



LE LAIT

REVUE GÉNÉRALE DES QUESTIONS LAITIÈRES

SOMMAIRE

Mémoires originaux :

L. JEANMAIRE, H. FOURNIGUET et G. MICHON. — Dosage du césium 137 dans le lait en poudre 593

F. FAVIN, R. FERRANDO, G. MOCQUOT et G. THIEULIN. — Les aliments composés mélassés ou non, et la qualité des fromages (Gruyère et Carré de l'Est) 601

J. PIEN. — Recherche des alginates dans les produits laitiers 605

G. THIEULIN. — Le problème du lait hygiénique 609

SUPPLÉMENT TECHNIQUE :

G. GÉNIN. — Préparation et propriétés de différents composés dérivés de corps gras et de l'acide lactique 615

Bibliographie analytique :

1^o Les livres 631

2^o Journaux, Revues, Sociétés savantes 639

3^o Brevets 668

Bulletin bibliographique :

1^o Les livres 674

2^o Journaux, Revues, Sociétés savantes 676

3^o Brevets 681

Documents et informations :

Y. GANDON. — La situation laitière 684

Panorama du lait à travers les âges. Historique des curieuses expériences sur l'introduction des médicaments dans le lait des animaux 688

XXXI^e Salon international de la machine agricole 695

Compte rendu du XV^e Congrès international de laiterie 696

XV^e Congrès international du lait à Londres 696

Mémento pratique de la Coopération agricole 697

Documentation étrangère (U. R. S. S.) 698

Importance du bétail dans le Royaume Uni 698

Table des matières 699

Table des auteurs 703

Table des ouvrages analysés 719

MÉMOIRES ORIGINAUX (1)

DOSAGE DU CESIUM 137 DANS LE LAIT EN POUVRE

par L. JEANMAIRE, H. FOURNIGUET ET G. MICHON

Service d'Hygiène Atomique et de Radiopathologie*

Le césium 137 est un radioélément normalement présent dans les retombées radioactives consécutives aux explosions nucléaires. Actuellement, du fait de la fréquence des tests nucléaires, son acti-

Remerciements. — Nous tenons à remercier M^{lle} S. Bertrand et M.-G. Artaud, pour leur collaboration.

(1) Reproduction interdite sans indication de source.

* Commissariat à l'Energie Atomique.

tivité ne représente que quelques millièmes à quelques centièmes de la radioactivité totale des retombées. En effet la plus grande partie de la radioactivité est due aux produits de fission à vie courte.

Cependant, ce radioélément n'en présente pas moins une grande importance du point de vue biologique. Sa période physique de l'ordre de trente années conduit à une accumulation dans le milieu ambiant. C'est un élément du groupe des alcalins, aussi est-il facilement absorbé par les êtres vivants, alors que la plupart des produits de fission ne sont que très faiblement métabolisables par la voie digestive. Enfin sa période biologique est suffisamment longue pour qu'il puisse s'accumuler dans les organismes. Il semble donc intéressant d'étudier l'évolution de la contamination d'un aliment important comme le lait dont la teneur en éléments alcalins est élevée.

Plusieurs techniques permettent de doser le césium-137. Certains utilisent des méthodes de séparation chimique longues et complexes (1,2), suivies d'une mesure de la radioactivité β ou γ . D'autres s'adressent à des méthodes physiques d'analyse spectrométrique du rayonnement γ (3). Dans le cas où le mélange des émetteurs γ n'est pas trop complexe, ces dernières sont très élégantes car les manipulations sont réduites au minimum, l'échantillon n'est pas détruit, l'élément recherché est à la fois caractérisé et dosé. Le présent article décrit une technique de ce type.

La spectrométrie γ est une technique physique dont le but est de différencier des rayonnements γ d'énergie différente. Pour cela, on utilise un détecteur délivrant une impulsion électrique proportionnelle à l'énergie du rayonnement γ qui le traverse. Un analyseur classe ensuite les impulsions reçues selon leur amplitude, c'est-à-dire en fonction de l'énergie du rayonnement qui leur a donné naissance. De plus, pour un rayonnement d'énergie donnée, le nombre d'impulsions obtenues est naturellement proportionnel à l'activité de la source.

Le lait contient actuellement de façon constante au minimum deux émetteurs γ . Le potassium-40, radioélément naturel contenu dans le potassium, émet un rayonnement γ de 1,45 MeV ; le césium-137 provenant des retombées radio-actives émet un rayonnement γ

(1) Radiochemical Determination of Cs¹³⁷ (1956). *Manual of Standard Procedures*. Analytical Branch, HASL, Whitney, I.B. ed. United States Atomic Energy Commission, New York Operations Office, NYO-4700.

