

Le strontium -90, son identification et son dosage spécialement dans le lait

Autor(en): **Miserez, A.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **49 (1958)**

Heft 1

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982524>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Le strontium — 90, son identification et son dosage spécialement dans le lait

Par A. Miserez

(Service fédéral de l'hygiène publique, Berne)

II.*)

Introduction

Comme nous l'avons dit dans notre précédente publication nous exposons maintenant les modes opératoires des méthodes que nous avons élaborées et utilisées pour faire les mesures de radioactivité dont nous avons alors parlé.

Principes et Modes opératoires

Nous décrivons pour le lait les opérations chimiques concernant:

1. Le dosage de la radioactivité totale;
2. Le dosage titrimétrique du potassium au «Kalignost» d'après *Flaska* et *Abdine*;
3. Le dosage de la radioactivité des oxalates insolubles;
4. La minéralisation partielle;
5. Le dosage et l'identification du strontium-90.

1. Radioactivité totale

Principe: On incinère, à double, 150 ml de lait. On met les cendres en solution et on soumet au comptage, dans un compteur à liquide de *Veall*, les solutions ainsi obtenues.

Réactif: Acide chlorhydrique à 10 % (1+3).

Verrierie: Cylindres gradués de 25 ml, en verre pyrex, de précision normale et bouchés à l'émeri. Le diamètre intérieur ne sera pas supérieur à 1,5 cm.

Appareillage: Lampe infra-rouge ou épiradiateur.

Mode opératoire: Evaporer à sec une première portion de 50 ml de lait (**), sous une lampe infra-rouge, dans une capsule de platine ou de quartz transparent. L'évaporation terminée, brûler prudemment sur une petite flamme, puis incinérer en mettant durant 20 minutes dans un four à 500° C. (Peser éventuellement cette fraction, après l'avoir reprise par l'eau et mise au four une deuxième fois durant 20 minutes, pour connaître la teneur en cendres.) Mettre alors dans la même capsule une deuxième portion de 50 ml de lait et opérer comme pour la

*) I. voir ces «Travaux» 48, 468 (1957).

**) Acidifié ou non avec 5 ml d'acide chlorhydrique à 10 %.

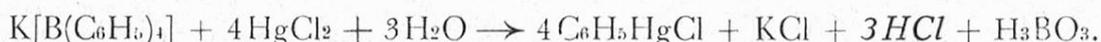
première. L'opération est répétée une troisième fois avec les derniers 50 ml de lait. Finalement, la capsule contient les cendres plus ou moins grises de 150 ml de lait; les dissoudre dans 10 ml d'acide chlorhydrique à 10 % en chauffant la capsule couverte d'un verre de montre sur un bain-marie durant quelques instants. Filtrer le charbon sur un filtre S & S *) 589₂ de 7 cm de diamètre, laver à chaud la capsule puis le filtre avec 5 ml d'acide chlorhydrique à 10 %, puis encore avec 10 ml d'eau. Brûler le filtre, dissoudre son résidu dans 2 à 3 ml d'acide chlorhydrique à 10 % et l'ajouter aux filtrats que l'on a réunis dans un cristalliseur de 50 ml. Concentrer, sous une lampe infra-rouge, jusqu'à 8 ml environ. Transvaser alors quantitativement à l'aide d'eau distillée cette solution acide des cendres dans un cylindre gradué de 25 ml ad hoc. Ajuster à 15,0 ml avec de l'eau à la température voulue.

Prélever 10 ml de cette solution (correspondant à 100 ml de lait) et les soumettre au comptage dans un compteur à liquide de *Veall* étalonné au potassium-40.

Le comptage terminé, réunir les 15 ml de la solution des cendres dans un ballon jaugé de 200 ml, rincer le compteur et le cylindre gradué. Après avoir mis au trait, utiliser cette solution des cendres pour le dosage du potassium tout d'abord, puis pour la précipitation des oxalates insolubles.

2. Dosage du potassium

Principe: On précipite, d'après *Kohler M.* (1953), le potassium de la solution légèrement acide des cendres, sous forme de tétraphényl-borate de potassium que l'on filtre, lave puis dissout dans l'acétone. On fait réagir cette solution acétonique sur du chlorure mercurique d'après *Flaska et Abdine* (1955). Il y a mise en liberté d'acide chlorhydrique selon l'équation:



On titre l'acide chlorhydrique ainsi libéré en quantité proportionnelle au potassium.

Réactifs: Acide chlorhydrique à 10 % (1+3)

Solution de tétraphényl-borate de Na («Kalignost») à 1,2 %: Dissoudre 1,2 g de tétraphényl-borate de sodium dans 100 ml d'eau distillée, ajouter environ 0,5 g d'hydroxyde d'aluminium (Merck, puriss. et sans alcali), agiter quelques instants et filtrer sur un filtre S & S 595 après avoir laissé reposer durant 5 minutes. Si la solution passe trouble, la remettre sur le filtre jusqu'à ce qu'on obtienne un filtrat absolument limpide. Cette solution se conserve bien dans un flacon en verre de Jena ou pyrex.

Solution de lavage: Diluer 10 ml de la solution de «Kalignost» à 1,2 % ci-dessus, à 100 ml avec de l'eau.

*) Schleicher & Schuell.

Solution aqueuse saturée de chlorure de mercure-(II): Dissoudre 15 g de chlorure de mercure-(II) dans 200 ml d'eau à 50° C et filtrer. Une cristallisation après refroidissement ne gêne pas.

Acétone neutre.

Solution aqueuse d'iodure de potassium à 10 ‰.

Soude caustique 0,1n: En déterminer le titre par rapport à la solution d'acide chlorhydrique 0,100n ci-après, en utilisant l'indicateur de «Tashiro» comme lors du titrage du potassium proprement dit. Contrôler également la neutralité des réactifs utilisés (solution de chlorure de mercure-(II), acétone, eau distillée, solution d'iodure de potassium) par un essai à blanc. Tenir compte à chaque dosage de la valeur éventuellement obtenue pour cet essai à blanc.

Acide chlorhydrique 0,100n «Titrisol» Merck.

Indicateur de «Tashiro»: Dissoudre 26 mg de rouge de méthyle et 13 mg de bleu de méthylène dans 100 ml d'alcool à 90° neutre.

Mode opératoire: Faire ce dosage à double pour chaque incinération; la différence entre les 2 résultats doit être inférieure à 3 mg K/100 ml de lait.

Pipetter 5 ml de la solution dont on veut doser le potassium et obtenue selon 1 dans un erlenmeyer de 100 ml à large col avec bec. Après avoir dilué à 50 ml avec de l'eau distillée et mélangé avec une baguette de verre, ajouter 1,5 ml d'acide chlorhydrique à 10 ‰, puis lentement en mélangeant 10 ml de la solution de «Kalignost» à 1,2 ‰.

Après 6 minutes (contrôler au moyen d'une montre de laboratoire) filtrer sous vide sur un filtre à plaque de verre fritté Jena 15 G4. Récolter le filtrat dans un erlenmeyer de 300 ml se trouvant dans un vase à filtrer sous vide selon Witt *) (figure 1). Laver trois fois le précipité avec 2 à 3 ml de la solution de

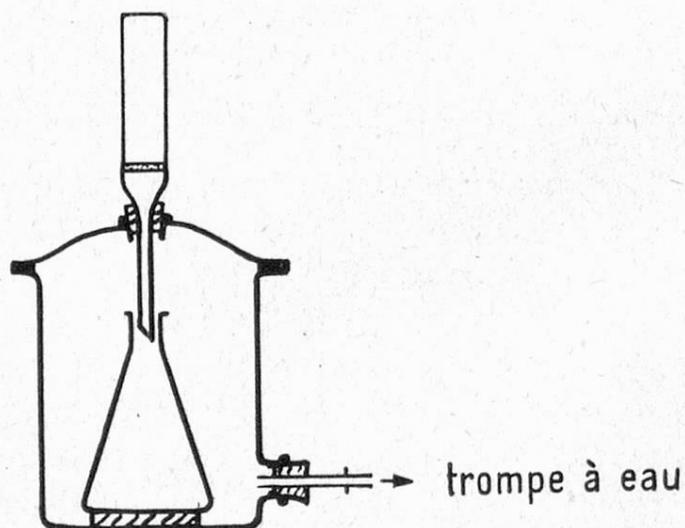


Fig.1

*) Si l'on n'a pas à sa disposition un tel vase, effectuer la filtration à l'aide d'une bouteille à essorer que l'on rincera à fond avant d'y faire passer la solution acétonique de tétraphényl-borate de potassium.

lavage. Bien essorer le précipité après chaque lavage; il n'est pas nécessaire, par contre, de le mettre quantitativement sur le filtre. Terminer le lavage par trois rinçages avec 1 à 2 ml d'eau distillée en essorant chaque fois. Laver d'autre part, à l'aide d'une pissette à eau distillée, la tige du filtre intérieurement et extérieurement. Remplacer l'erlenmeyer, contenant le filtrat (que l'on jette) et se trouvant dans le vase de *Witt*, par un autre erlenmeyer de 300 ml contenant 5 ml de la solution saturée de chlorure de mercure-(II).

