

**- RAPPORT C.E.A. n° 545 -**

**Service de Chimie physique**

**DEPOTS ELECTROPHORETIQUES DE BORE, SUR PLAQUES DE  
DURALUMIN DESTINES A DES MESURES  
DE FLUX DE NEUTRONS**

**par**

**F.M. LANG, P. MAGNIER, C. FINCK**

**DEPOTS ELECTROPHORETIQUES DE BORE, SUR PLAQUES DE DURALUMIN  
DESTINES A DES MESURES DE FLUX DE NEUTRONS**

par

F.M. LANG, P. MAGNIER et C. FINCK

**Sommaire.** - Préparation de dépôts de bore en couche d'environ 1 mg par cm<sup>2</sup>, sur des plaques de 8 cm de diamètre en duralumin.

**Introduction.**

Les dépôts de bore destinés aux chambres d'ionisation étaient, jusqu'à présent, préparés au Commissariat à l'Energie atomique par pulvérisation de carbure de bore sur un enduit de silicate de sodium [1].

Nous avons cherché à mettre au point un procédé permettant l'utilisation la plus quantitative possible de bore élément, le but final étant l'emploi de bore enrichi en bore-10, coûteux et d'approvisionnement difficile.

Le procédé décrit par O. FLINT [2] nous a semblé un moyen d'atteindre ce but. Il consiste en une électrophorèse de bore en grains de diamètre inférieur à 10 μ dans divers milieux dont le meilleur est le méthanol. Cet auteur obtient un dépôt cataphorétique en préparant une suspension de 2 à 20 pour cent (quantité optimum 10 pour cent) de bore amorphe dans du méthanol contenant, précédemment dissous, 1 pour cent de tanin et 0,5 à 10 pour cent (quantité optimum 5 pour cent) de collodion en solution dans l'acétone. Cette suspension est maintenue à 38 °C sous une tension de 60 V. Après 10 mn, un dépôt de bore adhérent est obtenu sur un cylindre de cuivre ou d'acier.

L'application de ce procédé à des tentatives de dépôt sur plaque de duralumin ne nous a pas donné de résultats satisfaisants. Mais nous avons abouti au procédé suivant, que nous commenterons après l'avoir exposé.

## MODE OPERATOIRE.

### a) Préparation de la suspension colloïdale (1).

On emploie une quantité de bore correspondant à 30 mg de bore pur, pour une surface de dépôt de 38 cm<sup>2</sup>, soit 0,8 mg au cm<sup>2</sup>. Ce bore est mélangé dans un mortier de Pyrex avec 1 g de tanin, 1 ml de solution de chlorure de magnésium à 1 pour mille dans le méthanol et 5 ml de solution de nitrate de cellulose à 10 pour cent dans l'acétone. Ce mélange est soigneusement trituré avec un pilon de Pyrex, repris par 5 ml d'acétone et dilué par 125 ml de méthanol anhydre. Cette suspension est immédiatement introduite dans la cellule d'électrophorèse.

### b) Appareil.

Il est formé (figures 1) d'une cellule cylindrique de verre de 10 cm de diamètre et de 5 cm de hauteur. Les électrodes sont deux plaques de duralumin de 9 cm de diamètre. L'anode placée à la partie inférieure de l'appareil porte la plaque sur laquelle doit se faire le dépôt. La cathode est perforée de nombreux trous de 3 mm de diamètre pour permettre une bonne circulation de la suspension. Des petits tenons d'environ 2 mm d'épaisseur, disposés autour de la cathode, facilitent cette circulation. Les deux électrodes sont séparées par une rondelle de polyéthylène de 2 mm d'épaisseur servant à la fois d'isolant et de cache pour certaines parties de la plaque. L'ensemble est fixé de façon très rigide pour réaliser le parallélisme des deux électrodes, distantes de 4 mm.

