

Séparation analytique des drogues et stupéfiants Une application de la chromatographie liquide à grande vitesse

par Gérard Seroussi
(Waters Associates)

La chromatographie liquide à grande vitesse permet de séparer de nombreux mélanges complexes de drogues. Cette technique permet d'isoler rapidement les différents composés.

Dans la plupart des cas, la préparation de l'échantillon est simple. Après avoir dissous l'échantillon à analyser, on l'injecte directement dans le chromatographe.

La dérivatisation est rarement nécessaire. Les produits chimiquement inchangés, peuvent être collectés après avoir été séparés, afin de subir des tests d'identification ultérieurs.

Des renseignements intéressants quant à la composition et à la source des drogues, peuvent être recueillis à partir des concentrations relatives des différents composés. A l'aide de standards de référence, l'analyste peut établir une courbe de la réponse du détecteur par rapport à la concentration. Cette courbe de calibration servira à déterminer la concentration des composés dans tout échantillon.

La chromatographie liquide à grande vitesse a été utilisée pour :

- Séparer le L.S.D. de l'iso L.S.D. et des autres alcaloïdes d'ergot,
- Déterminer la source de l'opium,
- Évaluer la qualité des échantillons d'héroïne,
- Déterminer la nature et la quantité des diluants dans les drogues frelatées,
- Indiquer le lieu géographique où le cannabis a poussé,
- Et préparer des quantités de produits ultra purs pour des études physiologiques.

Des exemples des applications de la chromatographie liquide à grande vitesse dans la séparation des drogues et stupéfiants sont donnés dans ce qui suit.

Le L.S.D.

Les méthodes traditionnelles de séparation du L.S.D. de l'iso L.S.D. et des autres alcaloïdes d'ergot sont difficiles et prennent beaucoup de temps.

Une technique rapide et facile pour séparer et collecter le L.S.D. d'échantillons frelatés a été établie par James Jerpe du Laboratoire du crime Allegheny à Pittsburg.

Pour obtenir le chromatogramme de la figure 1, il a extrait une tablette de L.S.D. avec du méthanol. Puis il a chromatographié cet échantillon à un débit de 1,25 ml/mn en utilisant un mélange chloroforme-méthanol (95/5) comme phase mobile, et une colonne Corasil II (DI 2 mm x 61 cm) comme phase stationnaire.

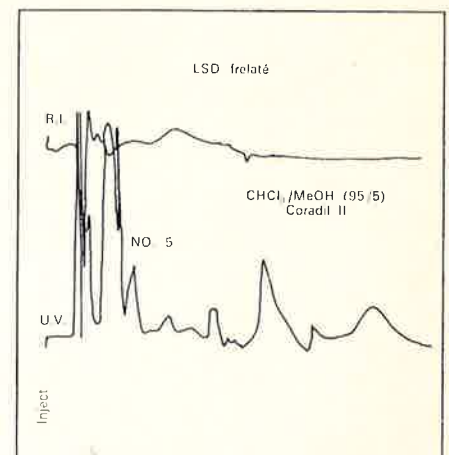


Figure 1.

Le cinquième pic a été identifié comme étant du L.S.D. et ce grâce à la comparaison de son volume de rétention et du volume de rétention du standard.

Ce pic a été collecté et a subi un examen infrarouge pour confirmer son identité.

Ce spectre a été comparé au spectre infrarouge du standard de L.S.D. (voir figures 2 et 3).

Une autre technique pour séparer le L.S.D. des échantillons frelatés a été mise au point par John Wittwer et James H. Kluckhohn du Bureau des Narcotiques et des Drogues Dangereuses (B.N.D.D.) * à Dallas. Cette technique implique l'utilisation d'une pré-colonne **.

* Connue à présent sous le nom de Drug Enforcement Agency (D.E.A.).

** Les tableaux et les courbes relatifs à cette technique sont reproduits à partir du « Journal of chromatographie Science », de novembre 1973, avec la permission des éditeurs.

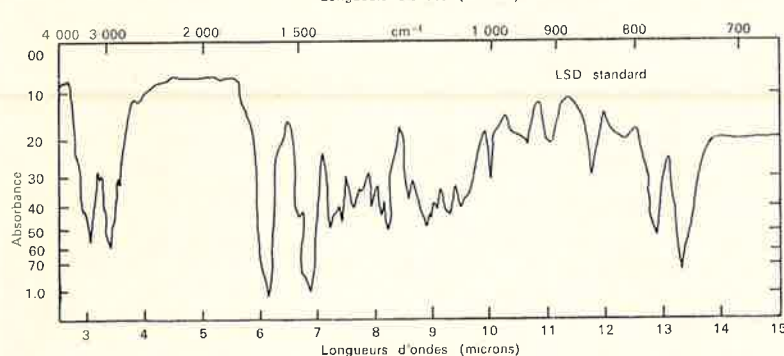
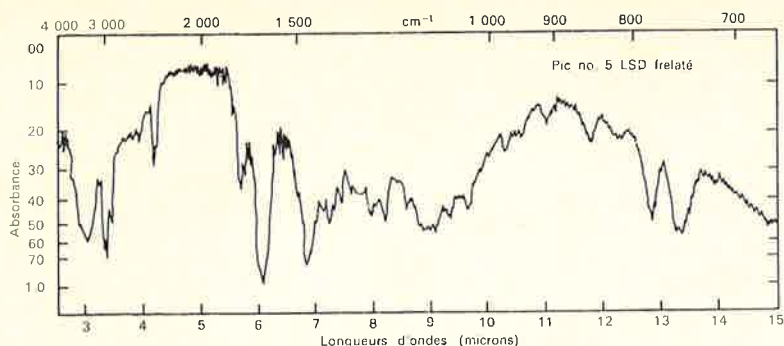


Figure 2. L.S.D. frelaté.

Figure 3. L.S.D. standard.

Le B.N.D.D. a chromatographié des standards de L.S.D. (Figure 4), 14 autres alcaloïdes d'ergot, et 3 composés qui sont souvent trouvés dans les L.S.D. frelatés (phénacyclidène, strychnine et 2,5 diméthoxy-4-méthylamphétamine ou S.T.P.). Les rétentions obtenues sont consignées dans le tableau 1.

TABLEAU N° 1

Composés	Corasil II avec CH ₂ CN/iso-propylether (25/75)
Dihydroergocristine	0,73
Dihydroergotamine	2,33
Ergocristine	0,32
Ergocristinine	0,20
Ergocryptine	0,29
Ergotamine Tartrate	1,00*
Ergotamine (base)	1,00*
Ergotaminine	0,28
Ergonovine Maleate	3,99
Ergonovine (base)	4,65
Lysergic Acid	Pas vu
Lysergic Acid Amide	3,04
Iso-Lysergic Acid Amide	0,72
L.S.D.	0,62
Iso-L.S.D.	1,16
Phencyclidene (base)	0,17
Strychnine (base)	3,39
S.T.P. (base)	2,70
Methyl Sergide Bimaleate	3,71
Methyl Sergide (base)	3,71
Methyl Ergonovine Maleate	3,66
Methyl Ergonovine (base)	3,58
Volume de rétention :	
13.35 ml	
Rétention exprimée par rapport à l'ergotamine.	

Puis ils ont chromatographié 3 types d'échantillons de L.S.D. frelatés. Pour assurer l'uniformité, Wittwer et Kluckhohn ont moulu 100 tablettes de chaque type et les ont mélangées avec de l'eau, du NaHCO₃ et du celite 545®. Cette solution a ensuite été passée sur colonne ouverte. L'élution est obtenue avec 200 ml environ d'eau saturée avec de l'éther de diéthylo. L'éluant a été évaporé à sec et le résidu dilué dans 100 ml de chloroforme.