Verser dans le filtre en verre fritté 5 ml d'acétone et favoriser la dissolution du précipité, en soi rapide, en remuant avec une baguette de verre. Faire le vide, la solution acétonique de tétraphényl-borate de potassium passe dans l'erlenmeyer contenant la solution de chlorure de mercure-(II) où elle réagit de suite avec le chlorure de mercure-(II), en formant des flocons de chlorure de phénylmercure-(II) (en présence de peu de potassium cette précipitation peut ne pas se produire). Terminer la dissolution et laver avec deux portions de 3 à 5 ml d'acétone, puis rincer deux fois avec 10 ml d'eau. Ajouter à la solution trouble contenue dans l'erlenmeyer, 30 ml d'eau distillée, puis laisser couler d'une burette 10 ml de soude caustique 0,1 n. Chauffer jusqu'à début d'ébullition, ôter immédiatement du feu et introduire 10 ml de la solution d'iodure de potassium. Mettre 4 à 5 gouttes d'indicateur de «Tashiro» et laisser couler d'une burette 1 à 2 ml d'acide chlorhydrique 0,100 n de plus qu'il n'en faut pour atteindre le virage au violet. Chauffer un instant à l'ébullition pour chasser le gaz carbonique et titrer en retour avec la soude caustique 0,1 n, après adjonction éventuelle d'encore 3 à 4 gouttes d'indicateur, jusqu'au virage très net au vert.

Calculs:

$$1) (a \cdot F - b) \cdot 1,3032 = \text{mg K}^+$$

a = ml NaOH 0,1 n

F = facteur de NaOH 0,1 n

b = ml HCl 0,100 n

$$2) \text{mg K}^+ \cdot 0,838 = \text{radioactivité provenant du } ^{40}\text{K} \text{ exprimée en } \mu\mu\text{c}^*).$$

Remarque: Les quantités de réactifs indiquées dans ce mode opératoire sont valables pour une prise contenant entre 2 et 10 mg de potassium. Si la prise contient entre 10 et 20 mg de potassium la précipitation se fera après dilution à 100 ml environ et la quantité de tous les réactifs utilisés doit être doublée.

3. Radioactivité des oxalates insolubles

Principe: On précipite le calcium de la solution des cendres sous forme d'oxalate en milieu faiblement acide. Ce précipité entraîne avec lui les autres oxalates insolubles dans les conditions données et qui peuvent être présents à l'état de traces impondérables (strontium, radium, uranium, thorium, terres rares, etc.). Les ions phosphates sont éliminés par lavage.

*) Voir a2) sous «Appendice».

Ces oxalates peuvent être filtrés et lavés sur un filtre de *Seitz*; le petit gâteau obtenu peut être mis, après séchage, sous un compteur de *Geiger-Müller* et soumis au comptage. Nous avons préféré calciner ces oxalates pour les dissoudre dans de l'acide chlorhydrique, puis soumettre la solution au comptage dans un compteur à liquide de *Veall*.

Réactifs: Acide chlorhydrique à 10 % (1+3)
Acide chlorhydrique à 20 % (1+1)
Ammoniaque à 10 % (3+4)
Acide oxalique
Acétate d'ammonium, solution aqueuse à 10 %
Oxalate d'ammonium, solution aqueuse à 1 %.

Verrerie: voir 1.

Mode opératoire: Transvaser quantitativement dans un bécher de 600 ml forme basse les 190 ml qui restent (après dosage du potassium) de la solution des cendres obtenue en 1. Ajouter à la solution, qui occupe un volume de 200 à 250 ml, 2 à 3 gouttes de méthylorange, puis de l'ammoniaque à 10 % jusqu'au virage *). Acidifier alors avec 10 ml d'acide chlorhydrique à 10 % puis chauffer à l'ébullition. Introduire 1 g d'acide oxalique. En agitant constamment, laisser alors couler lentement dans la solution maintenue à l'ébullition, à l'aide d'un entonnoir à goutte, environ 40 ml d'acétate d'ammonium à 10 % (le virage du méthylorange au jaune doit être complet). Maintenir encore à l'ébullition durant 5 minutes tout en agitant, puis laisser reposer durant 4 heures au moins. Il est alors possible de filtrer rapidement la solution sur un filtre S & S 589₂ de 7 cm de diamètre. Veiller à ce que le précipité reste autant que possible dans le bécher afin de pouvoir le laver à deux ou trois reprises par décantation avec la solution d'oxalate d'ammonium à 1 %. A l'aide de cette même solution faire finalement passer quantitativement le précipité sur le filtre. Laver encore avec la solution d'oxalate d'ammonium à 1 % jusqu'à ce que l'eau de lavage ne contienne plus d'ion chlore. Sécher, puis brûler le filtre et calciner les oxalates dans une petite capsule en platine, d'abord sur la flamme durant 15 minutes et finalement 1/2 heure à 900° C au four électrique. Après refroidissement dans un dessiccateur peser si l'on désire connaître la teneur en calcium (CaO). Eteindre prudemment l'oxyde de calcium obtenu, en l'arrosant avec 1 à 2 ml d'eau, puis dissoudre dans 4 ml d'acide chlorhydrique à 20 %. Transvaser la solution dans un cylindre gradué de précision normale de 25 ml bouché à l'émeri ad hoc; laver le creuset de platine à deux reprises avec 2 ml d'acide chlorhydrique à 20 % à chaud, transvaser chaque fois dans le cylindre, puis ajuster à 11,0 ml avec de l'eau et à la température voulue la solution se trouvant dans le cylindre. En prélever 10 ml et les soumettre au comptage dans un compteur à liquide de *Veall* étalonné.

*) Début du virage.

4. Minéralisation partielle

Principe: On met en solution les composants du lait, à part la graisse, par un traitement à l'acide nitrique à l'ébullition. On détruit par adjonction de formol les composés nitreux qui se forment. Il est alors possible de précipiter les «oxalates insolubles» (pratiquement le calcium) en même temps que certaines matières organiques. Après une première filtration et calcination, on répète la précipitation des oxalates purs.

Réactifs: Acide nitrique concentré puriss. ($d = 1,4$)
Formol à 35 %
Ammoniaque à 10 %
Acide oxalique
Acétate d'ammonium, solution aqueuse à 10 %
Oxalate d'ammonium, solution aqueuse à 1 %
Méthylorange, solution aqueuse à 0,1 %
Acide chlorhydrique à 20 % (1+1).

Verrerie: voir 1.

