Zeitschrift: Archives des sciences physiques et naturelles

Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève

Band: 27 (1945)

Artikel: Dosage colorimétrique de l'ion SO"4 dans les eaux potables

Autor: Bolle, Antoinette / Buffle, Jean-Ph.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-742532

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 30.11.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

La comparaison avec les seuils analytiques les plus sensibles est intéressante:

pour Fe⁺² il est $1:1,5 \times 10^6$ pour Fe⁺³ il est $1:3 \times 10^5$.

Enfin, il faut noter ici que dans les végétaux la quantité varie de 0.00015% (1: 6.6×10^5) à 0.02% (1: 5×10^3) sans que la saveur de fer soit perceptible.

Conclusions.

La saveur du fer est plus sensible par les sels ferreux que par les sels ferriques et beaucoup moins, dans les aliments, sous forme de dérivés organiques naturels que sous forme de sels inorganiques introduits artificiellement. Les saveurs étrangères rivales contribuent à voiler la perception gustative due au fer.

Antoinette Bolle et Jean-Ph. Buffle. — Dosage colorimétrique de l'ion SO_4'' dans les eaux potables.

Les méthodes de dosage de l'ion SO_4'' employées jusqu'ici dans l'analyse des eaux sont:

- a) la méthode gravimétrique, précise mais longue,
- b) la méthode volumétrique, relativement rapide, mais assez peu précise.

Toutes deux présentent en outre le grave inconvénient d'exiger, dans la plupart des cas, une concentration de l'eau à examiner.

La méthode colorimétrique que nous exposons ici évite cette opération et permet d'exécuter le dosage de l'ion SO_4'' en une heure de temps environ, entre des limites de concentration très étendues, tout en fournissant des résultats suffisamment précis.

Notre procédé est basé sur les études que Chatron $^{\mathbf{1}}$ a faites

¹ Chatron, Dosage volumétrique des sulfates par la méthode benzidinique. J. pharm. et chim., 8e série, 13, 244, 1931.

sur l'application de la méthode benzidinique au dosage de l'ion SO_4'' dans le sang. Il mentionne, pour le dosage de la benzidine précipitée comme sulfate, à côté des méthodes volumétriques développées dans l'article cité, la méthode colorimétrique basée sur l'obtention d'un composé coloré obtenu, soit par oxydation de la benzidine, soit par tétrazotation suivie d'une copulation sur un corps approprié.

Nos premiers essais portèrent sur la tétrazotation, puis la copulation d'une solution de benzidine pure $\frac{N}{1000}$. La copulation fut étudiée avec divers dérivés tels que: l'acide salicylique, l' α -naphtol, le thymol, le phénolsulfonate de potassium et l'acide naphtylamine-sulfonique 1-8.

Si l'on examine la courbe d'extinction présentée par ces divers colorants en fonction de la concentration en benzidine, on remarque qu'au delà d'une concentration minimum, elle suit à peu près la loi de Baer-Lambert. Pour les copulants les plus favorables, tels que le phénolsulfonate de potassium, elle passe par l'origine. Cependant une telle courbe ne peut s'appliquer au dosage colorimétrique de la benzidine précipitée comme sulfate, car elle ne tient pas compte des mêmes facteurs d'erreurs que ceux rencontrés au cours du dosage de l'ion SO_4'' , notamment:

- a) Excès de solution précipitante retenue par le précipité;
- b) Rétention d'acétone et d'alcool par le précipité au cours du lavage;
- c) Solubilité du précipité conduisant à des résultats trop faibles;
- d) Hydrolyse, puis tétrazotation incomplète de la benzidine.

C'est pourquoi nous avons établi une courbe d'extinction à partir d'une solution de SO_4 Ca $\frac{N}{50}$, en fixant au préalable très exactement les conditions de pH nécessaires pour obtenir une coloration invariable d'une analyse à l'autre.

Principe de la méthode.

L'ion SO₄ est précipité comme sulfate de benzidine. Ce dernier est filtré, lavé, puis hydrolysé pour libérer la base.

La benzidine est alors tétrazotée, copulée sur un corps convenable et la concentration du colorant tétrazoïque obtenu est déterminée au moyen du photomètre graduel de Zeiss-Pulfrich.

Précipitation et lavage du sulfate de benzidine.

Nous avons suivi exactement les indications de Chatron 1 avec la seule différence qu'il est possible de travailler sur une eau dont les limites de concentration sont comprises entre 0,035 et 3,5 mg de SO₄" par centimètre cube au lieu de 0,15 à 3 mg comme cet auteur l'indique.

Mode opératoire: Dans un bécher de 150 cm³ mesurer 5 à 20 cm³ de l'eau à analyser contenant au moins 0,035 mg de SO₄" par centimètre cube et au plus 3,5 mg. Ajouter une goutte d'HCl à 5%, 8 cm³ d'acétone et 2 cm³ de solution benzidinique de Fiske ². Laisser reposer 10 minutes. Filtrer sur creuset en verre fritté d'Iéna 10G4 sous pression réduite. Laver quatre fois avec 2 cm³ d'acétone à 95% et une fois avec 5 cm³ d'alcool à 96%. Supprimer l'action du vide avant dessication complète.