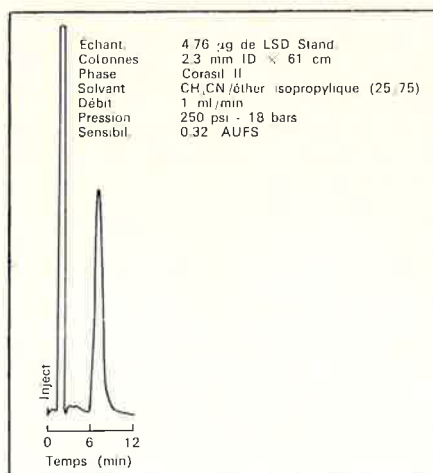


Figure 4.

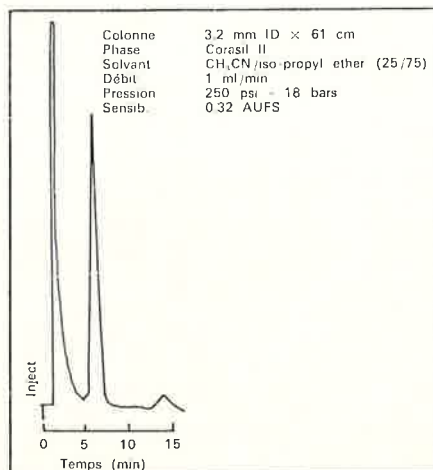


Figure 5. — Chromatogramme d'un type d'échantillon de L.S.D. frelaté.

Des injections répétées de 30-50 µl de chacune des solutions ont été faites directement sur une colonne de Corasil® II dans un chromatographe Waters ALC 202. Des injections de 10 µl de standards de références (tartrate de L.S.D., 0,476 µg/µl) ont été faites également. La composition du solvant est acétonitrile —

éther isopropylique (25-75). La sensibilité du détecteur U.V. à 254 nm était 0,32 D.O. et le débit 1 ml/mn. La pression affichait alors 18 bars approximativement. On a comparé les résultats quantitatifs obtenus en chromatographie liquide à grande vitesse avec ceux obtenus par 2 techniques spectrophotométriques U.V. et 1 technique spectrofluorométrique. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau II.

TABLEAU N° II

	ECH 1	ECH 2	ECH 3
U.V. (5)	160	89	102
U.V. (6)	167	104	127
Fluorescence (7)	161	101	114
Le Corasil II	161	97	114

Des standards ont alors été chromatographiés pour établir la courbe de calibration (Figure 6) de la quantité de L.S.D. par rapport à la hauteur de pic.

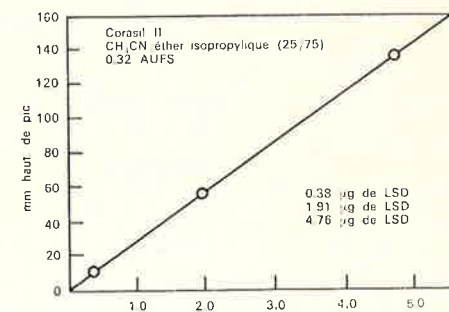


Figure 6.

L'une ou l'autre des techniques décrites ci-dessus peuvent être utilisées pour séparer le L.S.D. des mélanges complexes dans lesquels il se trouve habituellement*.

Opium et héroïne

Le *Papaver somniferum* ou pavot des jardins est une plante dont la variété à fleur blanche fournit l'opium.

La variété à fleur rouge donne aussi de l'opium mais celui-ci est moins recherché (opium de la thébaïque).

Le pavot (*Papaver somniferum*), contient 30 alcaloïdes ou plus parmi lesquels 6 seulement sont d'un intérêt majeur pour notre étude. L'origine et les conditions de croissance de la fleur de pavot peuvent être déterminées à partir des concentrations relatives de la morphine, narcotine, papaverine, thébaïne, codéine et narcéine contenus dans l'échantillon d'opium.

L'héroïne est un dérivé diacétylé de la morphine. Selon le Directeur de la Brigade des Stupéfiants à Paris **, l'héroïne originaire de Marseille est habituellement très pure.

Cependant, comme en présence d'air humide il y a hydrolyse de l'héroïne en morphine, le degré d'hydrolyse peut être relié aux conditions de stockage des produits.

En outre, la nature et la quantité des diluants ajoutés pour couper l'héroïne « pure » peuvent donner des indications pour savoir si deux échantillons peuvent provenir d'un même fournisseur local.

Les séparations sur phase inverse, de l'héroïne

* Une autre application de la chromatographie liquide pour la séparation du L.S.D. est décrite dans l'article de I. Jane et B. B. Wheals paru dans *Chromatogr.*, 1973, 84, 181.

** Communication personnelle faite à M. William A. Dark.

frelatée et de l'opium codex (Figures 7 et 8) sont montrées ci-dessous.

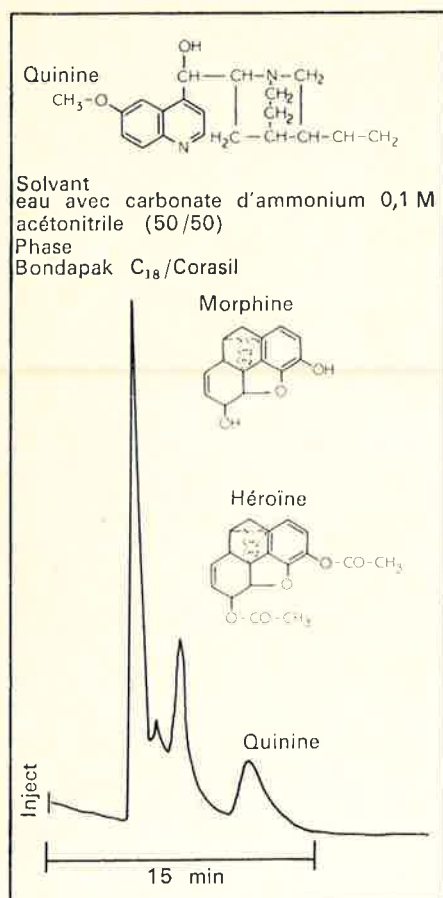


Figure 7.

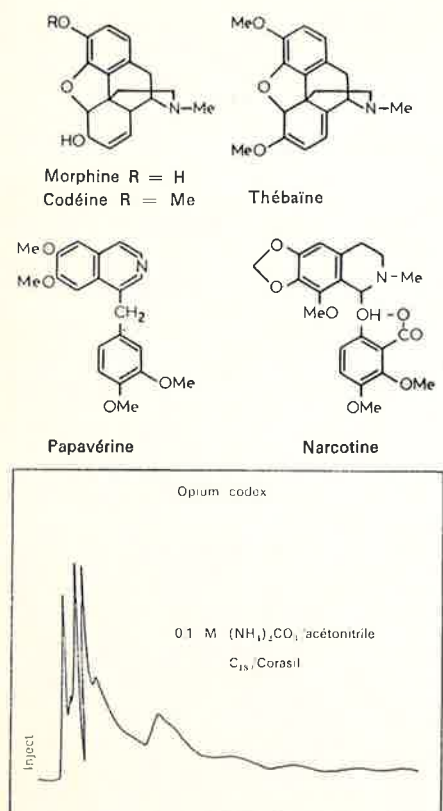


Figure 8.

La phase mobile est constituée d'eau et d'acétonitrile. Le carbonate d'ammonium est ajouté pour avoir un pH apparent basique, afin que les alcaloïdes soient tous sous forme de base libre.

Les pics dans l'héroïne frelatée sont :
1 : Morphine; 2 : 6 monoacétylmorphine;
3 : Héroïne; 4 : Quinine (le diluant).

Si c'est la strychnine ou la brucine qui est utilisée comme diluant, ces deux produits éluent après la quinine. La présence de la morphine et de son dérivé monoacétylé, indique qu'il y a eu hydrolyse.

Cannabis

Le chanvre cultivé (*Cannabis sativa*) est une plante à fleurs dioïques, à pétales.

Alors que les fleurs mâles sont disposées en grappes, les fleurs femelles sont réunies en épi et sont unibractées.