### c) Electrophorèse.

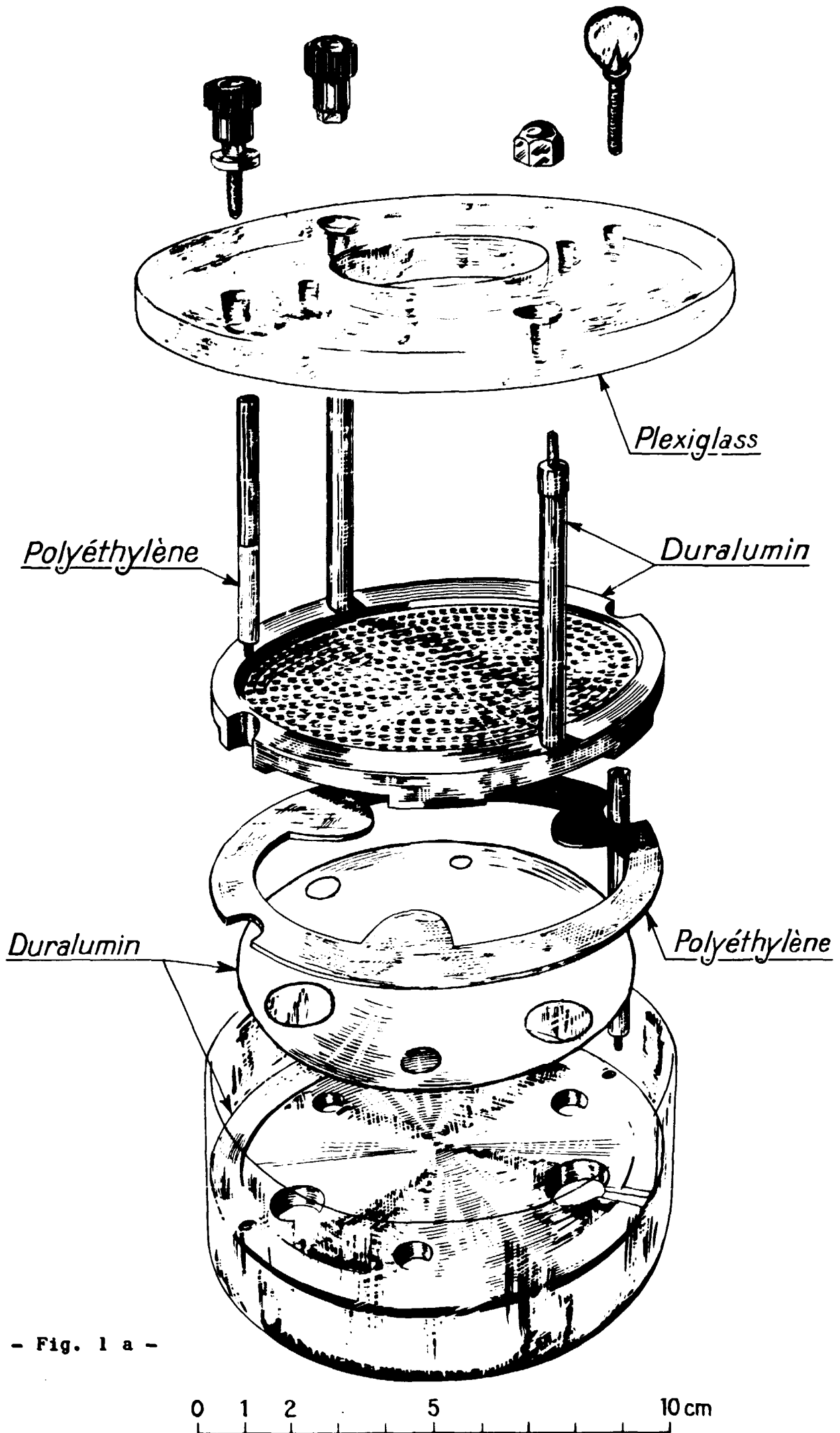
Initialement, la température de la suspension doit être voisine de 20 °C. Par passage du courant, elle s'élève et doit atteindre en 2 ou 3 mn 34 °C et s'y maintenir sans les dépasser.

A cet effet, la cellule d'électrophorèse est placée dans un bain d'eau que l'on réchauffe ou refroidit suivant les besoins. Une température plus basse ralentit l'opération et donne des dépôts incomplets ; plus élevée, elle provoque la formation d'alumine et de pellicules non adhérentes.