(2) Determination of low Concentrations of radioactive Caesium in Water. Kahn B., Smith D. K. et Straub C. P. (1957). *Analyt. Chem.*, **39**, 1210.

(3) Radiocaesium in dried Milk. Booker D. V. *Phys. Med. Biol.* G. B., 1957, **2**, 1, 29-35.

de 0,66 MeV. Les énergies étant suffisamment différentes, il est possible de doser simultanément le potassium et le césium. Cependant, l'émetteur le plus énergétique modifie le pic de l'émetteur le moins énergétique et ceci entraîne un certain nombre de corrections.

Matériel

1. L'ensemble de mesure est un spectromètre γ destiné à la mesure de la radioactivité du corps humain. Il se compose :

a) d'un ensemble de détection comprenant un cristal d'iodure de sodium de 20 centimètres de diamètre et de 10 centimètres de hauteur, à fenêtre de quartz et un photomultiplicateur avec photocathode de 11 centimètres. L'ensemble est placé dans un puits en plomb de 5 centimètres d'épaisseur.

b) d'un analyseur d'impulsions, sélecteur à 25 canaux type SAE 25, fabriqué sous licence C.E.A.

2. Un porte-échantillon constitué par un récipient cylindrique en aluminium, de 24 centimètres de diamètre intérieur et 12 cm, 5 de hauteur.

3. Un disque de plexiglas de 24 centimètres de diamètre et 5 millimètres d'épaisseur.

Mode opératoire

I. — Préparation de l'échantillon

Pour augmenter la sensibilité de la mesure, il est intéressant de disposer d'une grande quantité de lait. En principe, les mesures sont effectuées sur 2,5 kg. de poudre de lait. Mais il est possible d'effectuer les mesures avec des échantillons de 1 kilogramme. Ces échantillons sont pesés dans un sac en polyéthylène et placés dans le porte-échantillon. Pour faciliter l'interprétation des résultats, tous les échantillons sont légèrement tassés avec le disque en plexiglas de façon à leur donner la même densité apparente. La hauteur de la poudre dans le porte-échantillon est alors proportionnelle à sa masse. Pour un échantillon de 2,5 kg. cette hauteur atteint 10 centimètres.

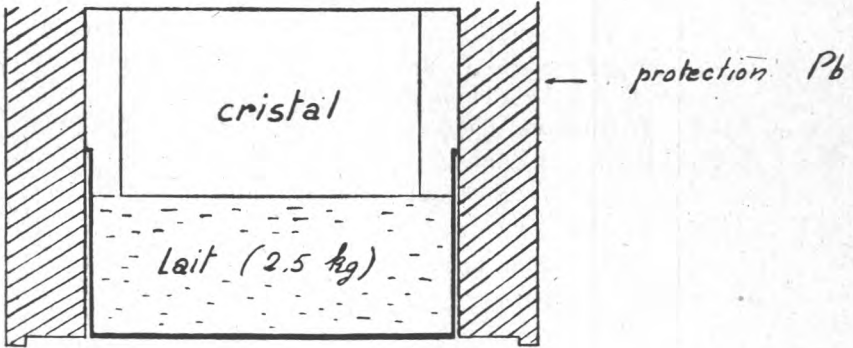
II. — Comptage

Le sélecteur est réglé de telle manière que la largeur de chaque canal corresponde à 70 keV. Dans ces conditions, le maximum du pic photoélectrique du césium-137 se trouve dans le 9^e canal, et celui du potassium-40 dans le 20^e.

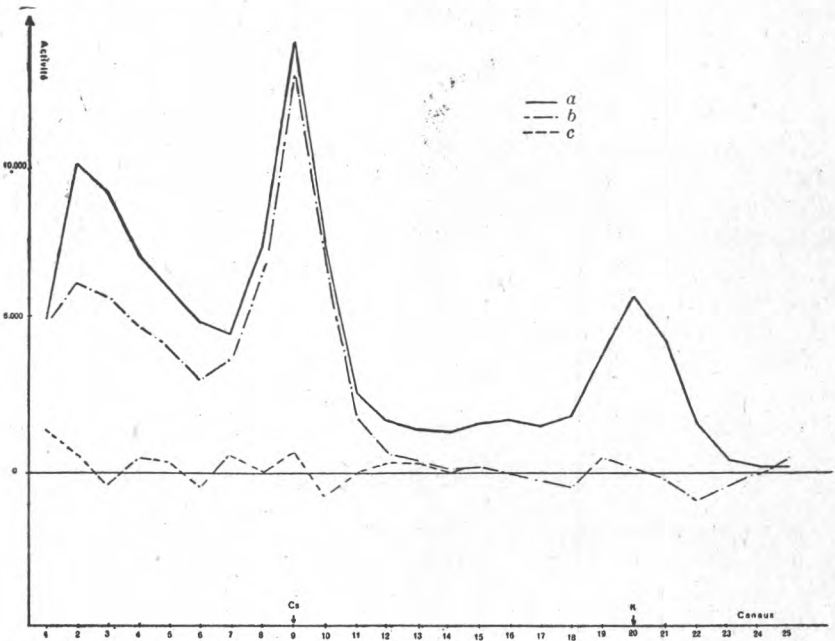
Le mouvement propre de l'appareil est mesuré pendant une durée de 60 minutes.