Les extrémités du pistil (des fleurs femelles uniquement), une fois séchées sont appelées Cannabis, Haschich ou Marijuana. Cette appellation dépend du lieu géographique ainsi que la quantité de cannabinoïdes. On a quelque incertitude sur le fait que la quantité de tétrahydrocannabinol (l'ingrédient actif le plus important) dépend du climat ou de l'espèce de la plante, voire même de son chimiotype.

On pense théoriquement que la quantité d'ingrédients actifs contenus dans la résine des extrémités fleuries des pistils de fleurs femelles diminue sous le climat froid.

Ainsi le *Cannabis sativa* des Indes possède 20 % d'ingrédients actifs, celui de Mexico 15 %, celui du Kentucky 8 % et celui du Wisconsin 6 % ou moins.

Pour établir positivement l'identification du cannabis il faut identifier la présence de :
1 : acide cannabidiolique; 2 : cannabidol;
3 : cannabinal; 4 : tétrahydrocannabinol.

La concentration relative de ces quatre composés indique le lieu de culture du chanvre, son âge, et s'il est naturel ou synthétique.

Le chromatogramme de la figure 9 montre une séparation préliminaire du chanvre Turc grossier.

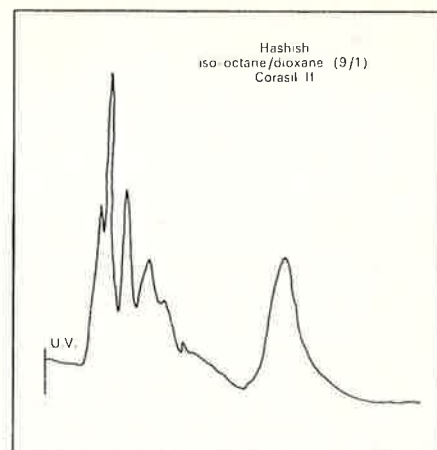


Figure 9.

Afin d'étudier les effets du tétrahydrocannabinol sur l'homme, les docteurs H. Dalzell, R. Razdan et D. Uliss de Sharp Associates/Sheehan Institute de Cambridge (Massachusetts) ont préparé des dérivés diacétates et hydroxy des isomères du 7-hydroxy Δ-1 tétrahydrocannabinol.

La séparation préparative de ces isomères est décrite en détail dans une publication Waters « Séparation préparative des métabolites du cannabinal par Chromatographie liquide à grande vitesse ».

Barbituriques

Les barbituriques ont été séparés aussi bien sur phase normale que sur phase inverse par chromatographie liquide à grande vitesse.

Les chromatogrammes des figures 10 et 11 représentent, le premier, une séparation sur phase normale, le second, une séparation sur phase inverse.

La séparation sur phase inverse a été réalisée par Don Frasch des laboratoires d'État du sud Dakota.

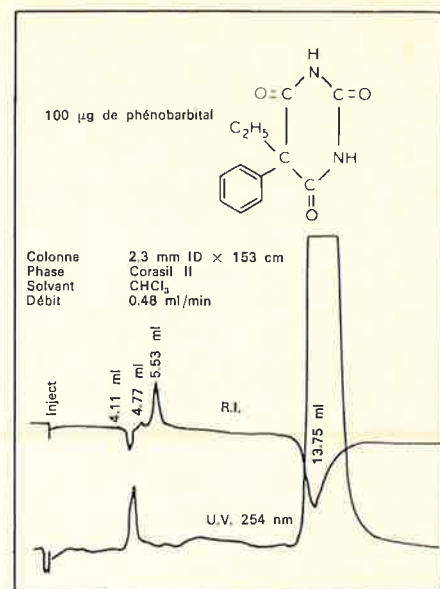


Figure 10.

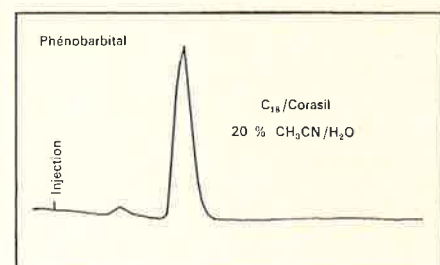


Figure 11.

Un autre chromatogramme (Figure 12) représente la séparation du secobarbital et amobarbital sur phase inverse.

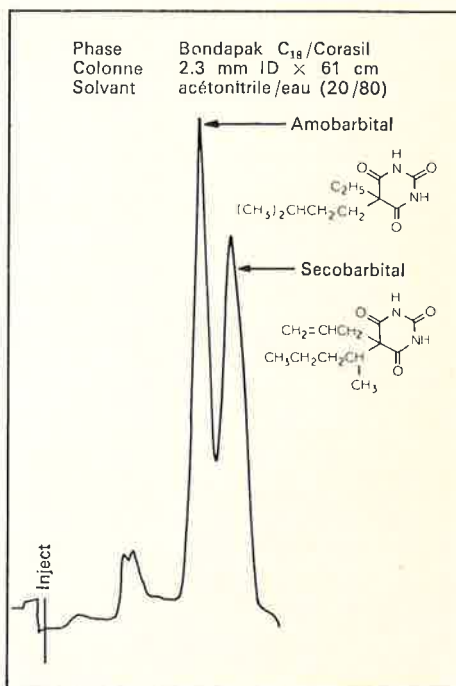


Figure 12.

Autres stupéfiants

La séparation des amphétamines peut être réalisée sans passer par une dérivation de l'échantillon.

Don Frasch a séparé le 3-4 Méthylène dioxyamphétamine (M.D.A.) sur une colonne de phase normale Corasil II avec comme phase mobile du chloroforme. La vanilline a été utilisée comme un étalon interne (Figures 13 et 14).

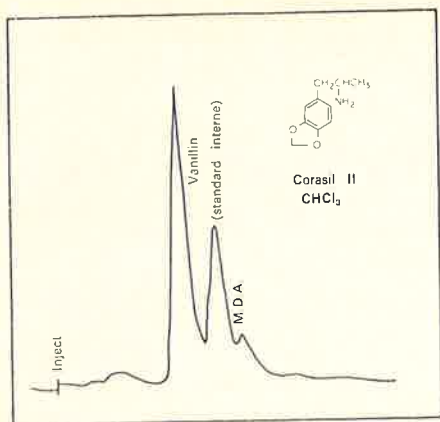


Figure 13.

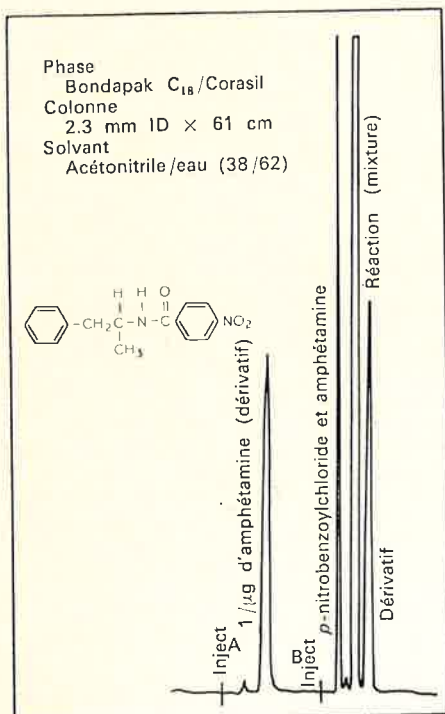


Figure 14.

La chromatographie liquide à grande vitesse permet à l'analyste de séparer et d'identifier les drogues dans des mélanges extrêmement complexes.

Cette technique peut être utilisée pour réaliser un travail analytique ou pour préparer des composés purs pour la recherche.