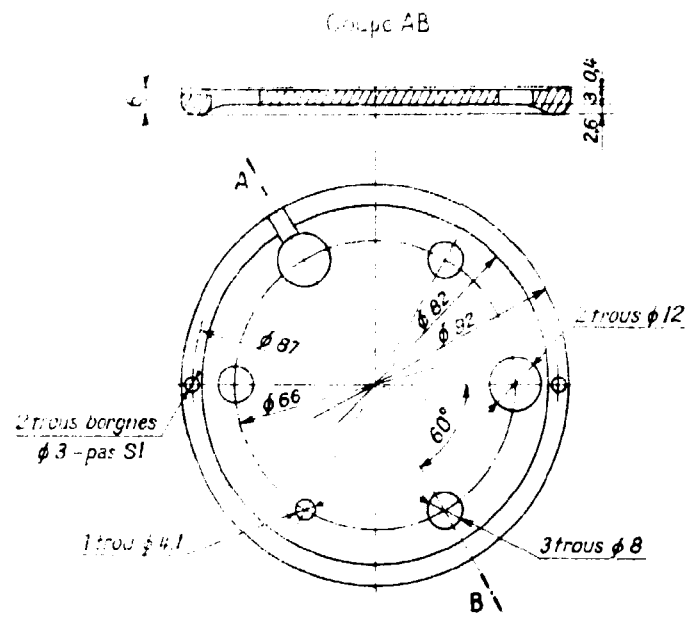
Pour une tension fixe de 120 V, avec l'appareil décrit, l'intensité décroît du début à la fin de l'opération d'environ 330 à 200 mA. Cette valeur initiale de 330 mA s'est montrée nécessaire pour obtenir de bons résultats ; en pratique, si, au début de l'opération, l'intensité se trouve trop faible, il est possible d'élever la tension jusqu'à 145 V, mais il faut la ramener à 120 V dès les pre-

---

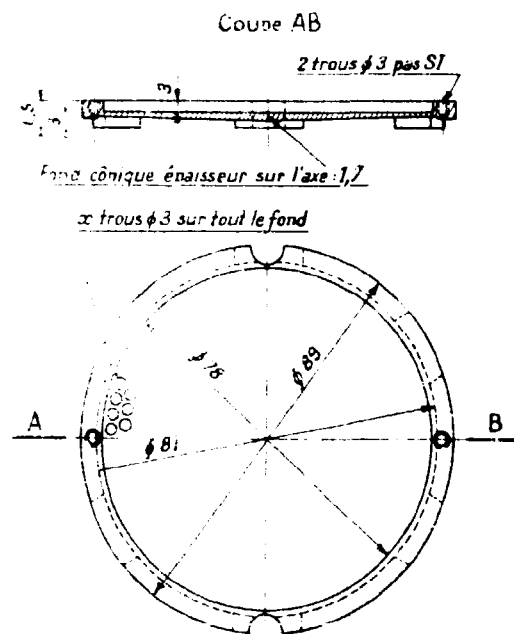
(1) Pour le contrôle des matières premières, voir l'annexe.



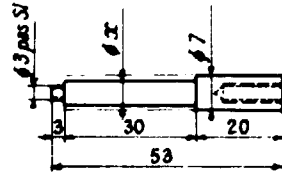
- Fig. 1 a -



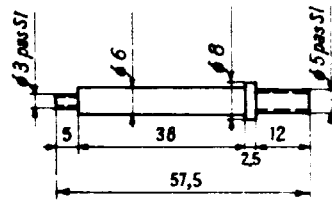
- Fig. 1 b -



- Fig. 1 c -

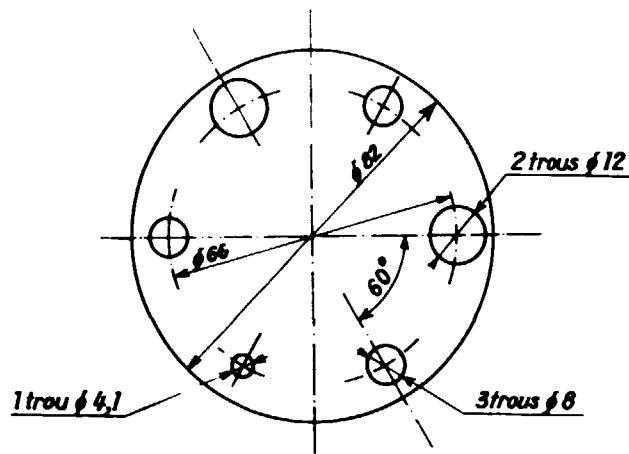


X = à ajuster avec un tube de polyéthylène  
2 pièces (dural)



2 pièces (dural)