Ensuite le porte-échantillon est placé dans l'appareil, de manière que le sac de polyéthylène contenant la poudre soit au contact du cristal d'iodure de sodium (figure 1). La mesure est également faite pendant 60 minutes.

On effectue pour chaque canal la soustraction entre le taux de comptage de l'échantillon et celui du mouvement propre. On



porte les résultats sur un graphique. Sur la figure 2a, les deux pics à 0,66 et 1,45 MeV sont très apparents.



III. — *Calculs*

Après soustraction du mouvement propre, la somme des impulsions reçues du 18^e au 22^e canal, permet, en se reportant à des courbes d'étalonnage établies dans des conditions fixées ci-dessous, de connaître la quantité de potassium présente dans l'échantillon, ainsi que la contribution de cette masse de potassium au nombre d'impulsions reçues du 8^e au 10^e canal et d'effectuer la correction correspondante. Connaissant alors le nombre d'impulsions réellement dues au césium-137, l'évaluation de la quantité de césium est faite en se reportant à une courbe d'étalonnage. Les résultats sont exprimés en picocuries de césium par gramme de potassium.

Lorsque le poids de l'échantillon est différent de 2,5 kg. une correction supplémentaire est nécessaire si l'on veut connaître les valeurs absolues du potassium et du césium. Par contre, cette correction est superflue si l'on désire connaître seulement le rapport césium/potassium.

Etalonnage

Les échantillons témoins nécessaires à l'étalonnage de l'appareil doivent être aussi proches que possible des échantillons à mesurer, mais ils ne doivent présenter aucune radioactivité de base. Dans l'impossibilité où nous étions de nous procurer une grande quantité de poudre de lait suffisamment ancien pour ne pas être pollué par des radioéléments artificiels, nous avons utilisé de la caséine après avoir vérifié qu'elle était exempte de radioactivité. Pour représenter la composition minérale du lait, des sels inorganiques (phosphate de potassium et carbonate de calcium) furent ajoutés à la caséine.

Des échantillons de 2,5 kg., contenant des quantités de potassium variables, comprises entre 5 et 50 grammes ont été préparés. Pour chaque échantillon, après mesure, la somme des impulsions reçues par les canaux 18 à 22 est portée sur un graphique en fonction de la masse de potassium. La courbe obtenue est une droite. Elle permet de calculer la quantité de potassium dans un échantillon quelconque de même densité et de même poids. La présence de potassium dans un échantillon se manifeste également dans les canaux précédant le 18^e. Il est donc nécessaire d'effectuer des corrections lorsqu'on mesure du césium, en présence de potassium. C'est pourquoi une autre courbe (de correction) est établie avec les sommes relevées dans les canaux 8, 9, 10 pour les mêmes témoins de potassium.

De même, des échantillons sans potassium, contenant de 300 à 30.000 picocuries de césium-137 ont été préparés. Après mesure,

la somme des impulsions reçues dans les canaux 8, 9 et 10 pour les différentes teneurs permet de tracer la courbe d'étalonnage de l'installation pour le césium.

Au moyen de ces deux séries de courbes, il est possible de déterminer le rapport césium/potassium à partir du spectre d'un échantillon quelle que soit sa masse entre 1 et 2,5 kg. Dans le cas où l'on désire connaître la valeur réelle de la teneur en potassium pour un échantillon de moins de 2,5 kg. il est nécessaire de corriger la valeur trouvée au moyen de la courbe d'étalonnage du potassium. En effet, à la même quantité d'un émetteur γ répartie dans des masses différentes d'une même substance, correspond un nombre variable d'impulsions, du fait de la géométrie et de l'absorption du rayonnement.

Les corrections à apporter figurent dans le tableau suivant :

Poids de l'échantillon en kg.	Activité relative mesurée dans les canaux 18 à 22 (Témoin de potassium)	Activité relative mesurée dans les canaux 8, 9, 10 (Témoin de césium)
2,5	1	1
2	1,11	1,1
1,5	1,24	1,21
1	1,28	1,35

Il est à remarquer que ce facteur de correction est sensiblement le même pour le potassium et pour le césium. C'est pourquoi il n'est pas nécessaire d'effectuer de correction en fonction de la masse lorsque seul le rapport Cs/K est recherché.