Appareillage

La chromatographie liquide à grande vitesse nécessite :

a) un système de pompage à débit constant extrêmement reproductible;
b) un système d'injection, sans arrêt de pression, permettant des injections du μl au millilitre à des pressions pouvant aller jusqu'à 420 bars.

c) un réfractomètre différentiel à déflexion optique, universel sur toute la gamme des indices de réfraction.

d) un détecteur (U.V. et visible) multi-longueurs d'ondes pouvant travailler à une amplification $5 \cdot 10^{-3}$ avec une sensibilité 10^{-6} . Les séparations optimales des drogues et stupéfiants dépendent d'un système fiable et sûr. Un tel système pourrait être composé d'une pompe type M 6000 A, d'un injecteur universel type U 6K, d'un réfractomètre différentiel type R 401 et d'un détecteur par absorbance U.V. et visible type 440 montés sur un appareil de chromatographie liquide Waters du type ALC/GPC 244.

Bibliographie

J. D. Wittwer Jr et J. H. Kluckhohn, *J. chromatog. S.*, 1973, 11, 1.
A. Ohlsson, C. I. Abon-Chaar, S. Agurell, I. M. Nilsson et K. Olofsson, *Bull Narc XXII*, 1971, 1, 29 cités dans publications de Sperling A., *J. chromatog. Sci.*, 1972, 10, 268.
E. P. Clauss et V. E. Tyler Jr., « Pharmacognosy », Edit. : Lea et Febiger, Philadelphie 5^e édition 1968, p. 243.

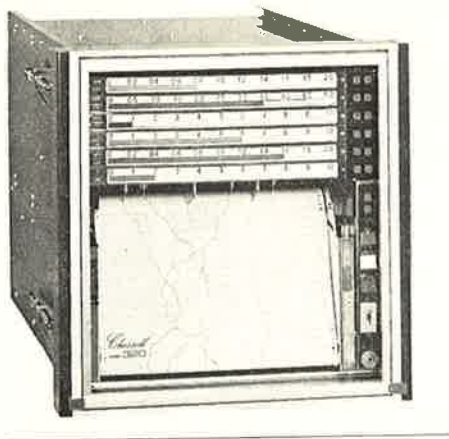
Un grand pas en avant dans le domaine des appareils d'enregistrement

Chessel Limited, société britannique de dessinateurs et fabricants d'appareils d'enregistrement sur bande, présente l'enregistreur de Série 320 à stylets multiples et tracé continu.

A ces enregistreurs de la série 320 sont incorporés des dispositifs de tracé totalement indépendants les uns des autres, chaque tracé continu apparaissant dans une couleur bien distincte pour faciliter la lecture. L'ingénieur chargé de l'entretien comme l'utilisateur bénéficient de sa construction modulaire et de son agencement ergonomique; il existe une grande diversité d'options y compris un entraînement électronique de la bande à dix vitesses, marqueurs d'événements, avertisseurs fort/faible et plus de trois cents dispositifs enfichables de conditionnement de signaux pouvant accepter presque toute entrée, linéaire et non linéaire, chacun avec des entrées isolées.

L'enregistreur standard de Série 320 comporte également une alimentation électrique autorégulatrice de conception très moderne, des indicateurs de niveau linéaire, des signaux de canal unique à lecture directe et une porte rabattable et coulissante, seule en son genre.

Distributeur pour la France : Eurotherm-Seurapel, 185, avenue du Général-Leclerc, 94900 Maisons-Alfort. Tél. : 207.32.87. Télex : 68441.



Un nouveau système de pompage en chromatographie liquide

Waters Associates présente un nouveau système de pompage, en chromatographie liquide à grande vitesse : la pompe 6000 A. Cette pompe, outre les avantages de la pompe 6000, présente des possibilités nouvelles qui rendent possible une compatibilité totale avec tous les solvants, une stabilité très grande à de très faibles débits, et une utilisation beaucoup plus simple.

Son utilisation est facilitée par un tableau de pompe à 3 commandes supplémentaires. Ces trois commandes sont :

a. Une première commande à 3 positions permet de pomper 1 solvant parmi un choix de 3 solvants.

On peut en outre faire du « step gradient » ou faire de « l'enrichissement de traces » par concentration de composants sur une colonne.

b. Une seconde commande à trois positions donne la possibilité de choisir 3 types de fonctionnement avec des connexions pré-établies : un fonctionnement analytique avec une évacuation à l'évier; un fonctionnement en collection de fraction, soit manuelle soit automatique; un recyclage pour des séparations très difficiles.

c. Une commande de vanne de soutirage du solvant permet de prélever du solvant propre pouvant être utilisé pour préparer les échantillons.

La pompe 6000 A est disponible sous forme modulaire pour être incorporée à n'importe quel système chromatographique.

En raison de son expansion, la Société Waters Associates a le plaisir de vous informer qu'elle s'installe 18, rue Goube à Paris dans le 19^e, dans de nouveaux bureaux qui regroupent toutes ses activités. N'hésitez pas à contacter Waters au 205.93.19.

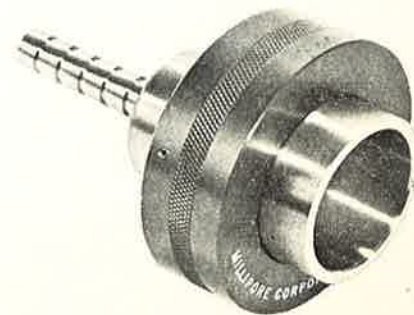
Analyse de la contamination de l'air ambiant

L'urbanisation rapide, l'utilisation de véhicules, l'isolation avec amiante, les usinages et les traitements de surface ont considérablement accru la concentration des substances toxiques dans l'air ambiant. Bien que les normes puissent différer d'un pays à l'autre, la méthode généralement adoptée est basée sur l'utilisation des membranes filtrantes pour l'échantillonnage de l'air.

Les membranes Millipore résolvent aisément ce problème et leurs caractéristiques de rétention absolue en surface en font un outil essentiel pour la détermination quantitative de la pollution. De plus, le même type de membrane a déjà été normalisé pour une grande quantité de méthodes d'analyse. L'équipement de base se compose essentiellement d'un support-filtre dans lequel est placée une membrane Millipore. L'air est aspiré à travers le filtre par une pompe à vide, travaillant à débit constant.

Les particules en suspension dans l'atmosphère sont alors arrêtées sur la membrane. Une fois l'échantillonnage terminé, il est facile d'utiliser cette membrane pour diverses analyses, telles que le comptage de particules, les analyses gravimétriques ou chimiques, la spectroscopie d'absorption atomique, etc...

Pour faciliter certaines analyses, il existe des membranes quadrillées, blanches ou noires.



Système Millipore d'échantillonnage d'air. Type XX 5004710.

Pour des renseignements complémentaires, veuillez entrer en contact avec Millipore S.A., 46 bis, rue Louis-Blériot, 78530 Buc. Téléphone 956.20.19.

Balances d'analyse et de précision pour l'enseignement

Conçues par Sofranie pour des pesées rapides et sûres, notamment pour les essais en groupes en chimie, biologie ou physique, ces balances possèdent un système de prépesage automatique qui indique, au gramme près, sur toute la zone de pesée et signale combien de poids incorporés doivent être levés par une simple manipulation du bouton correspondant.

L'une des balances d'analyse possède le déblocage automatique qui assure une reproductibilité constante des résultats ainsi qu'une longue durée de vie de la balance, même dans des conditions rigoureuses d'utilisation. Les deux balances de précision figurant dans le programme des balances pour l'enseignement présentent respectivement une zone de pesée de 1 200 g et 160 g et une précision de lecture de 0,01 g et 0,001 g.

Elles sont peu sensibles aux dénivellations provenant des tables de pesée.

Sofranie, Département Appareils scientifiques, 2, rue Pocard-Prolongée, 92300 Levallois-Perret.