- Fig. 1 d -



- Fig. 1 e -

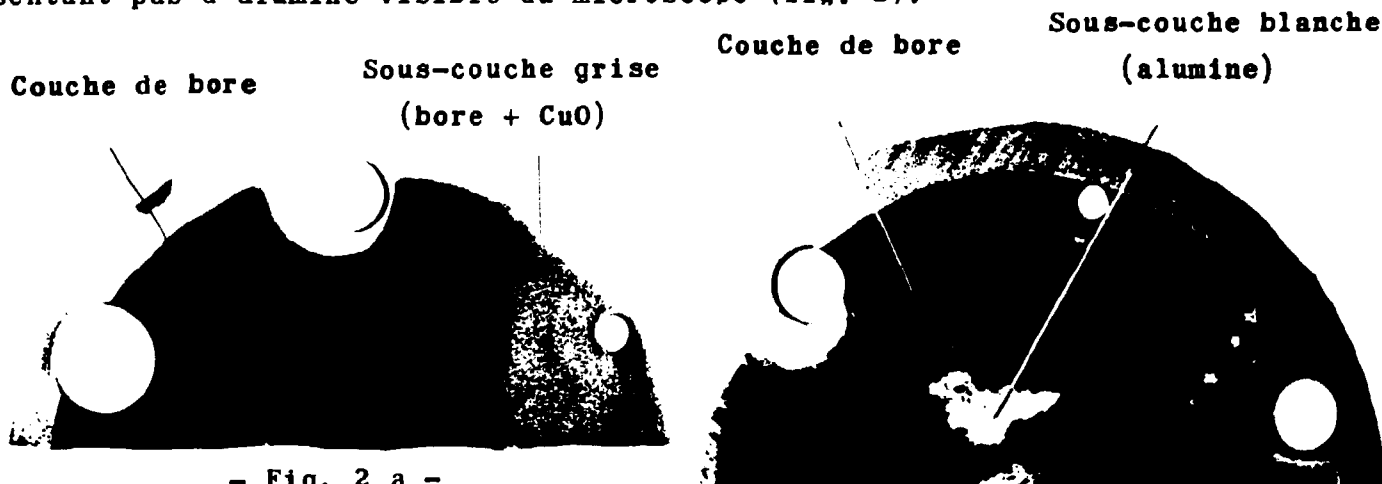
mières minutes. Cette valeur de 120 V a été fixée empiriquement comme étant la plus favorable en employant l'appareil décrit ci-dessus.

Pendant l'opération, la cellule doit être agitée énergiquement 3 à 4 fois par minute pour maintenir la suspension et favoriser la circulation.

Le temps de dépôt total du bore est de 8 à 10 mn, puis la plaque est rapidement dégagée de la cellule, lavée dans un bain d'acétone et séchée à l'air.

d) Aspect du dépôt.

La surface du bore déposé est d'un velouté uniforme, noir ou brun très foncé. Au microscope, le dépôt apparaît comme une juxtaposition de petits amas à relief régulier, sans forte surépaisseur ni profonde crevasse. En frottant avec le doigt, on met à nu une sous-couche grise (bore et CuO) très adhérente ne présentant pas d'alumine visible au microscope (fig. 2).



- Fig. 2 a -

Bon dépôt

- Fig. 2 b -

Mauvais dépôt

e) Conservation des plaques.

Le bore amorphe à l'état très divisé s'oxyde facilement à l'air ; il est donc bon de stocker les plaques sous vide ou en atmosphère d'argon en attendant leur montage dans les chambres remplies précisément de ce gaz.

ESSAI D'INTERPRETATION DU PHENOMENE.

Pour que le bore soit transporté dans un temps acceptable sur la plaque de duralumin, il faut lui conférer des charges suffisantes, ce qui est le rôle du tanin. Le bore se charge alors négativement <sup>(2)</sup> puisqu'il se déplace vers

---

(2) Dans les conditions opératoires décrites ci-dessus, le transport se fait quantitativement à l'anode. Sans tanin, nous avons pu observer des dépôts incomplets de bore à la fois sur les deux électrodes : dans ses expériences, FLINT observait un dépôt cathodique.

l'anode. En milieu méthylique, le tanin est un électrolyte ; l'électrolyse produit une attaque de la plaque avec formation d'alumine. Nous avons constaté, dans des expériences préliminaires, que le dépôt pouvait se faire en absence de chlorure, mais il n'est pas adhérent, le bore étant toujours inséré dans une couche épaisse d'alumine.

Il est possible d'éviter la formation de cette couche d'alumine par addition de certains corps solubles dans le méthanol et capables de dissoudre l'oxyde à mesure de sa formation. Le chlorure de magnésium donne de bons résultats. Dans ces conditions, on trouve, en fin d'opération, de l'aluminium dissous dans le méthanol, alors que l'on ne peut déceler la présence de cet élément en absence de chlorure, la plaque étant alors recouverte d'alumine.

L'électrolyse est donc un phénomène secondaire, connexe à l'électrophorèse. Cette juxtaposition nous semble de même nature que celle observée par EGERER et LANDSBERG [3] étudiant l'électrophorèse et l'électrosédimentation des suspensions (alumine-carbonates alcalino-terreux) en milieu non aqueux.

#### DEPOT EN MILIEU ACETIQUE.

Dans le but de vérifier le bien fondé de notre hypothèse, nous avons cherché à remplacer le tanin et le chlorure par un produit susceptible à lui seul d'apporter les charges au bore et de dissoudre l'alumine formée.

