et du gaz tritium. Si le mercure vient à entrer en contact avec la graisse lubrifiant les robinets, le mercure est souillé et tout l'appareillage doit être démonté. Le second inconvénient concerne les robi-

nets de verre. Ils doivent être graissés pour être étanches et tourner librement. Si la graisse est molle, elle est rapidement expulsée et le robinet impose un effort qui peut entraîner le bris de la canalisation. Plus grave encore est la réaction progressive induite par le rayonnement β^- du tritium avec les graisses qui perdant progressivement leurs caractéristiques, durcissent tout en devenant fortement radioactives. Les démontages ou les réparations d'appareillages en verre ayant contenu du tritium deviennent alors extrêmement dangereux et ne peuvent être entrepris que par des spécialistes munis d'équipements de protection particuliers.

Ces inconvénients nous ont amené à construire un appareillage d'emploi plus simple évitant les erreurs de manipulation, robuste et offrant la possibilité de prélever sur un stock de tritium, la quantité nécessaire à une tritiation. La construction d'un tel appareillage, pourvu d'un dispositif automatique de prélèvement de gaz, est décrite dans la présente note.

DESCRIPTION ET CARACTERISTIQUES DU DISPOSITIF DE TRANSFERT DE GAZ

L'appareillage (figure 2) est composé d'un cylindre et d'un piston en

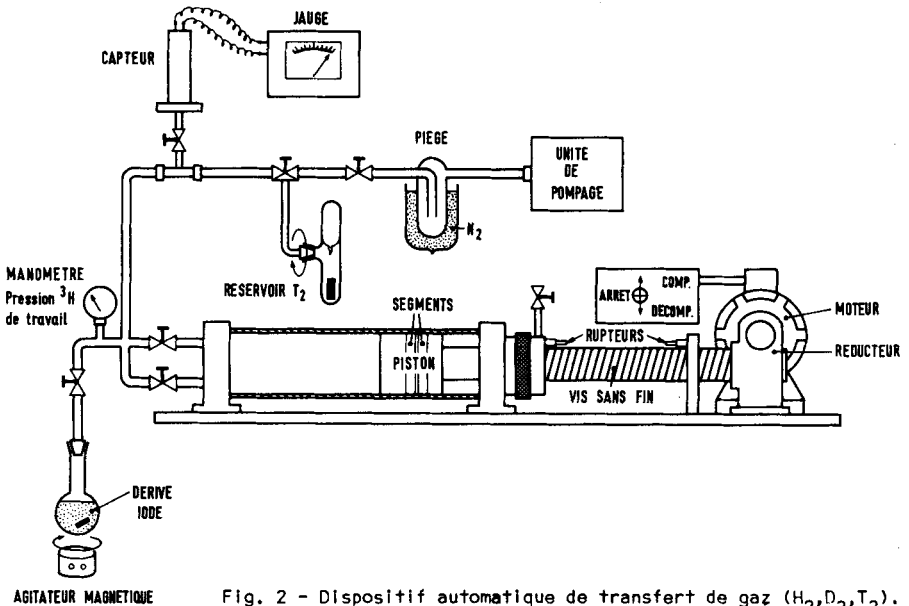


Fig. 2 - Dispositif automatique de transfert de gaz (H_2, D_2, T_2).

acier inoxydable (18-10) reposant sur un banc de travail rectifié et renforcé par 4 tirants (longueur : 90 cm, largeur 50 cm). Le piston est entraîné dans sa course par une vis sans fin guidée par un coulisseau de poussée. Le piston est actionné par un moteur électrique (MAP 58 B4, 1400T/M Ragonot) accouplé à un réducteur de vitesse (rapport 1/60).

L'étanchéité du cylindre est réalisée par l'intermédiaire de deux bouchons vissés étanches grâce à la présence de joints toriques internes en viton et téflon. D'autre part, l'étanchéité du piston est assurée par deux joints en viton graphité rendus indéformables par un joint torique exerçant une compression sur celui-ci. Deux segments supplémentaires équipent ce piston pour assurer un bon guidage. La traversée de l'axe dans la partie vissée (bouchon) est de mêmes conceptions.

La commande électrique du moteur est assurée à l'aide d'un interrupteur 3 positions (compression, décompression, point mort central) qui sollicite deux relais (relais Epx 3.10 A). Le dispositif est également équipé de deux fins de course de sécurité entraînant l'arrêt automatique du moteur. Ce système permet aussi de limiter la course du piston et d'étendre la gamme d'utilisation de pressions.