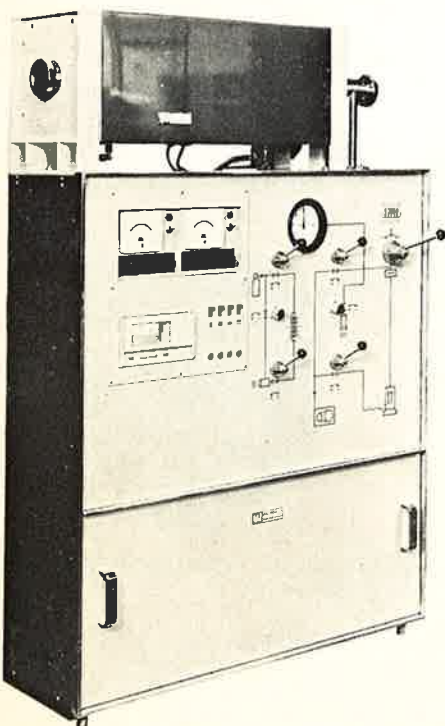
Nouveau four à moufle et à parois chaudes

Imanco a introduit sur le marché un nouveau four à moufle et à parois chaudes qui est utilisable sous vide élevé ou dans une atmosphère contrôlable très pure, pour des températures allant jusqu'à 1 200 °C.

Le four se prête à différentes applications, parmi lesquelles figurent le traitement thermique, la cristallisation, le frittage, le brasage et le recuit à vide, la chimie à haute température et l'étuvage de céramique et de ciment.

L'appareil est caractérisé par une zone chaude très uniforme, des temps brefs d'échauffement et de refroidissement et par un joint entre le moufle et les capuchons d'extrémité, réalisé par une technique brevetée de soudure céramique, métal, qui garantit un taux de fuite inférieur à 10^{-2} lusec.

Imanco Analyseurs d'Images S.A.R.L., Centre d'Affaires Paris-Nord, bâtiment Ampère, 93153 Le Blanc-Mesnil. Tél. 931.01.34. Téléc 91890 F.



Une installation d'un maniement facile et économique, pour la croissance des cristaux

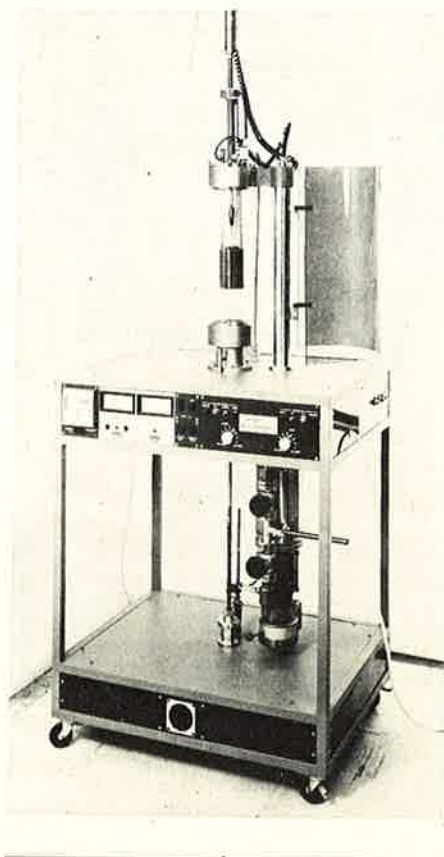
IMANCO a développé un appareil compact entièrement nouveau pour la croissance des cristaux. Le nouvel appareil a été perfectionné en vue de sa mise en service dans les laboratoires de recherche, les universités, les écoles et pour la production en petites quantités dans l'industrie. On a attaché une importance particulière au maniement simple et rentable.

L'appareil, qui est enregistré sous le numéro BCG 265 peut être livré pour la croissance des cristaux d'après le procédé Bridgman ou d'après le procédé Czochralski. En outre l'appareil est approprié pour l'emploi des deux procédés. Le système BCG 265 sert à la croissance des cristaux à partir d'une multitude de métaux, d'alliages, de semi-conducteurs et de sels ioniques, et les cristaux finis peuvent présenter un diamètre allant jusqu'à 25 mm et une longueur allant jusqu'à 250 mm.

Le chauffage peut se faire soit par un chauffage à résistance qui implique un travail sous vide ou en atmosphère inerte, soit par un chauffage à induction pour lequel on peut utiliser des atmosphères légèrement oxydantes. Tandis que le chauffage par induction permet des températures de travail allant jusqu'à 2 000 °C, l'emploi du chauffage à résistance est limité à une température de 1 200 °C maximum.

Dans les deux cas les temps de chauffage et de refroidissement sont très courts. Les chambres en quartz et « Pyrex » laissent voir constamment le creusé et la charge et permettent ainsi la surveillance continue des conditions de croissance, sans que des instruments chers et onéreux soient nécessaires.

Imanco Analyseurs d'Images S.A.R.L., Centre d'Affaires Paris-Nord, bâtiment Ampère, 93153 Le Blanc-Mesnil. Tél. 931.01.34. Téléc 91890 F.



Quelques points saillants du discours du Directeur général de l'A.I.E.A.

Dans son exposé à la Conférence générale de septembre 1975, à Vienne, le Directeur général de l'Agence Internationale de l'Énergie Atomique (A.I.E.A.), M. Sigvard Eklund, a passé en revue les progrès réalisés dans le développement de l'énergie nucléaire.

Demande d'énergie

Il est généralement admis que la demande d'énergie continuera à augmenter.

Cette tendance prévaudra malgré les restrictions apportées à un grand nombre d'opérations industrielles consommatrices d'énergie, et qui sont principalement dues à la hausse du prix de l'énergie. Il est évident que les déclarations optimistes concernant la possibilité d'exploiter bientôt les énergies thermonucléaire, solaire, géothermique et éolienne devront être profondément révisées, tant en raison des nombreuses études qui sont encore nécessaires qu'à cause des estimations inexactes du potentiel d'énergie disponible, notamment en ce qui concerne l'énergie éolienne.

Le combustible fossile reste de loin la réserve d'énergie la plus importante dont on dispose pour l'usage immédiat. Néanmoins, on ne sait pas encore très bien dans quelle mesure les produits de sa combustion influent sur l'environnement et il faudra faire encore beaucoup de travaux de recherche dans ce domaine pour fixer des limites admissibles. L'énergie de fission offre une possibilité de remplacer le combustible fossile, la seule dont on dispose immédiatement. Pour le moment, la puissance nucléaire installée n'est que de l'ordre de 85 000 MW(e), répartis entre 19 pays, ce qui correspond à environ 6 % de la production totale d'énergie électrique. Les besoins de la plupart des régions du monde en voie de développement se manifestent à présent de façon particulièrement aiguë et font nettement apparaître certaines des demandes les plus importantes auxquelles l'Agence aura à faire face d'ici quelques années.

Le débat public sur l'utilisation en grand de l'énergie d'origine nucléaire porte essentiellement sur les trois questions suivantes : risques inhérents à un accident de réacteur et fiabilité des réacteurs nucléaires en tant que producteurs d'électricité ; élimination des déchets radioactifs ; contrôle des matières nucléaires (surtout du plutonium) en vue d'empêcher leur détournement vers des fins militaires ou vers des activités terroristes.

Fiabilité des réacteurs

A cet égard, je tiens à rappeler les conclusions du colloque sur la « fiabilité des centrales nucléaires », organisé par l'Agence à Innsbruck au printemps dernier. Des progrès impressionnants ont été accomplis dans la « guérison des maladies d'enfance » et on obtient maintenant de très bons résultats, même pour les très grandes unités. Aujourd'hui, les affirmations sur le peu de fiabilité des centrales nucléaires sont tout à fait fausses. Les travaux se poursuivent en ce qui concerne le grand programme approuvé l'année dernière et qui concerne un système complet de codes et guides de sécurité acceptables au niveau international pour les centrales nucléaires.

La plupart des opérations qui comportent la production d'énergie d'origine nucléaire ont donc maintenant atteint le stade d'une application industrielle et commerciale normale ; ce n'est pas le cas de certaines opérations du cycle du combustible nucléaire telles que le retraitement du combustible et la gestion des déchets radioactifs.