Mode opératoire: Introduire 200 ml de lait dans un ballon rodé pyrex de 500 ml; ajouter 42 ml d'acide nitrique concentré et chauffer à l'ébullition (prendre garde à la formation de mousse au début) après avoir ajusté le ballon sous un appareil de *Pien* (1954), ce qui permettra par la suite de distiller ou de chauffer à reflux à volonté. Distiller tout d'abord 140 ml, les éliminer. Chauffer alors à reflux (robinet central ouvert) jusqu'à dissolution complète du lait, la graisse mise à part (environ $\frac{3}{4}$ h). Chauffer encore de la même manière durant 1 h, puis ajouter 100 ml d'eau distillée et 10 ml de formol en 2 portions de 5 ml et en maintenant à l'ébullition faible. Transvaser quantitativement la solution avec la graisse dans un bécher de 800 ml forme basse en verre pyrex, ajouter de l'ammoniaque à 10 %, en agitant, jusqu'à formation d'un trouble et changement de la teinte de la solution. Chauffer à l'ébullition, toujours en agitant avec une baguette, ajouter encore 5 ml de formol et introduire 1 g d'acide oxalique, puis de l'acétate d'ammonium à 10 % jusqu'à obtention d'un $ph \approx 4$. Refroidir à environ $10^{\circ} C$ en remuant constamment. Filtrer rapidement les oxalates, la graisse et certaines autres matières organiques sur un filtre S & S 589₁ de 12,5 cm de diamètre. Tout lavage est inutile; sécher par contre à fond à l'étuve (1 nuit à $130^{\circ} C$). Brûler alors prudemment, puis calciner les oxalates d'abord faiblement puis à $800-900^{\circ} C$ dans une capsule en platine de préférence. Humecter avec un peu d'eau et avec précaution le résidu de calcination, le dissoudre dans 5 à 7 ml d'acide chlorhydrique à 20 %, diluer à 200—250 ml avec de l'eau et continuer (selon 3) les opérations pour la seconde précipitation des oxalates, après adjonction de 2 à 3 gouttes de méthylorange.

5. Dosage du strontium-90

Principe: On précipite le calcium comme oxalate en milieu faiblement acide. Le précipité entraîne avec lui le strontium-90 et l'yttrium-90 (entre autres). La grande quantité de calcium présent ne permet pas de mesurer directement la radioactivité, un enrichissement est nécessaire. D'ailleurs, même si l'on pouvait mesurer directement la radioactivité de cette fraction des sels minéraux, on ne serait pas assuré qu'elle provient exclusivement du strontium-90 et de l'yttrium-90. Pour ces raisons et parce que la séparation chimique du strontium par les méthodes analytiques classiques n'est pas des plus satisfaisante, nous dosons le strontium-90 indirectement, à l'aide de son descendant radioactif (substance-fille), l'yttrium-90, avec lequel il est en équilibre *).

La précipitation du calcium comme oxalate en milieu faiblement acide permet d'éliminer les ions phosphates. Après calcination et dissolution du précipité, il est alors possible d'isoler facilement l'yttrium-90. Il suffit d'ajouter à la solution, comme entraîneur («carrier»), un sel d'yttrium inactif, puis de précipiter l'hydroxyde d'yttrium par l'ammoniaque à l'ébullition. L'yttrium-90 est entraîné quantitativement.

Ainsi, l'enrichissement en radioisotope est obtenu. De plus, la mesure de la période de l'yttrium-90, effectuée simplement en répétant le comptage à des intervalles de temps connus, permet d'identifier l'yttrium-90 avec certitude.

L'hydroxyde d'yttrium peut entraîner avec lui d'autres radioisotopes que l'yttrium-90 (par exemple le radiocérium-144 que l'on rencontrera dans certaines denrées contaminées); il est néanmoins possible d'isoler l'yttrium-90 pur**). Pour cela on répétera la précipitation (la traite) de l'yttrium-90 après un certain temps durant lequel l'équilibre strontium-90/yttrium-90 aura pu se rétablir dans la solution-mère.

Réactifs: Acide chlorhydrique à 10 % (1+3)
Acide chlorhydrique à 20 % (1+1)
Ammoniaque à 10 % (3+4)
Acide oxalique
Acétate d'ammonium, solution aqueuse à 10 %
Oxalate d'ammonium, solution aqueuse à 1 %.
Entraîneurs

a) «Carrier»: Solution contenant 1 g de $YCl_3 \cdot 6H_2O$ dans 100 ml d'acide chlorhydrique à 1—2 %.

b) «Hold-back carrier»: Solution aqueuse à 5 % de chlorure de strontium.

Verrerie: voir 1.

*) D'après la formule: $\lambda_{Sr} N_{Sr} = \lambda_Y N_Y$

***) Voir encore sous «Remarques finales», p. 54.

Mode opératoire:

a) *Incinération*: Brûler et incinérer, dans une capsule de platine et par portions de 30 g, une quantité de poudre de lait en rapport avec la teneur présumée en strontium-90.

Pour un compteur à liquide tel que celui que nous avons généralement employé (type M₆ du catalogue d'août 1956 de la 20th Century Electronic, New Addington, Surrey), se baser sur le tableau 1 suivant:

Tableau 1

Teneur présumée en ⁹⁰ Sr. μμC/lit de lait reconstitué	Quantité approximative de poudre de lait à minéraliser	cpm enregistrés en plus du mouvement propre (au temps zéro)
	g	
≤ 2	1000	3 — 4
10	500	8 — 9
50	125	12 — 13
100	70	11 — 12
150	30	7 — 8

Il n'est pas nécessaire de conduire l'incinération avec toutes les précautions indiquées sous 1. Les pertes en potassium étant en effet sans importance, l'incinération peut être faite à une température supérieure à 500° C et sans attacher trop d'importance à la durée.

b) *Mise en solution des cendres et précipitation des oxalates*: Mettre les cendres en solution selon 1 et le tableau 2. Précipiter les oxalates selon 3 et le tableau 2. Filtrer, laver, sécher et calciner le précipité dans une capsule de platine selon 3.

Tableau 2

Quantité de poudre de lait minéralisée	HCl à 10% utilisé pour dissoudre les cendres	Volume de la solution des cendres (dilution avec de l'eau)	HCl à 10% à ajouter après la neutralisation avec NH ₄ OH à 10%	Acide oxalique à ajouter	Acétate d'NH ₄ à 10% à ajouter pour la précipitation *)
g	ml	ml	ml	g	ml
30	10 + 5	200 — 250	10	1	40
70	20 + 10	350	15	2,5	70
125	40 + 10	700	30	5	140
500	140 + 10	2 × 1000	2 × 40	2 × 10	2 × 200
1000	280 + 10	4 × 1000	4 × 40	4 × 10	4 × 200

*) L'acétate d'ammonium étant très hygroscopique, ces données ne peuvent être qu'approximatives.

Lorsque la quantité de poudre de lait minéralisée dépasse 250 g, conduire la précipitation séparément pour chaque 250 g (voir tableau 2). Réunir cependant les précipités sur un même filtre au cours de l'opération de filtrage et de lavage. Dans ce cas effectuer la filtration en s'aidant du vide sur un entonnoir de Büchner en verre de Jena S₇₀ recouvert d'un filtre S & S 589₂. Utiliser également un entonnoir de Büchner, en verre de Jena, de grandeur appropriée, pour filtrer les oxalates dès que la quantité de poudre de lait minéralisée dépasse 50 g.

c) *Mise en solution du précipité calciné*: Dissoudre le résidu de calcination (CaO), après l'avoir éteint prudemment avec un peu d'eau, dans un léger excès d'acide chlorhydrique à 20 % (voir tableau 3). Transvaser dans un erlenmeyer et diluer avec de l'eau jusqu'au volume approximatif indiqué dans le tableau 3.

