



**HAL**  
open science

# Utilisation des étincelles glissantes pour l'analyse spectrale dans l'ultraviolet lointain. Possibilité de détection et dosage du soufre, du phosphore et du carbone dans les aciers

Germaine Balloffet, Jacques Romand

► **To cite this version:**

Germaine Balloffet, Jacques Romand. Utilisation des étincelles glissantes pour l'analyse spectrale dans l'ultraviolet lointain. Possibilité de détection et dosage du soufre, du phosphore et du carbone dans les aciers. *Journal de Physique et le Radium*, 1955, 16 (6), pp.490-491. 10.1051/jphys-rad:01955001606049001 . jpa-00235199

**HAL Id: jpa-00235199**

**<https://hal.science/jpa-00235199>**

Submitted on 4 Feb 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**UTILISATION DES ÉTINCELLES GLISSANTES  
POUR L'ANALYSE SPECTRALE  
DANS L'ULTRAVIOLET LOINTAIN.  
POSSIBILITÉ DE DÉTECTION ET DOSAGE DU SOUFRE,  
DU PHOSPHORE ET DU CARBONE  
DANS LES ACIERS**

Par M<sup>lle</sup> Germaine BALLOFFET  
et M. Jacques ROMAND,

Laboratoire des Hautes Pressions, Bellevue.

Parmi les éléments qu'il est difficile de détecter avec les techniques habituelles de l'analyse spectrale nous remarquerons les halogènes, les gaz rares et les métalloïdes, dont les raies intenses sont dans l'ultraviolet lointain [1], [2], [3]. Jusqu'à présent, cette région spectrale n'était pas utilisée pour l'analyse par suite de difficultés expérimentales dont la principale provient du fonctionnement instable de l'étincelle dans le vide. On peut tourner cette difficulté en utilisant une étincelle ordinaire dans une atmosphère transparente (azote ou argon) avec une fenêtre (fluorine par exemple) entre l'étincelle et la fente [4]. Mais cette méthode présente des inconvénients : nécessité d'utiliser un gaz pur, pollution de la fenêtre, limitation en longueur d'onde.

Il nous a semblé intéressant d'examiner au point de vue de l'analyse spectrale les possibilités des étincelles glissantes dont le fonctionnement est plus stable que celui des étincelles dans le vide. Le premier problème que nous avons abordé est celui de la recherche du soufre, du phosphore et du carbone dans les aciers (<sup>1</sup>). Des essais de dosage de ces éléments avaient déjà été faits à l'aide de raies situées au voisinage de 2 000 Å. Le phosphore peut ainsi être dosé avec la raie 1774,94 Å (P<sub>I</sub>) jusqu'à 0,005 pour 100 [4] et avec la raie 2136,19 Å (P<sub>I</sub>) jusqu'à 0,01 pour 100 [6]; pour le soufre la raie 1807,37 Å (S<sub>I</sub>) permet d'atteindre 0,002 pour 100 [4]; enfin la raie 2296,86 Å (C<sub>III</sub>) permet de doser le carbone jusqu'à 0,06 pour 100 [7].

(<sup>1</sup>) Nous sommes heureux de remercier M. l'Ingénieur militaire en chef Lœuille du Laboratoire Central de l'Armement pour l'intérêt qu'il a témoigné dès l'origine à ce travail, ainsi que M. Laurent de l'I. R. S. I. D. qui nous a obligeamment fourni des échantillons dosés.

Mais toutes ces raies sont situées dans une région où le spectre du fer est très riche, le dosage est donc délicat et exige des appareils ayant un pouvoir de résolution élevé; au contraire le spectre du fer est relativement peu riche entre 1200 et 700 Å (avec nos conditions d'excitation), et dans cette région on observe, entre autres, le spectre du phosphore, du soufre et du carbone plusieurs fois ionisés.

Nous utilisons l'étincelle sous vide décrite par ailleurs [5]. Nous avons adopté la disposition 1 de cette référence avec un écartement des électrodes de 2,8 mm. La disposition 4 est également utilisable. Le générateur a souvent été décrit : 25 000 V, 0,75 μF, 14 μH, pilotage par un éclateur rotatif dans l'air monté en série, au rythme de 30 étincelles. mn. Rappelons que des précautions doivent être prises concernant le nettoyage des électrodes et du support, ainsi que le réglage de l'écartement [5]. Le spectrographe utilisé était muni d'un réseau en incidence normale de 570 traits/mm et 1 m de rayon donnant dans le premier ordre une dispersion de 17,8 Å/mm. Une pose de 80 s (40 étincelles) est suffisante.

Nous avons choisi des raies éloignées des raies du fer et nous avons retenu les raies : 950,669 et 1118,586 Å de P<sub>IV</sub> ; 933,382 et 944,517 Å de S<sub>VI</sub>, ainsi que 977,026 et 1176 Å de C<sub>III</sub> (la « raie » 1176 Å comprend plusieurs composantes non résolues par notre appareil). Les raies que nous utilisons sont celles d'ions dont la couche externe ne contient qu'un électron (S<sub>VI</sub>) ou deux électrons (C<sub>III</sub>, P<sub>IV</sub>) c'est-à-dire d'ions ayant une configuration de la couche périphérique analogue à celle des atomes alcalins ou alcalinoterreux, et cette analogie est peut être la raison de la sensibilité de ces raies. Nous ne savons pas si cette sensibilité est supérieure à celle des raies habituellement considérées comme ultimes (C<sub>I</sub> : 1656,998 Å, P<sub>I</sub> : 1774,942 Å, S<sub>I</sub> : 1807,37 Å) et nous n'avons pas pu faire la comparaison, le spectre d'arc n'apparaissant pas dans notre source.

On emploie une technique classique de photométrie photographique par rapport à une raie de référence du fer prise dans la même région spectrale. Les concentrations limites détectables ont été évaluées à 0,005 pour 100 pour le soufre et le phosphore et 0,01 pour 100 pour le carbone. D'autre part, dans les conditions où nous opérons les écarts entre les points expérimentaux et la droite de dosage restent inférieurs à 20 pour 100 sur la concentration pour des teneurs de l'ordre de 0,05 pour 100; ces écarts, actuellement supérieurs aux limites d'erreur du dosage chimique, sont dus à plusieurs causes parmi lesquelles nous retiendrons : les erreurs locales sur les plaques sensibilisées, les mesures densitométriques sur des spectres de moins de 2 mm de hauteur, les difficultés de réglage optique, enfin la reproductibilité de la source. Il semble que l'utilisation de récepteurs photovoltaïques associés à des circuits intégrateurs permettrait d'éliminer en majeure partie ces difficultés.

Manuscrit reçu le 8 avril 1955.

- [1] HARRISON G. R. — *Metals and Alloys*, 1936, **7**, 290.  
[2] MEGGERS W. F. — *J. Opt. Soc. Amer.*, 1941, **31**, 39.  
[3] Mc NALLY J. R., HARRISON G. R. et ROWE., *J. Opt. Soc. Amer.*, 1947, **37**, 93.

- [4] BILLS K. M. — Communication au Congrès de Spectroscopie de Gmunden, 1954. *Spectrochimica Acta*, 1955 (à paraître).
- [5] ROMAND J. et BALLOFFET G. — *J. Physique Rad.*, 1955, **16**, 489.
- [6] BRECKPOT R. et MARZEC K. — *Bull. Soc. Chim. belg.*, 1949, **58**, 280.
- [7] BRECKPOT R. et GOBERT C. — *Bull. Soc. Chim. belg.*, 1950, **59**, 102.
-