Gestion des déchets

Étant donné qu'on accepte de plus en plus le principe de l'évacuation après solidifica-

tion des déchets fortement radioactifs et émetteurs alpha dans des formations géologiques stables, l'Agence crée un groupe consultatif permanent afin d'étudier ce problème ainsi que des questions connexes. Il ne faudrait pas oublier une conclusion importante de la Conférence de l'Agence qui s'est tenue au Gabon en juin dernier, à savoir que le plutonium qui s'est formé et s'est déposé dans le réacteur d'Oklo il y a environ un milliard sept cents millions d'années n'a jamais quitté le lieu où il s'est formé et s'est désintégré sur place. Ce phénomène qui s'inscrit sur une page de l'histoire de la terre devrait éliminer au moins quelques-unes des préoccupations concernant le sort des déchets déposés dans des formations géologiques.

Sécurité

Depuis peu, la protection physique des installations nucléaires et des matières du domaine nucléaire retient beaucoup l'attention du public. Cette question a été examinée par un groupe d'experts qui s'est réuni à Vienne en mai dernier. On a suggéré d'élaborer une convention internationale portant plus particulièrement sur la protection physique pendant le transfert international des matières nucléaires. Si cette suggestion était acceptable pour les États Membres, l'Agence serait prête à coordonner un tel travail.

Une grande Conférence internationale sur l'énergie d'origine nucléaire et le cycle du combustible aura lieu à Salzbourg du 3 au 13 mai 1977. A notre avis, étant donné le stade qu'atteint actuellement l'introduction de centrales nucléaires dans les réseaux électriques, elle sera intéressante et utile pour les États Membres.

Garanties internationales

Il est évidemment essentiel que les garanties de l'Agence soient appliquées à toutes les activités nucléaires des États non dotés d'armes nucléaires. Si la capacité de réaliser des explosions nucléaires s'étend encore, ce sera presque certainement parce que des matières, installations ou connaissances techniques nucléaires auront été importées sans que des garanties aient été appliquées à la totalité du cycle du combustible.

Dans les efforts déployés à l'échelle mondiale pour empêcher une plus grande dissémination, ce qui est dans l'intérêt de tous les pays, les États dotés d'armes nucléaires ont un rôle particulièrement important à jouer. Ils sont les principaux exportateurs. Un nouveau pas en avant sur la voie d'une interdiction complète des essais nucléaires encouragerait tous les partisans de la non-prolifération et affaiblirait la position de ceux qui persistent à dire que les armes nucléaires sont indispensables pour la sécurité nationale.

Si la Conférence des Parties a montré que la coopération internationale dans le domaine de l'utilisation de l'énergie nucléaire à des fins pacifiques avait sensiblement progressé et si elle a ainsi donné aux programmes de l'Agence un dynamisme nouveau, le problème de la limitation et du contrôle des armes nucléaires demeure. Dans ces conditions, j'espère que les discussions relatives à l'interdiction totale des essais nucléaires aboutiront à des résultats concrets.

Isotopes

Il faut reconnaître que pour un grand nombre d'États Membres de l'Agence, le principal intérêt de l'énergie atomique réside encore dans les applications techniques nucléaires en médecine, en agronomie et pour la mise en valeur des ressources en eau. La coopération dans ce domaine porte principalement sur l'emploi des rayonnements dans la conservation des aliments. Je tiens donc à inviter instamment les États Membres et les autres organisations de la famille des Nations Unies, en parti-

culier l'O.M.S. et la F.A.O., à prendre les mesures nécessaires pour obtenir, au niveau international, une décision définitive sur l'autorisation d'irradier certains aliments importants destinés à la consommation.

Nouvelle usine de chlore I.C.I.

La Direction générale d'I.C.I. a donné son accord au projet de construction d'une nouvelle unité de production de soude caustique et de chlore, équipée de cellules à diaphragme, dans l'usine de Lostock de la Division Mond, à Northwich, Cheshire. Les travaux de préparation du chantier sont déjà commencés; la construction doit être entreprise immédiatement. La fin des travaux est prévue pour le premier semestre 1977. L'usine produira environ 80 000 tonnes de chlore par an.

Le procédé mis en œuvre est fondé sur une technique élaborée par I.C.I. et Solvay. Ce traitement utilise une cellule d'un type nouveau, munie d'anodes de titane, mises au point par I.C.I. et conçue pour fonctionner avec une faible consommation d'énergie.

I.C.I. France, 8, avenue Réaumur, 92140 Clamart. Tél. 630.23.30.

Nouvelle découverte de réserves minières en Irlande

A la suite de forages effectués par l'Anglo United Development Corporation Ltd., on a découvert en Irlande de nouvelles réserves d'argent d'une qualité supérieure. La teneur de cet argent, la plus élevée semble-t-il pour l'Irlande, dépasse largement les premières estimations de l'Anglo. Ces réserves ont été mises à jour dans deux puits différents distants de 200 m. Les premiers résultats font apparaître une teneur en argent de 192,8 g et de 195,6 g par tonne.

Coopération U.S.A.-U.R.S.S.

E. I. du Pont de Nemours and Company a annoncé la signature, à Moscou, d'un accord portant sur la vente de la technologie mise au point par la Société pour la fabrication de dioxyde de chrome dont la production sera entreprise en U.R.S.S.

La vente des installations nécessaires à la fabrication de dioxyde de chrome a également fait l'objet d'un accord. Technologie et matériel représentent, dans leur ensemble, un prix d'achat de 7,3 millions de dollars. A la suite de ces accords, l'U.R.S.S. sera en mesure de construire une usine et d'entreprendre la fabrication de dioxyde de chrome pour les bandes d'enregistrement son-image d'ici trois ans environ. Des conseillers techniques de Du Pont seront à disposition pour la durée de la construction de l'usine en U.R.S.S.

La chlorpromazine a vingt-cinq ans

C'est en 1950 que le français Charpentier réalisait dans les Laboratoires de recherche « Specia » la synthèse chimique d'un nouveau dérivé de la phénothiazine, la chlorpromazine.

Grâce aux efforts des professeurs Labory et Delay, ce produit était mis dès 1952 à la disposition du corps médical avec plusieurs indications, allant de la médication préopératoire (hibernation artificielle, cocktail lytique) au traitement de l'agitation des psychoses; la chlorpromazine possède

en effet des propriétés très diverses (sympathicolitiques, vagolytiques, sédatives, hypnotiques, etc.).

Avec ce premier neuroleptique, une classe nouvelle de médicaments allait créer une nouvelle ère thérapeutique: celle de la neuropsychiatrie moderne; elle a apporté à des millions de malades psychiques agités l'apaisement de leurs troubles et elle a permis, par ailleurs, de traiter ambulatoirement des millions de patients qui, faute de ces médicaments, auraient dû être hospitalisés pour de longues durées.

Une nouvelle science: l'archéométrie

L'archéométrie est la science multidisciplinaire qui permet de tirer de l'étude approfondie d'un objet ancien toutes sortes de conclusions utiles à l'histoire et à la culture. L'analyse de telles trouvailles archéologiques devrait désormais être le fait de chimistes, minéralogues, géologues, céramistes et archéologues. La confrontation de leurs conclusions spécifiques fournira les données indispensables à la connaissance des civilisations anciennes.

C'est la Société des chimistes allemands qui a pris l'initiative de créer en son sein un groupe de travail d'archéométrie, d'emblée promis à une grande activité.

Un extincteur chimique automatique dans les vide-ordures des avions

La « Federal Aviation Agency » va rendre obligatoire pour les avions américains de transport l'installation d'extincteurs automatiques dans les vide-ordures des toilettes des grands appareils; du fait de la négligence des passagers, plusieurs incendies s'y sont déclarés.

L'extincteur contient sous forme liquéfiée du bromotrifluorométhane, qui se décharge automatiquement sitôt que la température ambiante approche de 80 degrés. En 15 secondes, le gaz étouffe le feu en interrompant chimiquement la combustion.