Tableau 3

Quantité de poudre de lait minéralisée	Grandeur de l'erlenmeyer à utiliser	HCl à 20% utilisé pour la mise en solution du résidu de calcination	Volume de la solution après dilution avec de l'eau	Solution de chlorure d'yttrium ajouté comme entraîneur
g	ml	ml	ml	ml
30		3 — 4	30 — 40	3
70	150	6	30 — 40	3
125		12	30 — 40	3
500	300	50	110 — 120	4
1000	500	90	160 — 180	5

d) *Précipitation ou traite de l'yttrium-90*: Chauffer à l'ébullition la solution obtenue ci-dessus (baguette pour éviter les retards d'ébullition) durant 1 à 2 minutes pour chasser tout le gaz carbonique; ajouter pendant ce temps, comme entraîneurs, 3 ml de la solution de chlorure d'yttrium («carrier») et 5 ml de la solution de chlorure de strontium («hold-back carrier»). Toujours en maintenant l'ébullition, laisser couler goutte à goutte de l'ammoniaque à 10 % jusqu'à formation d'un trouble, puis en une fois encore 4 à 5 ml. Couvrir l'erlenmeyer avec un verre de montre et l'abandonner durant 15 à 20 minutes sur un bain-marie bouillant; le précipité se rassemble plus ou moins. En attendant préparer un entonnoir ad hoc avec filtre quantitatif S & S 589₁ de 7 cm de diamètre, humecté d'eau exempte de CO₂. Filtrer rapidement et autant que possible en décantant le précipité. *Noter le jour et l'heure (t₀ = 0 heure)*. Laver le précipité d'hydroxyde d'yttrium, avec de l'eau exempte de CO₂ et aiguisée d'ammoniaque, jusqu'à ce qu'on ne décèle plus l'ion chlore dans l'eau de lavage. Sécher alors le filtre et le précipité, puis brûler le filtre jusqu'aux dernières traces de charbon dans une petite capsule de platine. Dissoudre l'yttrium dans 3 à 4 ml d'acide chlorhydrique à 20 % à chaud, rincer à deux reprises la capsule avec 2 ml d'acide chlorhydrique à 20 % à chaud, introduire les solutions dans un cylindre gradué

de 25 ml ad hoc en filtrant éventuellement sur un très petit tampon de laine de verre. (On peut à la rigueur dissoudre le précipité directement sur le filtre sans le brûler, en l'arrosant avec de l'acide chlorhydrique à 20 %, goutte à goutte, jusqu'à obtention de 10 ml de solution.) Ajuster à 11,0 ml avec de l'eau et à la température voulue, mélanger, prélever 10 ml de la solution, les soumettre aussitôt au comptage dans un compteur à liquide de *Veall* étalonné. *Noter le jour et l'heure du début $t_{1.1}$ et de la fin $t_{1.2}$ du comptage:*

$$\frac{t_{1.1} + t_{1.2}}{2} = t_1^*)$$

Le comptage terminé, remettre la solution dans le cylindre gradué, sans rincer mais en égouttant bien et répéter le comptage après 3 jours et à nouveau après 10 à 15 jours en notant chaque fois le jour et l'heure (t_2, t_3, \dots). Comparer les valeurs de la radioactivité de l'yttrium-90 obtenues par comptage avec les valeurs théoriques calculées **).

Remarque. Si la radioactivité de la préparation ne diminue pas en concordance avec la période de l'yttrium-90, c'est que le précipité d'hydroxyde d'yttrium a entraîné avec lui d'autres radioisotopes que l'yttrium-90. Dans ce cas, traire à nouveau l'yttrium-90 (deuxième traite) après un temps suffisant pour que l'équilibre strontium-90/yttrium-90 ait pu se rétablir dans la solution-mère réacidifiée (≥ 16 jours = 6 périodes). Opérer comme pour la première traite (voir 5 d).

On peut aussi répéter la précipitation (deuxième traite) avant que l'équilibre strontium-90/yttrium-90 soit entièrement rétabli. On calculera dans ce cas, à l'aide de la formule 3 ***) , l'activité de l'yttrium-90 à l'équilibre.

Commentaires

A. Radioactivité totale selon 1

L'exactitude des résultats obtenus pour la radioactivité totale du lait dépend beaucoup du soin que l'on apporte à la minéralisation. En effet, les pertes en potassium ne sont pas négligeables si l'on dépasse la température de 500° C au cours de l'incinération (voir tableau 4, lait no 1). Nous avons donc conduit l'incinération à 500° C (maximum) au four électrique et nous avons limité la durée de l'opération au minimum nécessaire (3 à 4 × 20 minutes).

*) Si $t_{1.2} - t_{1.1}$ (temps de comptage) est grand par rapport à la période de l'yttrium, la formule 1 de l'appendice ne peut pas être utilisée sans qu'une correction préalable n'ait été apportée.

**) Voir les formules sous «Appendice».

***) Voir les formules sous «Appendice».

Tableau 4

Influence de la température d'incinération et reproductibilité des mesures

Lait No	Température d'incinération	Durée d'incinération	Cendres g/100 ml	Radioactivité cpm/100 ml
1 a	750° C	moins de	0,717	14,7
b	»	4 × 20 min.	0,655	13,9
c	500° C	4 × 20 min.	0,746	17,2
d	»	»	0,733	16,9
e	»	»	0,730	16,5
2 a	»	»	0,738	17,7
b	»	»	0,746	17,6
3 a	»	»	0,718	17,3
b	»	»	0,726	18,3
4 a	»	»	0,751	17,9
b	»	»	0,758	17,6
5 a	»	»	0,720	19,4
b	»	»	0,713	18,8
6 a	»	»	0,719	18,0
b	»	»	0,721	18,4

En opérant de cette manière il est relativement facile d'obtenir un écart inférieur à 1 cpm entre deux déterminations parallèles (tableau 4). Cela correspond (pour un dosage effectué avec un compteur du type indiqué et étalonné au potassium-40) à 6—7 $\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$ de lait ($0,6—0,7 \cdot 10^{-7} \mu\text{c}/\text{ml}$) *).

Nous rappellerons que la radioactivité totale des laits que nous avons examinés, soit une quarantaine provenant de petites et grandes étables et de différentes régions de notre pays, varie approximativement de 120 à 160 $\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$ de lait ($12,0—16,0 \cdot 10^{-7} \mu\text{c}/\text{ml}$). Si l'on admet ces résultats comme valeurs limites de la radioactivité totale et normale du lait en Suisse (valeurs qui pourraient être confirmées pour autant qu'il en soit encore temps par un plus grand nombre de déterminations), la mesure de la radioactivité totale permettra toujours de reconnaître un lait contaminé et dont la contamination dépasserait 40 $\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$ (160 moins 120 $\mu\mu\text{c}$).

La même mesure de la radioactivité totale ne permettra par contre pas toujours de distinguer un lait normal d'un lait dont la contamination n'atteindrait pas 40 $\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$; un lait dont la contamination serait de l'ordre de grandeur

*) 1 curie = $3,7 \cdot 10^{10}$ désintégrations par seconde = $2,22 \cdot 10^{12}$ désintégrations par minute.

1 μc = 1 micro-curie = 10^{-6} curie.

1 $\mu\mu\text{c}$ = 1 micro-micro-curie (Sunrise-unit) = 10^{-12} curie = 2,22 désintégrations par minute.

1 cpm = 1 coup par minute

Tableau 5
Radioactivité de laits prélevés dans différentes régions de Suisse

Lait No	1 Radioactivité totale (selon 1)		2 Radioactivité calculée à partir du potassium (selon 2)		3 Radioactivité des oxalates insolubles (selon 3)		4 Somme 2 plus 3		5 Bilan 4 moins 1
	$\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$	$10^{-7}\mu\text{c}/\text{ml}$	$\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$	$10^{-7}\mu\text{c}/\text{ml}$	$\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$	$10^{-7}\mu\text{c}/\text{ml}$	$\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$	$10^{-7}\mu\text{c}/\text{ml}$	$\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$
1	143,5	14,35	132,0	13,20	11,0	1,10	143,0	14,30	— 0,5
2	141,5	14,15	129,5	12,95	4,0	0,40	133,5	13,35	— 8,0
3	129,5	12,95	125,0	12,50	4,7	0,47	129,7	12,97	+ 0,2
4	140,5	14,05	131,0	13,10	4,5	0,45	135,5	13,55	— 5,0
5	148,0	14,80	139,6	13,96	4,7	0,47	144,3	14,43	— 3,7
6	146,5	14,65	136,8	13,68	4,0	0,40	141,0	14,10	— 5,5
7	134,0	13,40	130,1	13,01	2,5	0,25	132,5	13,25	— 1,5
8	135,5	13,55	133,2	13,32	4,5	0,45	137,7	13,77	+ 2,2
9	151,0	15,10	135,0	13,50	8,8	0,88	143,8	14,38	— 7,2
10	151,8	15,18	137,6	13,76	10,0	1,00	147,6	14,76	— 4,2
11	163,8	16,38	127,7	12,77	19,7	1,97	147,4	14,74	— 16,4
12	152,7	15,27	139,7	13,97	8,5	0,85	148,2	14,82	— 4,5
13	149,4	14,94	139,7	13,97	7,6	0,76	147,3	14,73	— 2,1
14	132,1	13,21	125,1	12,51	5,4	0,54	130,5	13,05	— 1,6
15	145,3	14,53	137,1	13,71	4,5	0,45	141,6	14,16	— 3,7
16	128,1	12,81	123,1	12,31	4,4	0,44	127,5	12,75	— 0,6
17	151,8	15,18	123,6	12,36	10,0	1,00	133,6	13,36	— 18,2
18	124,8	12,48	126,9	12,69	5,6	0,56	132,5	13,25	+ 7,7!
19	130,8	13,08	124,5	12,45	6,2	0,62	130,7	13,07	— 0,1