Parmi les nombreux produits essayés dans ce but, l'acide acétique (0,1 ml dans les 125 ml d'alcool) a donné de bons résultats ; mais ils sont irréguliers. Un léger excès d'acide provoque une attaque trop prononcée de la plaque et le dépôt ne peut pas se produire, alors qu'en présence d'une quantité insuffisante, le bore ne se dépose que trop lentement.

#### CONCLUSION.

Il est possible d'obtenir par électrophorèse des dépôts de bore sur le duralumin à condition d'employer un milieu apportant des charges nécessaires au transport du bore et détruisant l'alumine anodique, sans attaque trop rapide du support.



A N N E X E

I - MATIERES PREMIERES -

a) Le bore. En employant du bore amorphe "Prolabo" sans addition de  $Mg Cl_2$ , nous avons pu obtenir irrégulièrement des dépôts ; l'analyse a montré que la teneur de ces produits en bore élément variait de 50 à 60 pour cent, le reste étant formé d'une importante part d'acide borique, avec, en plus de la silice, des chlorures et des oxydes de magnésium, d'alcalino-terreux, d'aluminium, fer, manganèse, cuivre. Des traitements à l'eau et à l'acide fluorhydrique ont permis d'en tirer du bore titrant environ 90 pour cent. Il faut rajouter du chlorure de magnésium à ce bore pour obtenir des dépôts adhérents.

Nous avons aussi utilisé :

- du bore amorphe Denimex (USA) ; sa composition est très voisine du bore purifié obtenu précédemment ;

- du bore enrichi en bore-10 de provenance américaine de pureté d'environ 95 pour cent ; il est de granulométrie trop grossière pour être utilisé tel quel. Nous l'avons pulvérisé à l'aide d'un mortier et pilon en carbure de bore actionnés mécaniquement.

b) Les tanins commerciaux sont fréquemment impurs, la conductibilité électrique de leurs solutions est alors notablement supérieure à celle du produit pur. Leur purification se fait par dissolution dans l'alcool méthylique (environ 750 g au litre), précipitation partielle par addition d'éther (environ 5 fois le volume d'alcool utilisé), élimination par filtration du précipité contenant les impuretés et évaporation sous vide de la solution. Il est cependant possible d'utiliser tel quel du tanin commercial lorsque l'emploi de ce tanin ne conduit pas à une élévation de conductibilité supérieure à 25 pour cent de la valeur normale. Il suffit dans ce cas de diminuer la quantité de tanin proportionnellement à l'élévation de conductibilité observée.

c) Le collodion sert uniquement à maintenir le bore en suspension ; on peut en faire varier les proportions entre de larges limites sans rien changer au résultat. Par contre, la qualité du nitrate de cellulose entrant dans sa préparation doit être telle que l'on puisse obtenir des viscosités suffisantes.

Le coton poudre CA<sub>4</sub> E 140 de la Poudrerie nationale de Bergerac nous a donné de très bons résultats.

d) L'alcool méthylique doit être anhydre ; ce résultat est facilement obtenu en distillant avant l'emploi le produit commercial en présence de chaux vive

pulvérisée ou de calcium en copeaux.

e) L'acétone et le chlorure de magnésium anhydre employés sont des produits "R P" Prolabo.

B I B L I O G R A P H I E

- [1] LABEYRIE J., LALLEMANT C., WEILL J.  
- Chambre d'ionisation à dépôt de carbure de bore ( $B_4C$ ) pour la mesure des flux de neutrons thermiques.  
J. Phys. Radium, 1951, 12, 32A-36A
- [2] FLINT O.  
- U.S. 2 536 734 Patd. Janv. 2, 51
- [3] EGERER Fr. A., LANDSBERG G.  
- Z. Elektrochem. Ber Bunsenges  
- Phys. Chem. Dtsch, 1955, 59, 3, 207-222

Manuscrit reçu le 19 avril 1956.

## A D D I T I F

### Dépôt sur aluminium et brillalumag.

Le mode opératoire décrit ci-dessus permet également des dépôts sur aluminium 99,9 pour cent ou sur brillalumag 3 (97,0 pour cent Al ; 3,0 pour cent Mg), à condition de maintenir l'intensité aux valeurs indiquées. A cet effet, la tension appliquée aux bornes de la cellule d'électrophorèse doit être portée à 150-200 V pour l'aluminium et 180-220 V pour le brillalumag. En même temps, il est nécessaire d'augmenter le refroidissement du bain.

**FIN**