Comment fut inventée la feuille cellulosique

Jacques Edwin Brandenberger (1872-1954), docteur en chimie de Zurich, souvent en voyage et fréquemment obligé de prendre ses repas à l'extérieur s'était plaint à maintes reprises des nappes peu avenantes des restaurants: un verre de vin renversé lui aurait donné l'idée de recouvrir le tissu d'un revêtement anti-taches.

Pour tenter de parer de fines cotonnades d'une protection imperméable et brillante, il fit d'innombrables recherches à partir de la cellulose. Toutes échouèrent mais, au cours de ses inlassables essais, il eut l'idée que la gaine qu'il avait mise au point, limpide comme du verre, pourrait servir à mettre en valeur des produits nobles, tout en constituant une protection efficace et discrète.

Il appela sa création « cellophane », de « cellulose » et « diaphane »: il fut toutefois pendant longtemps le seul à croire à son invention.

De sa découverte à l'application, la route que suivit Jacques Brandenberger fut semée d'obstacles et d'embûches. De 1908 à 1911, il s'acharna à résoudre les problèmes techniques et à promouvoir sa découverte. Il fallut attendre qu'un américain, fasciné par ce nouveau matériau d'emballage,

passé de premières commandes. Des demandes de licence affluèrent alors d'un peu partout, notamment d'Allemagne où les installations de production industrielle se mirent à fonctionner à Kalle en 1925 et où l'on fête actuellement ce jubilé. La venue sur le marché d'autres produits comparables, notamment à base de matières plastiques, n'a pas détrôné l'invention du chimiste zurichois; la production annuelle mondiale des feuilles celluloses est actuellement estimée à 700 000 tonnes pour une valeur de quelque 8 milliards de francs.

N'ayant cessé de suivre les progrès et le développement de la feuille cellulosique, Jacques Brandenberger, à l'inverse de beaucoup d'inventeurs, eut la joie d'assister à la marche victorieuse de sa découverte à travers le monde. L'Institut de Franklin le décora de sa plus haute distinction: la médaille d'or Cresson, qu'Einstein et Ford avaient obtenue avant lui. En France, où il avait fait ses premières expériences pour obtenir un produit anti-taches sur des tissus de coton, il fut fait chevalier de la Légion d'honneur.

Le P.E.T.N., l'explosif le plus brisant

Mis au point depuis une vingtaine d'années, le P.E.T.N. est l'explosif le plus « brisant » découvert à ce jour, mais sa production pose des problèmes très délicats.

C'est une entreprise valaisanne de Gamsen (Société suisse des explosifs) qui en a conçu, en 1971, la fabrication à l'échelon industriel et elle exploite aujourd'hui la plus grosse unité de production existante; ce produit, dont le nom chimique est Tetranitropenterythrite, est exporté dans le monde entier. Contrairement à d'autres explosifs, dont l'effet est fonction de la puissance de la pression d'air qu'ils dégagent, le P.E.T.N. développe une onde de choc particulièrement forte: 1 kilogramme permettrait en théorie de soulever 100 wagons de 10 tonnes chacun à une hauteur d'1 mètre en 1 seconde. Du fait de ses effets brisants, ce produit est utilisé notamment par les géologues du pétrole pour leurs recherches sismiques; on s'en sert aussi pour percer des tunnels en « découpant » les rochers.

La plus récente application de cet explosif est la lutte contre la grêle. A Begnins (Vaud) un groupe de viticulteurs a essayé divers moyens pour protéger leur vignoble; cette année ils ont décidé d'expérimenter en « première mondiale » des fusées dont le « moteur » est italien et qui sont équipées d'une tête contenant 1 kilogramme du P.E.T.N. Explosant à 2 500 mètres d'altitude (plafond imposé en raison du trafic aérien de l'aérodrome de Cointrin), le P.E.T.N. libère une onde de choc d'une puissance de 1 million de kilogrammes-mètre qui pulvérise les grêlons et les rend inoffensifs lorsqu'ils arrivent sur le sol.

Les premiers essais, effectués lors des orages de cet automne qui ont ravagé la Côte, paraissent concluants: la région, d'une surface de 240 hectares environ, couverte par les douze postes de tir (d'où l'on a tiré quelque deux cents fusées), s'est trouvée protégée comme par un parapluie alors que le reste du vignoble a été détruit à 60 % par la grêle.

La plus âgée des doctresses en chimie de Suisse est anglaise et a cent ans

Mlle Édith Ellen Humphrey vient de fêter à Londres son centenaire, ce qui fait d'elle

la plus âgée et probablement la plus ancienne doctresse en chimie de Suisse.

De nationalité anglaise, elle avait été admise en 1897 à l'Institut de chimie de l'Université de Zurich qui était alors l'une des seules grandes écoles d'Europe à accepter une étudiante. En 1900, assistante du professeur Werner, elle présenta une thèse et obtint le titre de docteur en chimie.

Revenue en Angleterre, Mlle Humphrey y fit toute sa carrière comme chimiste dans une entreprise de tapisserie, dont elle devint bientôt l'une des directrices. Ce n'est qu'à 97 ans qu'elle cessa toute activité, ayant consacré sa retraite à approfondir ses connaissances en chimie.

Mlle Humphrey, à l'occasion de son centenaire, a été faite première membre d'honneur de l'Association des anciens élèves de l'Institut de chimie de Zurich.

Une clarinette en nylon

Faite de bois d'Afrique, la clarinette est ultra-sensible aux changements de température et à l'humidité. Un fabricant d'instruments de musique de Londres, après deux ans de travail avec des chimistes d'une usine de plastiques anglaise (I.C.I.) a mis au point une clarinette en fibre de verre et en nylon que vient d'adopter un soliste de l'Orchestre symphonique de Londres: sa sonorité est excellente et elle n'a pas les inconvénients des clarinettes conventionnelles.

Nouvelles des Communautés européennes

Rejets chimiques dans la Manche

Suivant les renseignements dont dispose la Commission européenne, les déversements quotidiens dans la Manche d'acide sulfurique (compté à 100 %) sont de l'ordre de 750 tonnes par jour, ceux de sulfate de fer hydraté de l'ordre de 367 tonnes par jour et ceux de sulfate de fer de 246 tonnes par jour. Ces déversements sont dilués dans une quantité d'eau telle que le rejet effectif correspond à 2 % d'impuretés.

La fin des « boues rouges » ?

L'affaire des « boues rouges » est encore dans toutes les mémoires: en Méditerranée, les pêcheurs avaient protesté devant l'impressionnante couleur rouge que prenait la mer. Il s'agissait de déchets produits par une usine de dioxyde de titane. La Commission européenne vient de proposer au Conseil de ministres diverses mesures qui réduiront à terme la pollution de 95 %. La Communauté européenne est grosse productrice de dioxyde de titane: 840 000 tonnes par an, soit 39 % de la production mondiale (2 175 000 tonnes par an). Malheureusement, la Communauté est donc aussi grosse productrice de « boues rouges »: chaque jour, plus de 8 000 tonnes de déchets divers sont déversés par les usines de dioxyde de titane dans la mer du Nord et dans la Manche! C'est en effet en haute mer ou dans les estuaires que la grande majorité des usines productrices de dioxyde de titane rejettent leurs déchets: on compte sur la mer pour neutraliser la partie acide des déchets et sur la capacité en oxygène du milieu marin pour transformer le sulfate ferreux en sulfate ferrique, tandis que divers oxydes de métaux lourds doivent aller naturellement reposer sur le fond des mers.

Quand on pense que les producteurs espèrent doubler leur capacité de production en 10 ans, il y a de quoi s'inquiéter de la façon dont le milieu marin réagit. Les services

de la Commission européenne ont préparé un rapport technique sur la pollution causée par l'industrie du dioxyde de titane qui passe en revue les différents procédés de fabrication et les déchets résultant de chaque mode de production, et examine tous les aspects écologiques du problème, qu'il s'agisse des modifications physico-chimiques du milieu marin ou des effets biologiques des déversements de « boues rouges ». Enfin, le rapport tente d'apprécier comment et à quel prix pourraient être éliminés les déchets: soit en les transformant, soit en les recyclant.