Le bouchon traversé par l'axe de poussée est muni d'une sortie afin d'éviter toute dépression et surpression. L'autre bouchon est équipé de deux passages soudés (diamètre : 6 mm) sous argon.

L'une des sorties est reliée à la pompe à diffusion et l'autre au réacteur où s'effectue la tritiation des composés. Les canalisations sont en acier inoxydable (18-10) ainsi que les robinets (vannes Hoke réf. 7122 G6YMM) qui permettent d'isoler le réacteur, le manomètre, les deux capteurs de jauge à vide, la pompe, le cylindre ainsi que le réservoir de gaz tritium. Ce dispositif peut être équipé de capteurs de vide primaire et secondaire. Le manomètre de contrôle utilisé (Air Liquide) et gradué de -1 à +1,5 bars, a été choisi pour son faible volume mort. Le raccordement du réacteur est rendu étanche par l'intermédiaire d'un joint torique placé sur le cône (10/19) en acier inox doré par galvanoplastie afin d'éviter toutes corrosions dues aux solutions salines utilisées.

L'ensemble de l'appareillage équipé des instruments de mesure est représenté par la figure (3).

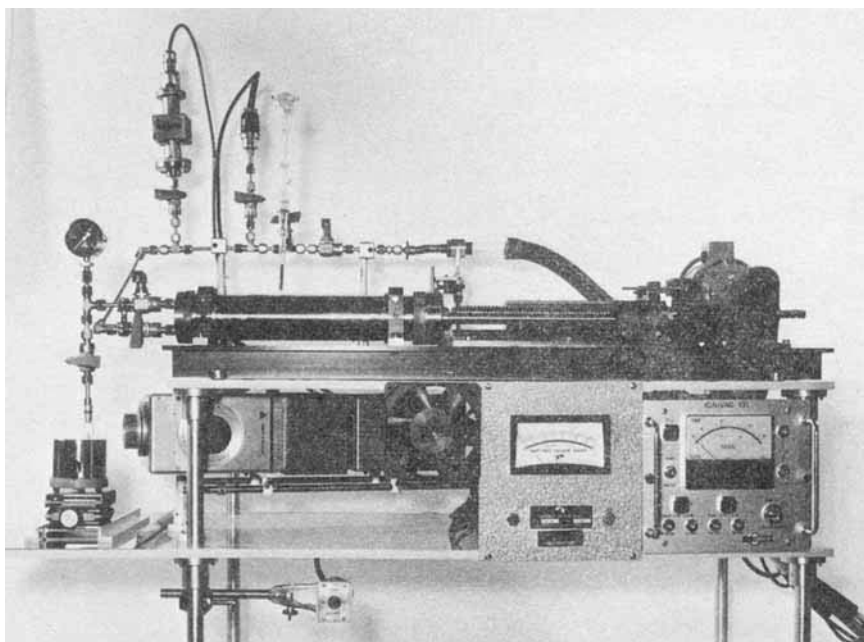


Fig. 3 - Vue d'ensemble de l'appareil et de ses accessoires.

PREPARATION ET FONCTIONNEMENT DU DISPOSITIF DE TRANSFERT DE GAZ

1. Mise sous vide.

Un vide primaire et secondaire (10^{-4} Torr) est obtenu à l'aide d'une pompe à diffusion (Cie Baudouin) après ouverture des vannes (A,B,C,D,E) qui permettent d'effectuer le vide dans l'ensemble de l'appareil (capteur de jauge à vide, canalisations, cylindre, manomètre et réservoir de gaz tritium). De plus le piston a été positionné de façon à opérer avec un volume maximal (500 cm^3). Le réacteur contenant le produit à tritier (ou à hydrogéner) est adapté sur un rodage conique correspondant muni d'un joint torique. La solution aqueuse contenue dans le réacteur étant congelée au préalable par de l'azote liquide, le vide est alors obtenu dans celui-ci par l'intermédiaire de la vanne (F).