de la MPC *) admise pour les radioisotopes de nature non définie dans l'eau, soit 10 $\mu\mu\text{c}/100\text{ ml}$ ($10^{-7}\ \mu\text{c}/\text{ml}$), ne pourra pratiquement pas être suspecté de contamination à la suite de la mesure de sa radioactivité totale selon 1.

Nous avons réuni dans le tableau 5 (1ère colonne) quelques résultats obtenus pour des laits de différentes régions de Suisse.

B. Radioactivité calculée à partir du potassium selon 2

Le dosage du potassium par voie chimique selon 2 ou par photométrie de flamme permet de calculer la radioactivité normale du lait qui provient du potassium-40.

Nous n'entrerons pas ici dans les détails du calcul; nous rappellerons simplement que le potassium naturel contient 0,0119 % de potassium-40 dont la période radioactive est de $12,7 \cdot 10^8$ ans. A l'aide de ces données il est facile de calculer le facteur de conversion (voir sous «Appendice»).

Les valeurs de la radioactivité que nous avons obtenues de cette manière (selon 2) sont — à une ou deux exceptions près — inférieures à celles obtenues par mesure directe (selon 1). Voir le tableau 5. La radioactivité totale de ces laits ne provient donc pas exclusivement du potassium-40.

La méthode de dosage du potassium décrite fournit de très bons résultats si l'on travaille avec soin (tableau 6). Elle est assez rapide puisqu'un dosage demande moins d'une demi-heure à partir du moment où le potassium se trouve en solution aqueuse (des dosages faits en série permettent encore une économie de temps).

Tableau 6
Dosage du potassium selon 2

Potassium ajouté (théor) mg	Potassium trouvé mg	Exactitude %
0,00	<0,06	essai à blanc
2,63	2,60	99,0
	2,68	101,9
5,24	5,25	100,2
	5,16	98,5
5,26	5,16	98,1
	5,21	99,1
	5,21	99,1

*) MPC = Maximum permissible concentration = quantité maximum admissible.

Kohler M. (1953) a démontré que la présence des ions Mg^{++} , Ca^{++} , Al^{+++} , Fe^{+++} , $SO_4^{=}$, $PO_4^{=}$, entre autres, n'influencent pas le dosage du potassium lorsqu'il est effectué selon la méthode décrite sous 2.

Selon Muraire M. (1957) les ions Fe^{+++} , Al^{+++} , Ca^{++} , Ba^{++} , Mg^{++} , Mn^{++} ne donnent lieu à des surcharges de précipité que s'ils sont présents en proportion notable par rapport au potassium. Par contre les ions NH_4^+ , Rb^+ , Cs^+ , Cu^+ , Ce_4^+ , Hg^{++} , Th_4^+ , Ag^+ donnent lieu à un précipité analogue à celui du tétraphényl-borate de potassium. Dans les cas qui nous concernent nous n'avons pas à redouter ces ions perturbateurs.

C. Les oxalates insolubles selon 3

La fraction des sels minéraux que nous appelons «oxalates insolubles» est principalement formée d'oxalate de calcium qui joue le rôle d'entraîneur («carrier»). On trouvera dans cette fraction la plus grande partie de la radioactivité provenant de la retombée. Dans un foin, par exemple, nous y avons retrouvé le 81 % de la radioactivité ne provenant pas du potassium-40 (tableau 11).

La radioactivité des oxalates insolubles du lait est en général faible. Si la mesure de cette radioactivité est faite, comme celle de la radioactivité totale,

Tableau 7
Précision du comptage

Lait No	Comptages individuels cpm/150 ml	Sommes des comptages individuels cpm	Comptages uniques cpm
12 b	0,4	}	6,0*)
13 a	1,1		
13 b	0,5		
14 a	1,4		
14 b	0,6		
15 a	0,8		
15 b	1,0		
16 a	1,0		
16 b	1,0		
17 a	0,8		
18 a	0,6	}	3,2
18 b	0,4		
19 a	0,9		
19 b	0,9	}	3,9
20 a	1,9		
20 b	2,2		

*) La forte teneur en calcium par suite de la concentration (env. 25 g CaO/100 ml) diminue le rendement du compteur.

dans un compteur étalonné au potassium-40, il est possible de faire un bilan et de comparer les valeurs de la radioactivité totale obtenue selon 1 avec la somme des radioactivités dosées selon 2 et 3. On constate un déficit au bilan dans presque tous les cas (tableau 5).

Le tableau 7 ci-devant permet de se faire une idée du degré de précision du comptage. D'une part, les valeurs obtenues pour les oxalates insolubles de quelques laits (comptages individuels) y sont exprimées avec leur somme. D'autre part, on y trouve les résultats obtenus par comptages uniques des mêmes oxalates insolubles réunis en 3 solutions concentrées. On constate que la concordance est satisfaisante.

D. Minéralisation partielle selon 4

La minéralisation partielle permet une légère économie de temps lorsque la quantité de lait à minéraliser est faible (≤ 200 ml). L'économie de temps réalisée est par contre appréciable lorsqu'on doit minéraliser une quantité de lait assez importante (un demi-litre ou davantage) pour doser de faibles teneurs en strontium-90.

La quantité des réactifs, indiquée dans le mode opératoire 4, sera naturellement adaptée à la quantité de lait traitée. Il est recommandé, lorsqu'on minéralise plus de 200 ml de lait, de mettre d'abord toute la quantité d'acide nitrique nécessaire dans le ballon rodé de 500 ml et d'ajouter ensuite le lait par portions de 150 à 200 ml, à travers l'entonnoir gradué de l'appareil, au fur et à mesure de la distillation.

Remarque. On s'assurera que le ballon en verre pyrex utilisé ne cède aucun composé radioactif.

E. Strontium-90 selon 5

En ce qui concerne le strontium-90 (voir les premiers résultats obtenus, dans le tableau 2 de notre précédente communication *) nos efforts ont surtout tendu à obtenir une méthode permettant l'identification certaine et le dosage exclusif de cet isotope radioactif du strontium. Nous avons atteint ce but en dosant le strontium-90 indirectement à l'aide de son descendant radioactif (substance-fille) l'yttrium-90, dont la période, qui est de 63 ± 2 h, est une constante caractéristique. La manière de procéder adoptée nous a permis de séparer aisément ce radioisotope (l'yttrium-90) d'un ballast important formé de sel de calcium. On détermine la période du nucléide dosé en répétant le comptage à des intervalles de temps connus.

La plus ou moins bonne concordance entre les valeurs théoriques calculées et celles obtenues par mesure est en corrélation positive directe avec la pureté de l'yttrium-90 précipité (trait). Dans le tableau 8 ci-après la concordance est satisfaisante.

*) Voir ces «Travaux» 48, 468 (1957).