Remarques

1. L'étalonnage réalisé dans ces conditions semble correct. La figure n° 2 en apporte la démonstration. La courbe *a* représente le spectre obtenu avec 2,5 kg. de poudre de lait. La courbe *b* résulte de la soustraction de l'activité due au potassium, activité calculée pour chaque canal à partir des spectres des étalons caséine-potassium et pour la quantité de potassium présente dans l'échantillon.

Cette deuxième courbe représente l'activité due au césium. En procédant de la même manière on obtient la courbe *C* à partir des étalons caséine-césium. Il ne reste pratiquement plus d'activité, ce qui justifie l'emploi de la caséine comme étalon ainsi que le procédé d'étalonnage utilisé.

Dans le cas où d'autres émetteurs γ , d'énergie supérieure à 0,4 MeV sont présents, les corrections sont naturellement beaucoup plus complexes.

2. Le potassium se trouvant dans le lait joue le rôle d'un étalon interne et sa présence facilite les dosages. En effet, nous avons vu que le rapport césium/potassium était à peu près indépendant du poids de l'échantillon. De même, ce rapport reste sensiblement stable, que l'échantillon soit au contact du cristal ou à une distance de 20 ou 30 centimètres. Naturellement dans ce dernier cas, les taux de comptage sont moins élevés, et il est préférable d'être le plus près possible du cristal. Lorsqu'il est nécessaire de connaître les valeurs absolues, un contrôle des résultats peut être fait en dosant le potassium au moyen d'une technique classique, par photométrie de flamme par exemple.

3. Les corrections dues au potassium dans la région du pic du césium sont indépendantes du poids de l'échantillon. Pratiquement, pour un nombre d'impulsions donné dans les canaux 18 à 22, la correction à effectuer sur les impulsions dénombrées par les canaux 8, 9, 10 est toujours la même.

4. Avec une durée de comptage d'une heure sur 2,5 kg. de poudre les erreurs théoriques dues au comptage sont estimées à 4% pour un échantillon contenant 80 picocuries de césium par gramme de potassium et à 7% pour un lait qui en contient 40. Pratiquement, pour le lait à 80 picocuries mesuré (au total) six fois en l'espace de 6 mois, nous avons trouvé un intervalle de confiance de 16% sur une détermination, au niveau de probabilité 95%. De même pour le lait à 40 picocuries et pour 8 déterminations, l'intervalle était de 25% sur une détermination.

5. Le tableau ci-joint rassemble un certain nombre de résultats obtenus avec le même échantillon au cours du temps (I et II), avec des poids variables du même échantillon (V), et avec des échantillons variés (III et IV). La première colonne indique le numéro de l'échantillon, la seconde son poids ; la troisième le potassium obtenu par spectrométrie γ sans correction due au poids de l'échantillon, la quatrième le césium dans les mêmes conditions, la cinquième le rapport césium/potassium. Dans la sixième est indiqué le potassium réel, obtenu en corrigeant la valeur de la 3^e colonne lorsque le poids est différent de 2,5 kg. Les valeurs de cette colonne peuvent être comparées à celles de la colonne suivante, dans laquelle ont été portées les valeurs de potassium trouvées par une technique entièrement différente, la photométrie de flamme.

Echantillon	Poids en kg.	Potassium brut	Césium	Césium Potassium	Potassium corrigé	Potassium à la flamme	
I	2,5	41	3.280	80	Pas de correction (2,5 kg.)	39,6	
		40,1	3.130	78			
		41	3.490	85			
		41,1	2.950	72			
		36,1	2.680	74,3			
		37,4	2.740	73,2			
	Moyenne	39,4		77,1			
II	2,5	39,5	1.530	38,7	Pas de correction	35,2	
		33	1.330	40,3			
		38,5	1.400	36,4			
		37,9	1.400	37			
		37	1.480	40			
		28,5	1.400	49,1			
		33,9	1.510	44,5			
	Moyenne	35,1	1.390	42,1	41		
III	1,2	18,4	1.140	62	14,7	14,9	
IV	1,4	20,8	1.950	93,8	17,3	16	
		21,3	2.100	98,5	17,6		
		20,3	2.030	100	16,9		
V a	2,5	31,4	1.590	50,7	31,4	30,8	
	b	2	26,2	1.280	48,9	23,8	24,6
	c	1,5	23,2	1.110	47,8	19,3	18,5

En conclusion, il semble que les techniques de spectrométrie γ soient vraiment très valables pour mesurer dans le lait en poudre l'activité due au césium-137 des retombées.