2. Transfert du gaz tritium (ou H₂, D₂).

Après fermeture des vannes (A,C), le gaz tritium contenu dans une ampoule scellée est détendu dans les canalisations non-isolées et le cylindre. A l'aide de l'inverseur placé sur "compression", le déplacement du piston permet ainsi de transférer partiellement le gaz (90% de la pression) vers le réacteur (vanne D fermée). Deux déplacements supplémentaires du piston permettent de récupérer totalement le gaz, et de vérifier au manomètre la pression obtenue. Le gaz tritium non-consommé lors de la réaction est ensuite transféré dans le cylindre et dirigé vers un four à uranium pyrophorique (vannes E, D fermées) par l'intermédiaire d'une dérivation en amont de la vanne (D). Celui-ci peut être également pompé et évacué vers des installations appropriées. Durant ces différentes manipulations, la vanne (G) est ouverte afin d'éviter des surpressions et dépressions. Cette vanne est également reliée aux gaines d'aspirations par mesure de sécurité en cas d'avarie des segments d'étanchéité.

CONCLUSION

Ce dispositif automatique de transfert de gaz tritium répond aux problèmes particuliers liés à la manipulation du tritium utilisé dans la synthèse de composés organiques. Il est en effet impératif, étant donné la toxicité de l'eau tritiée, d'assurer une parfaite étanchéité au système. Celle-ci est assurée par le montage de vannes spéciales, l'utilisation de brides à emboitements et joints métalliques ainsi que de segments spéciaux d'étanchéité en T.F.E. graphité. Le montage effectué, le spectromètre à hélium n'a révélé aucune fuite (Leakseeker, $\leq 7,5 \times 10^{-5}$ cc/sec.). Après un dégazage effectué dans l'ensemble du dispositif lors de la première mise en service, le vide limite de 10^{-4} Torr est atteint rapidement chaque fois, à l'aide d'une pompe secondaire. Afin d'éprouver l'appareil on a transféré puis comprimé le gaz d'une ampoule de tritium (10 curies) dans le réacteur et enregistré au manomètre, 10 jours après, une perte de pression égale à 0,05 Bar ce qui confirme une bonne étanchéité de l'ensemble du dispositif malgré les propriétés de diffusion du gaz tritium. On notera

que cette étanchéité est réalisée en l'absence de graisses dont on a rappelé l'instabilité et les inconvénients en atmosphère de tritium. En effet, les matières organiques comme les graisses utilisées sont instables en atmosphère tritiée et présentent, après contact avec le tritium, un réel danger de contamination du personnel au cours de manipulations. Pour éviter cet inconvénient, l'appareil ne présente aucun point de graissage. En effet, les nombreux robinets de la pompe Toepler et des canalisations nécessitaient l'emploi de graisse à vide qui au cours du temps, par oxydation, perdait ses propriétés et rendait impossible leur manipulation. De plus, la graisse en présence de gaz tritium se décompose sous l'effet des rayonnements β^- et peut fausser les mesures de consommation de gaz. L'appareil commandé manuellement permet par surcroît d'obtenir toute une gamme de pressions requises pour certaines expériences. Néanmoins cet appareil peut fonctionner automatiquement. Après remplacement des vannes (A et B) par des électrovannes, et le réglage du volume du cylindre déterminé par le déplacement automatique du piston, cette machine peut être utilisée comme distributeur automatique de gaz. Si cet appareil est employé pour manipuler des gaz radioactifs comme le tritium, il doit être obligatoirement placé dans une enceinte sous dépression et correctement ventilée. Il présente par rapport à l'ancien système les avantages suivants :

1. Cet appareil réalisé peut être modifié partiellement, démonté et remonté sans difficulté ;
2. Son transport ne nécessite aucune précaution particulière ;
3. L'absence de mercure permet d'éviter des réactions entre ce métal très altérable et des composés organiques soumis à une réduction ;
4. Toutes les connections sont réalisées avec des matériaux qui ne nécessitent aucun graissage ;
5. Ce dispositif fonctionne automatiquement et peut être asservi à des systèmes programmés ;
6. Son encombrement est relativement faible par rapport à un montage en verre ;
7. Contrairement aux appareils en verre, cette pompe en acier inoxydable ne requière aucune attention particulière lors de son manèment.

REFERENCES

1. Wilsbach K.E., *J. Am. Chem. Soc.*, 79, 1013 (1957).
2. Glascock R.F. et Reinius L.R., *Proceedings of the Second Radioisotopes Conference, Oxford*, vol. 1, p. 262 (1954).
3. Williams D.L. et Ronzio A.R., *U.S. Atomic. Commission Report A.E.C.U. 2126*.
4. Evans E.A., *Tritium and its Compounds*, London, Butterworths (1966).
5. Feinendegen L.E., *Tritium-labelled molecules in biology and medicine*, New York and London, Academic Press (1967).