Tableau 8
Détermination de la période et de la pureté de l'yttrium-90
provenant des cendres de laits en poudre

Temps (heures)	cpm mesurés	cpm calculés d'après la formule 2*)
(précipitation) = 0	1,7	1,70
109	0,6	0,51
~ 500	0,1	0,00
0	2,1	2,10
75	1,2	0,92
~ 500	— 0,4	0,00
0	6,7	6,70
123	2,1	1,74
194	1,1	0,79
0	10,4	10,40
72	5,0	4,72
408	0,6	0,11
0	10,2	10,20
189	1,7	1,27
~ 500	0,3	0,00
0	15,8	15,80
187	2,2	2,01
~ 500	0,5	0,00

*) Voir l'appendice.

D'après nos déterminations le 90 % environ du strontium-90 et de l'yttrium-90 est entraîné par la précipitation du calcium selon 3. Lorsqu'on voudra une exactitude plus grande il faudra donc tenir compte de ce facteur. Voir le tableau 9.

Tableau 9
Précipitation du strontium-90 et de l'yttrium-90 selon 3

Quantité théorique de $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ ajouté	$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ retrouvés dans les oxalates insolubles (précipitation selon 1.3)	Rendement %
à 1,4 litres d'une solution d'un sel de calcium: 25,6 μc	22,8 μc	89,2
aux cendres de 150 ml de lait: 161 μc	140 μc	87,0

Suivant le cas, l'yttrium-90 est obtenu suffisamment pur dès la première traite, ou seulement à la deuxième ou même à la troisième.

En consultant le tableau 10 on voit que dans le cas particulier (conservation de lait) l'yttrium-90 est assez pur dès la première traite. En effet, l'activité décroît suivant la période propre à l'yttrium-90 (formule 2 de l'appendice). De plus, l'entraînement est total, puisqu'à la deuxième traite qui suit immédiatement la première on ne décèle aucune radioactivité. La troisième traite a été effectuée 91 heures plus tard. Durant ce temps, l'activité a augmenté dans la solution-mère également suivant la période de l'yttrium-90 et conformément à la formule 4 de l'appendice. Elle diminue ensuite, dans la traite, selon les caractéristiques propre à l'yttrium-90. On a donc incontestablement à faire à de l'yttrium-90, il est d'une pureté suffisante et on l'a isolé et dosé dans sa totalité.

Tableau 10
Traite de l'yttrium-90 d'un lait en poudre reconstitué

1e Traite (précipitation) effectuée à l'équilibre	2e Traite effectuée immédiatement après la 1e $\Delta t = 0$ h	3e Traite effectuée 91 h après la 2e $\Delta t = 91$ h	3e Traite Activité à l'équilibre calculée d'après la formule 3*)
1e comptage au temps $t_1 = t_0 = 0$ h 35,9 $\mu\mu\text{c}$ théor. (35,9 $\mu\mu\text{c}$)	0,0 $\mu\mu\text{c}$	1e comptage au temps $t_1 = t_0 = 0$ h 23,6 $\mu\mu\text{c}$ théor. (22,6 $\mu\mu\text{c}$)	37,4 $\mu\mu\text{c}$ (35,9 $\mu\mu\text{c}$)
2e comptage au temps $t_2 - t_0 = 72$ h 17,2 $\mu\mu\text{c}$ théor. (16,2 $\mu\mu\text{c}$)		2e comptage au temps $t_2 - t_0 = 100$ h 6,8 $\mu\mu\text{c}$ théor. (7,9 $\mu\mu\text{c}$)	
3e comptage au temps $t_3 - t_0 = 408$ h 1,9 $\mu\mu\text{c}$ théor. (0,4 $\mu\mu\text{c}$)		3e comptage au temps $t_3 - t_0 \simeq 500$ h 0,0 $\mu\mu\text{c}$ théor. (0,0 $\mu\mu\text{c}$)	

*) Voir l'appendice.

Le tableau 11 n'est pas moins instructif. La matière analysée est un foin récolté en 1957. Ici il faut arriver à la troisième traite pour trouver un précipité dont la radioactivité décroisse suivant la période de l'yttrium-90. Le foin en question est donc encore contaminé par d'autres radioisotopes que le strontium-90, comme il fallait s'y attendre. Il est facile de calculer que ce dernier ne forme, approximativement, que le 2 % de la radioactivité contenue dans les oxalates insolubles. Elle-même correspond au 81 % de la radioactivité ne provenant pas du potassium-40.

Ici la première précipitation d'hydroxyde n'entraîne pas, comme dans le cas du lait, la totalité de la radioactivité. Dans ce cas particulier du foin le mode opératoire 5 d semble donc devoir être légèrement modifié.

Tableau 11
Radioactivité d'un foin récolté en 1957

Radio-activité totale des cendres solubles (selon 1)*)	Radio-activité calculée à partir du potassium (selon 2)	Radio-activité des oxalates insolubles (selon 3)	Yttrium-90			
			1e Traite (précipitation) effectuée à l'équilibre	2e Traite effectuée immédiatement après la 1e $\Delta t = 0$ h	3e Traite effectuée 6 périodes après la 2e $\Delta t = 6$ périodes	4e Traite effectuée immédiatement après la 3e $\Delta t = 0$ h
$\mu\mu c/100$ g	$\mu\mu c/100$ g	$\mu\mu c/100$ g	$\mu\mu c/100$ g	$\mu\mu c/100$ g	$\mu\mu c/100$ g	$\mu\mu c/100$ g
6460	1981	3643 soit le 81 % de la radioactivité ne provenant pas du potassium 40 **)	1e comptage $t_1 - t_0 = 0$ h 3070	178	1e comptage $t_1 - t_0 = 0$ h 76,0 théor. (76,0)	0,0
			2e comptage $t_2 - t_0 = 269$ h 2380	après 4.600 h	2e comptage $t_2 - t_0 = 147$ h 17,6 théor. (15,1)	
			3e comptage $t_3 - t_0 = 816$ h 2140		3e comptage $t_3 - t_0 > 500$ h < 2,0 théor. (0,0)	
			4e comptage $t_4 - t_0 = 1250$ h 2000	66		

*) L'acide silicique présent en quantité appréciable est filtré ; il retient une radioactivité non négligeable.

**) $6460 - 1981 = 4479 \mu\mu c =$ radioactivité ne provenant pas du potassium-40 ; $\frac{3643}{4479} = 0,81$

Remarques finales

Conscient de n'avoir examiné, du point de vue chimique, le vaste problème de la contamination des denrées alimentaires par la retombée radioactive que d'une manière bien incomplète et insuffisante nous nous proposons de continuer cette étude.

Nous devons cependant relever dès maintenant que la présence de barium-140 (période: 12,8 j) et de son descendant radioactif (substance-fille) le lanthane-140 (période: 40 h) perturbe le dosage du strontium-90. Le barium-140, comme le strontium-90, est un produit de fission. Cependant on ne le rencontrera pratiquement plus dans une retombée tardive, provenant de la stratosphère par exemple, et pas davantage dans une denrée dont la contamination date de deux mois et demi ou plus. Il aura disparu à cause de sa courte période.

Kahn B. et Goldin A. S. (1957) tiennent compte de cette présence lors du dosage du strontium-90. Ils éliminent ces nucléides perturbateurs en précipitant le barium-140 (après adjonction de barium inactif comme entraîneur) sous forme de chromate en solution acétique. Ces auteurs font encore précéder la traite de l'yttrium-90 de diverses autres purifications.

Uolchok H. L. et al. (1957) n'éliminent le barium-140, à l'aide d'une colonne remplie d'un échangeur d'ions, que si le strontium-90 et le barium-140 sont présents en très faible quantité. Autrement, ils se contentent d'analyser la courbe des radioactivités décroissantes des deux substances-filles (yttrium-90, lanthane-140), ou bien, ils répètent, après 15 jours au moins, une troisième fois la traite et calculent dans quelle proportion les deux radioisotopes sont présents en se basant sur la différence des périodes.

En ce qui nous concerne, d'une part, les dosages de strontium-90 dont nous donnons les résultats dans notre précédente publication ont été effectués sur des conserves de lait suffisamment âgées pour que la teneur en barium-140 soit devenue nulle ou négligeable.