Hydrolyse.

Elle n'est pas toujours complète, mais ce fait ne présente pas d'inconvénient pour la tétrazotation qui suit.

Mode opératoire: Faire tomber le précipité se trouvant dans le creuset au moyen du jet de la pissette, dans le bécher ayant servi à la précipitation. Employer 20 cm³ d'eau au maximum. Ajouter de la soude caustique à 5% goutte à goutte (3 à 6 gouttes) jusqu'à dissolution complète de la suspension.

Tétrazotation.

Il faut introduire les quantités calculées d'acide et de nitrite de sodium pour éviter une autocopulation de la benzidine sur son dérivé tétrazoïque ou une oxydation avec formation de dérivés imines.

Mode opératoire: Ajouter à la solution hydrolysée le même volume d'HCl à 5% que de NaOH 5% ayant servi à l'hydrolyse,

¹ Loc. cit.

² Fiske, J. of biol. chem., 47, 59 (1921).

C. R. Soc. phys. Genève, Vol. 62, 1945.

puis encore 0,2 cm³ d'HCl 5%, un morceau de glace et finalement 6 cm³ de NO_2 $Na \frac{N}{50}$. Agiter et laisser la solution se clarifier en 5 à 10 minutes. La coloration finale doit être jaune pâle.

Copulation.

Il est avantageux d'avoir un certain excès de solution copulante pour favoriser l'opération et augmenter la vitesse de réaction. Les limites de pH entre lesquelles il faut opérer sont assez étroites (7,5-8,5). La solution du copulant doit être nettement alcaline avant de recevoir la benzidine tétrazotée.

Mode opératoire: Préparer 12 cm³ de copulant (nous avons choisi l'acide naphtylamine-sulfonique 1-8) auquel on ajoute 1 cm³ de Na OH 5%. Y verser d'un coup le tétrazo en agitant et porter rapidement la solution à 100, 200 ou 500 cm³, suivant l'intensité de la coloration obtenue. Cette dernière est stable pendant au moins 48 heures. Effectuer le dosage proprement dit au moyen du photomètre graduel de Zeiss-Pulfrich en employant la cuve de 1 cm d'épaisseur et le filtre S43. Déduire les concentrations d'une courbe d'étalonnage établie comme il est indiqué ci-dessus.

Résultats obtenus avec quelques eaux potables sulfatées.

Nature de l'échantillon	Dosage gravi- métrique Teneur en i en mgr		Erreur en %
Eau du lac de Genève	45	43	- 4,4
Eau du lac de Genève artificielle- ment surchargée en CaSO ₄ Eau phréatique des graviers de la Queue-d'Arve près de Genève, en contact avec la molasse gyp-	130,8	130,5	— 0,15
seuse: 24.VIII.45	$2492 \\ 2863$	$2400 \\ 2820$	— 3,2 — 1,5

La méthode, sous sa forme actuelle, ne peut donc rivaliser de précision avec la méthode gravimétrique. Il existe une cause systématique d'erreur provenant en premier lieu de la solubilité non négligeable du sulfate de benzidine. La méthode est par contre aussi précise et plus rapide que la méthode volumétrique et beaucoup plus précise et souple que la méthode néphélométrique.

On emploiera de préférence la méthode colorimétrique au sulfate de benzidine chaque fois qu'il s'agira de faire des recherches comportant des dosages en série de l'ion SO₄" et lorsque la connaissance rigoureuse de sa concentration n'est pas indispensable.

Service des Eaux de Genève. Laboratoire.

Jean-Ph. Buffle. — Le chimisme des eaux du lac de Dauben, près de la Gemmi, et celui de la source de la Tschudana, près de Sierre (Valais).

Une magnifique source vauclusienne, dite de la Tschudana (le Chaudron), jaillit à 1250 m à l'est de Salquenen, à 50 m environ en contre-bas du talus du chemin de fer de Sierre à Brigue. Lugeon avait soupçonné dès 1911 cette venue d'eau d'être la résurgence du ou des écoulements souterrains du lac de Dauben, à la Gemmi. Ce n'est toutefois qu'en 1917 que Collet, alors directeur du Service fédéral des eaux, entreprit de vérifier cette hypothèse par des essais de coloration à la fluorescéine la fluorescéine la démontra, en effet, d'une façon indiscutable que l'exutoire du lac de Dauben n'était autre que cette source et que le parcours souterrain durait, suivant les cas, de 51 à 60 heures.

La connaissance exacte de divers facteurs agissant sur cette eau souterraine simplifiait l'étude de son chimisme et la rendait particulièrement attrayante.

Voici comment nous avons opéré:

Un premier prélèvement a été effectué le 30 juillet 1944 à 11 heures à l'extrémité nord du lac de Dauben, sur un petit îlot

¹ M. Lugeon, Les sources thermales de Loèche-les-Bains, Valais. Mat. carte géol. de la Suisse, 68e livr., p. 23, 1912.

M. Lugeon et E. Jérémine, Les bassins fermés des Alpes suisses. Bull. Soc. vaud. Sc. nat., 47, p. 544, 1911.

² L.-W. Collet, Les lacs. Doin, éd., Paris, 1925, p. 88.