L'emploi de dérivés du zirconium dans les « déodorants »

L'emploi de zirconium dans les déodorants est-il préjudiciable à la santé publique? Une étude réalisée pour le compte de la Food and Drug Administration des États-Unis estime que les risques inhérents à l'usage de produits antisueur contenant du zirconium, présentés en aérosols, sont intolérables au regard des avantages que l'on peut en retirer. Bien que les déodorants au zirconium ne représentent qu'un marché très limité à l'intérieur de la Communauté (contrairement aux États-Unis où on les trouve couramment dans le commerce), la Commission européenne soumet actuellement le rapport du F.D.A., ainsi que les autres informations relatives à cette question, à une étude technique, préalable à l'adoption par la Communauté de propositions assurant le respect de la santé des Européens.

Identification des aliments irradiés

L'identification des denrées alimentaires irradiées fait l'objet d'une étude réalisée par le professeur Diehl à la demande de la Commission européenne et publiée sous le titre « Qualitative and quantitative changes in the components of irradiated foodstuffs. Suggestions for further analytical studies as a contribution to the evaluation of wholesomeness ». Cette étude (publiée uniquement en langue anglaise) peut être obtenue en s'adressant à la Commission européenne, Direction de la protection sanitaire, 23, avenue Monterey, Luxembourg.

Douane et produits chimiques

Sept mille dénominations de produits chimiques organiques ont été répertoriées, avec indication de leur classement, dans le tarif douanier commun. L'ouvrage ainsi constitué offre la possibilité de connaître immédiatement le classement tarifaire (position et sous-position) des produits chimiques dans le tarif douanier des Communautés européennes. Les commandes éventuelles peuvent être adressées à l'Office des publications officielles des Communautés européennes, Boîte postale 1003, Luxembourg.

Encore le chlorure de vinyle

Le chlorure de vinyle et les problèmes qu'il pose à la médecine du travail ont été au centre d'une réunion de travail organisée par la Commission européenne. L'avis des experts gouvernementaux a été recueilli sur les diverses mesures préventives qu'il est possible de prendre. Actuellement, la concentration maximale du chlorure de vinyle monomère admise dans l'atmosphère sur les lieux du travail varie entre 5 et 100 ppm selon les règlements et les usages en vigueur dans les différents pays de la Communauté. La Commission européenne estime nécessaire d'assurer à tous les travailleurs un degré de protection suffisant dans l'ensemble des pays. C'est pourquoi elle envisage de proposer les mêmes objectifs et moyens de prévention dans toutes les entreprises de la Communauté où le risque est présent.

Étude de la radioactivité naturelle

La radioactivité naturelle et ses effets sur la population ont fait l'objet d'une réunion d'experts européens, réunis à Luxembourg à l'initiative de la Commission européenne. En vue d'établir un inventaire de l'exposition de la population au rayonnement naturel, les experts ont exposé la situation dans leur pays en ce qui concerne les programmes de mesure déjà terminés ou prévus dans le domaine de la radioactivité naturelle. Le compte rendu de cette réunion peut être obtenu (en langue française ou anglaise seulement) jusqu'à épuisement du stock, auprès de la Direction de la protection sanitaire de la Commission européenne, Centre Louvigny, Luxembourg.

Colloque sur les hydrobiocénoses

C'est sur le thème « Principes et méthodes pour l'établissement des critères écologiques relatifs aux hydrobiocénoses » (c'est-à-dire relatifs à la faune et à la flore aquatiques) que s'est déroulé les 5, 6 et 7 novembre, à Luxembourg, un colloque scientifique organisé par la Commission européenne. Seules les eaux douces seront étudiées au cours de cette rencontre dont les objectifs sont d'établir des bases scientifiques pour l'évaluation des conséquences de la pollution sur la faune et la flore aquatique, et la définition des méthodes biologiques à utiliser pour évaluer l'importance de cette pollution.

Surveillance et contrôle de la radioactivité

Sous le titre « Organisation et mise en œuvre de la surveillance et du contrôle de la radioactivité à proximité des installations nucléaires », les services de la Commission européenne ont publié un petit guide pratique, préparé par un groupe d'experts des neuf pays de la Communauté. La protection de la santé publique contre les radiations ionisantes fait partie des obligations de la Commission européenne, telles qu'elles sont prévues dans le traité

établissant la Communauté européenne de l'énergie atomique (Euratom). C'est pourquoi la Commission européenne a tenu à présenter un guide concret et réaliste qui permettra d'avoir une vue générale rapide des problèmes posés par le contrôle et la surveillance de la radioactivité et d'en tirer des enseignements applicables à des situations particulières. Ce document peut être obtenu auprès de l'Office des publications officielles des Communautés européennes, Boîte postale 1003, Luxembourg.

Le marché antipollution en France

En 1972, le marché français de la lutte contre la pollution s'établissait à environ 2 milliards de francs, si l'on s'en tient aux dépenses d'équipement. Le cas de la France est particulièrement significatif (et c'est pourquoi il a fait l'objet d'une étude à la demande de la Commission européenne) mais c'est dans l'ensemble des pays de la Communauté européenne que l'action législative et réglementaire des pouvoirs publics a fait évoluer l'offre et la demande de biens et de services dans le domaine de la protection de l'environnement.

Sur les pesticides

Pour faire face à l'emploi abusif des pesticides chimiques pratiqué au cours des dernières décennies, il a fallu mettre au point le concept nouveau de « lutte intégrée ». On s'est aperçu, en effet, que la polyvalence et la rémanence des pesticides chimiques ont entraîné des modifications importantes des équilibres biologiques : des espèces utiles ont été détruites en même temps que des espèces nuisibles, de nouvelles espèces nuisibles plus résistantes encore se sont développées, les produits toxiques enfin se sont accumulés dans les sols et dans les organismes vivants. La « lutte intégrée », telle qu'elle se développe, est un système dynamique qui doit s'adapter à tous les changements qui peuvent affecter les agro-écosystèmes en tenant compte de toutes les acquisitions de la recherche.

Pour cette raison, une étroite coopération doit s'établir entre les Instituts de recherche et les agriculteurs par l'intermédiaire de services de vulgarisation pourvus de moyens suffisants. C'est une des conclusions de l'étude « Méthodes de lutte intégrée et de lutte biologique en agriculture » que l'Organisation internationale de lutte biologique contre les animaux et les plantes nuisibles a menée à la demande de la Commission européenne.

La recherche communautaire au service des Européens

La Commission européenne vient de proposer quatre programmes pluriannuels de recherche concernant respectivement la fusion thermonucléaire et la physique du plasma ; la biologie et la protection sanitaire ; la recherche dans le domaine de l'environnement et le développement d'un Bureau communautaire de références. Au total, c'est une contribution de 335 millions d'unités de compte (1 U.C. = 1,3 dollar U.S. environ) que la Commission européenne propose d'affecter à ces quatre programmes.

Deux de ces programmes de recherche retiennent particulièrement l'attention en raison de leurs effets sur la protection de l'homme et de son environnement : il s'agit du programme « Biologie-protection sanitaire » d'abord, du programme « Environnement » proprement dit ensuite.

Le prochain programme pluriannuel de recherche que la Commission européenne proposera d'exécuter dans le Centre communautaire de recherche sera concentré dans six secteurs : énergie nucléaire classique ; applications non électrogènes de l'énergie nucléaire ; énergies nouvelles ; environnement et ressources ; mesures, étalons et techniques de référence ; activités de service. Les recherches en matière d'énergie et de protection de l'environnement représenteront entre 70 et 75 % de l'ensemble des programmes, soit environ 290 millions de dollars, répartis sur quatre ans.