D'autre part, nous pensons pouvoir éviter, dans une mesure suffisante, la précipitation simultanée du lanthane-140 et de l'yttrium-90. Cela, en effectuant la traite (précipitation) en présence d'acide tartrique comme agent complexant et de lanthane inactif comme «hold-back carrier». Ce sera là un des premiers objets de notre travail.

En terminant, nous nous faisons un plaisir de remercier vivement Mademoiselle *Monique Schmid* pour son concours dans l'exécution des nombreux dosages.

Appendice

Étalonnage du compteur

a) A l'aide de potassium-40

Peser 5,000 g de chlorure de potassium, pro anal. *Merck*, séché durant 2 à 3 h à 140° C. Les introduire dans un ballon jaugé de 100 ml et les dissoudre dans de l'acide chlorhydrique à 5 %; mettre au trait à la température voulue avec le même acide. Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de cette solution, les introduire dans le compteur de *Veall* que l'on veut étalonner et soumettre au comptage ($3 \cdot 10\,000$ coups).

Les 500 mg de chlorure de potassium introduits dans le compteur correspondent à 488 désintégrations par minute (dpm).

$$\begin{aligned}\text{En effet: } \lambda (^{40}\text{K}) &= \frac{0,693}{T ^{40}\text{K}} = \frac{0,693}{12,7 \cdot 10^8 \text{ ans}} = \frac{0,693}{0,667 \cdot 10^{15} \text{ min.}} \\ &= 1,039 \cdot 10^{-15} \text{ min.}^{-1}\end{aligned}$$

40 g ^{40}K produisent donc:

$$\begin{aligned}\lambda (^{40}\text{K}) \cdot N &= 1,039 \cdot 10^{-15} \cdot 6,023 \cdot 10^{23} \text{ dpm}^*) \\ &= 6,26 \cdot 10^8 \text{ dpm}\end{aligned}$$

D'autre part 500 mg de chlorure de potassium contiennent:

$$\frac{39,10}{74,56} \cdot 500 \cdot 1,19 \cdot 10^{-4} = 312,0 \cdot 10^{-4} \text{ mg } ^{40}\text{K}$$

(le potassium naturel de poids atomique 39,10 contient 0,0119 % de l'isotope radioactif ^{40}K).

Donc 500 mg chlorure de potassium produisent:

$$\frac{312,0 \cdot 10^{-4} \cdot 6,26 \cdot 10^8}{4 \cdot 10^4} = 488 \text{ dpm}$$

On a donc:

$$\begin{aligned}\text{rendement du compteur} &= \frac{\text{nombre de coups enregistrés par min.}^{**})}{488} \cdot 100 \% \\ &= \frac{\text{cpm}}{488} \cdot 100 \% \quad a_1)\end{aligned}$$

D'autre part: 1 mg de K, contenant $1,19 \cdot 10^{-4}$ mg ^{40}K , produit:

$$\frac{1,19 \cdot 10^{-4} \cdot 6,26 \cdot 10^8}{4 \cdot 10^4} = 1,86 \text{ dpm}$$

$$\text{ce qui correspond à: } \frac{1,86}{2,22} = 0,838 \mu\mu\text{c} \quad a_2)$$

*) N = nombre d'Avogadro; $\lambda (^{40}\text{K})$ = constante de désintégration du ^{40}K .

***) Mouvement propre (Back-ground) déduit.

Pour deux de nos compteurs nous avons obtenu comme rendement (^{40}K):

$$\frac{36,6 \text{ cpm}}{488 \text{ dpm}} \cdot 100 = 7,50 \% \text{ pour l'un et}$$

$$\frac{29,5 \text{ cpm}}{488 \text{ dpm}} \cdot 100 = 6,05 \% \text{ pour l'autre.}$$

On peut tirer de là:

Le facteur de conversion des cpm en dpm, soit:

$$F(\text{dpm}) = \frac{100}{7,50} = 13,34 \text{ pour un des compteurs et}$$

$$\frac{100}{6,05} = 16,53 \text{ pour l'autre.}$$

Le facteur de conversion de cpm en $\mu\mu\text{c}$, soit:

$$F(\mu\mu\text{c}) = \frac{100}{2,22 \cdot 7,50} = 6,01 \text{ pour un des compteurs et}$$

$$\frac{100}{2,22 \cdot 6,05} = 7,31 \text{ pour l'autre.}$$

b) A l'aide de $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$

Introduire dans le compteur, à l'aide d'une pipette, 10 ml d'une solution étalon *) dont l'activité a été ramenée, par dilution, à une valeur à peu près égale à celle qu'on veut doser. Soumettre au comptage ($3 \cdot 10\,000$ coups).

Le rendement et les facteurs de conversion sont calculés à l'aide des mêmes rapports simples que ci-dessus:

$$\text{rendement en } \% = \frac{\text{nombre de coups enregistrés par min.}}{\text{nombre théorique de désintégrations par min.}} \cdot 100 \%$$

$$= \frac{\text{cpm}}{\text{dpm}} \cdot 100 \%$$

$$F(\text{dpm}) = \frac{100}{\text{rendement } \%} \quad \text{ou} \quad \frac{\text{dpm}}{\text{cpm}}$$

$$F(\mu\mu\text{c}) = \frac{100}{2,22 \cdot \text{rendement } \%} \quad \text{ou} \quad \frac{\text{dpm}}{2,22 \text{ cpm}}$$

c) A l'aide d'yttrium-90

Peser exactement, dans un verre à peser fermé, une quantité d'une solution étalon de ($^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$) dont l'activité soit plus ou moins égale à celle que l'on

*) Peut être obtenue auprès de: Atomic Energy Research Establishment, Isotope Division, Harwell, Didcot, Berks.

veut doser. Transvaser quantitativement cette solution dans un erlenmeyer de 100 ml, diluer à 30—40 ml avec de l'eau, puis précipiter le ^{90}Y selon 5 d et soumettre au comptage.

Le rendement du compteur est également fourni par le rapport:

$$\frac{\text{cpm} \cdot 100}{\text{dpm}} \text{ } \%$$

Voici quelques résultats obtenus pour un de nos compteurs:

Tableau 12
Etalonnage au $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ et au ^{90}Y

Etalonnage	Solutions étalons (valeurs théoriques)			Trouvé		Rendement du compteur	
	pesées mg	$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ dpm	donc : ^{90}Y dpm	$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ cpm	^{90}Y selon 5d cpm	$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ %	^{90}Y %
$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ et ^{90}Y	71,4	120,8	60,4	7,90	5,60	6,54	9,27
	69,8	118,1	59,1	7,70	5,50	6,52	9,31
$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$	1004,6	4 482	—	280	—	6,25	—
	(10 ml)	49 284	—	3 210	—	6,51	—
	ampoule AEC (USA)	182,2	—	11,7	—	6,42	—
Moyennes						6,45	9,29

On peut tirer de ces résultats:

Le facteur de conversion des cpm ^{90}Y en dpm $^{90}\text{Y} = \text{dpm } ^{90}\text{Sr}$:

$$F(\text{dpm } ^{90}\text{Y}) = \frac{100}{9,29} = 10,76$$

Le facteur de conversion des cpm ^{90}Y en $\mu\mu\text{c } ^{90}\text{Y} = \mu\mu\text{c } ^{90}\text{Sr}$:

$$F(\mu\mu\text{c } ^{90}\text{Y}) = \frac{100}{2,22 \cdot 9,29} = 4,85$$

Remarque: On voit que le 70 % environ des particules émises par $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ et qui sont enregistrées (comptées) proviennent du ^{90}Y .

La précision statistique de ces mesures est de $\pm 2 \%$.

Formules

a) La formule 1 permet de calculer, à partir de l'activité A_1 (= comptage au temps t_1), l'activité A_0 au temps t_0 de précipitation (traite):

$$A_0 = \frac{A_1}{e^{-\lambda (t_1 - t_0)}} \quad (1)$$

b) La formule 2 sert à calculer la radioactivité théorique d'une même traite d'yttrium-90 aux divers temps $t_x = t_2, t_3, \dots$ de comptage:

$$A_x = A_0 \cdot e^{-\lambda (t_x - t_0)} \quad (2)$$

A_0 = activité de l'yttrium au temps t_0 de la précipitation (traite) soit 100 %.

A_1 = activité de l'yttrium au temps t_1 du 1^e comptage.

A_x = activité de l'yttrium aux temps $t_x = t_2, t_3, \dots$ des 2^e, 3^e, ... comptages.

On peut utiliser, à la place de cette formule, le diagramme 1.

c) A l'aide de la formule 3 on peut calculer quelle est l'activité de l'yttrium-90 à l'équilibre, lorsqu'une traite a été effectuée avant que l'équilibre soit établi:

$$A_e = \frac{A_t}{1 - e^{-\lambda \Delta t}} \quad (3)$$

$$A_t = A_e (1 - e^{-\lambda \Delta t}) \quad (4)$$

A_e = activité de l'yttrium à l'équilibre (= 100 %).

A_t = activités de l'yttrium, dans la solution mère de ^{90}Sr , Δt heures après une traite.

Δt = temps écoulé entre 2 traites successives (heures).

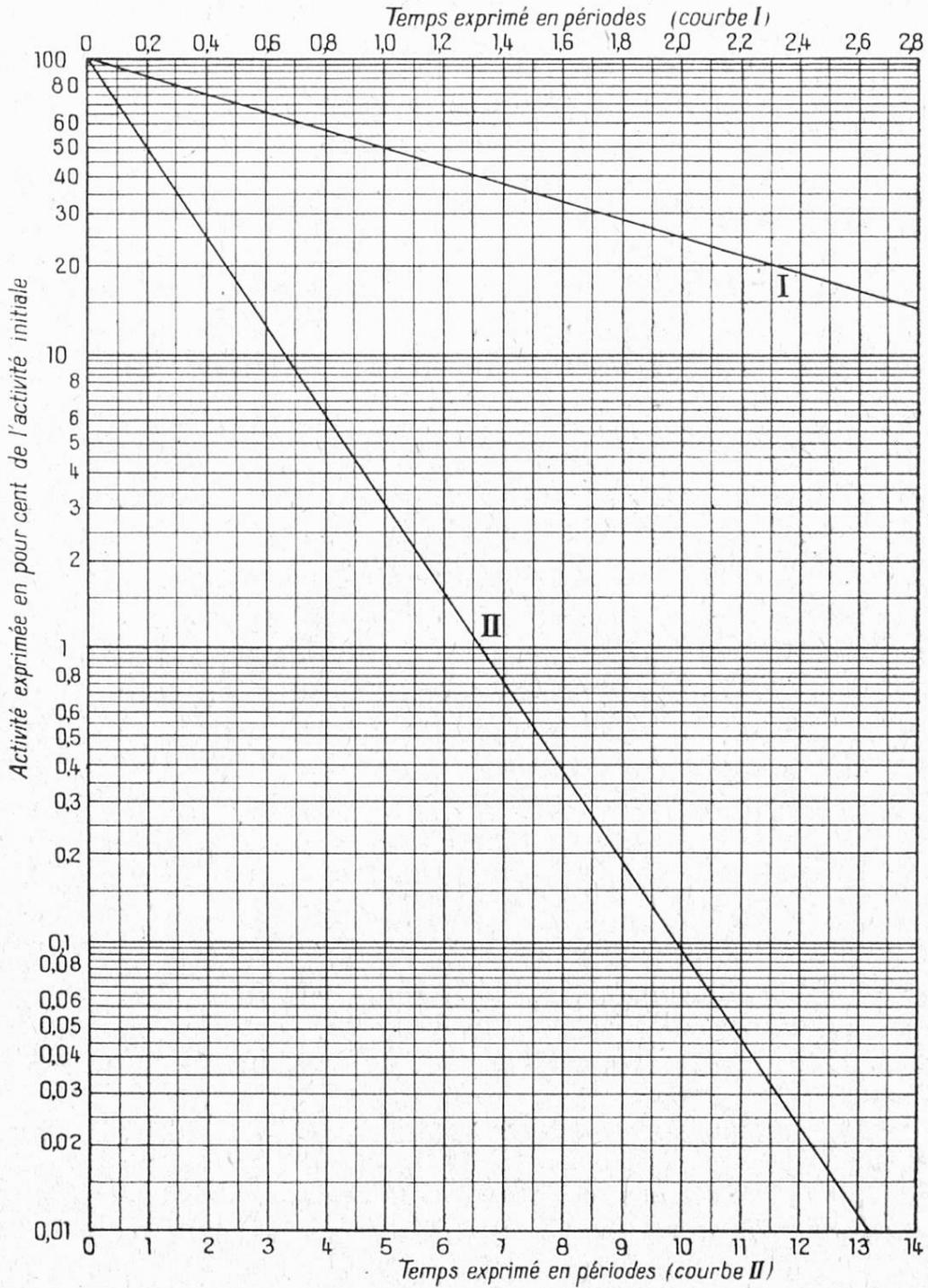
Immédiatement après une traite, l'activité de l'yttrium-90 dans la solution de strontium-90 est égale à zéro (formule 4).

On peut calculer à l'aide de la formule 4 que 16 heures après une traite l'activité de l'yttrium-90 est égale à 16 % de son activité à l'équilibre, qu'après 48 h elle est égale au 40 % et après 166 h au 84 %. Enfin après 378 h (6 périodes) elle est de nouveau pratiquement égale à celle de l'équilibre (99 %).

e = base des logarithmes naturels

λ = constante de désintégration de l'yttrium-90 = $\frac{0,693}{63 \pm 2}$

DÉCROISSANCE RADIOACTIVE



Résumé

Description des opérations chimiques concernant le dosage de la radioactivité totale, le dosage de la radioactivité des oxalates insolubles, le dosage et l'identification du strontium-90 spécialement dans le lait.

On décrit également la méthode de dosage titrimétrique du potassium au «Kalignost» d'après *Flaska* et *Abdine*, ainsi qu'une méthode de minéralisation partielle du lait permettant une précipitation subséquente des oxalates insolubles.

Chaque méthode est brièvement commentée et appuyée par des résultats obtenus. Pour terminer, un appendice apporte un résumé des éléments du calcul.

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit werden die chemischen Vorgänge für die Bestimmung der Gesamt-Radioaktivität, sowie derjenigen der unlöslichen Oxalate, ferner für den Nachweis und die Bestimmung von Strontium-90, besonders in der Milch, beschrieben.

Ausserdem wird die titrimetrische Kaliumbestimmung mit «Kalignost» nach *Flaska* und *Abdine*, sowie eine Methode zur teilweisen Mineralisation der Milch beschrieben, welche eine Fällung der unlöslichen Oxalate gestattet.

Jede Methode wird kurz besprochen und durch entsprechende Resultate belegt. Schliesslich werden die verschiedenen Berechnungen noch zusammengefasst.

Summary

Description of the chemical procedures used for the determination of total radioactivity, the determination of the radioactivity of insoluble oxalates and the determination and identification of strontium-90, especially in milk.

The volumetric determination of potassium by means of «Kalignost», according to *Flaska* and *Abdine*, is also described, as well as a procedure for the partial mineralisation of milk.

Bibliographie

Flaska et *Abdine*, Z. für anal. Chem. **144**, 415 (1955).

Kahn, B., et *Goldin, A. S.*, «Radiochemical Procedures for the Identification of the more hazardous Nuclides»: J. Am. Water-Works Assoc. **49**, 767 (1957).

Kohler, M., Z. für analyt. Chemie **138**, 9 (1953).

Muraire, M., Dosage du potassium par le tétraphényl-borate de sodium, Chimie analytique **39**, 186 (1957).

Pien, J., Annales des falsifications et des fraudes **47**, 266 (1954).

Uolchok, H. L., *Kulp, J. L.*, *Eckelmann, W. R.*, and *Gaetjen, J. E.*, «Determination of ^{90}Sr and ^{140}Ba in Bone, Dairy products, Vegetation, and Soil»: Annals of the New-York Academy of Sciences, vol. 71, art. 2, pages 293—304 (1957).

Voir de plus la précédente publication: Ces «Travaux» **48**, 468 (1957).