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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 23 (1932)

Heft: 1-2

Artikel: Contribution à l'analyse des arséniates par iodométrie

Autor: Stalé, J.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983175

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: 02.07.2025

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

Contribution à l'analyse des arséniates par iodométrie.

Par J. STALÉ.
(Chimiste, assistant à l'Etablissement fédéral de chimie agricole, à Lausanne.)

On connaît plusieurs méthodes volumétriques de dosage des arséniates mais aucune ne nous a donné de résultats satisfaisants dans l'analyse des remèdes pour plantes.

Les méthodes iodométriques sont les plus simples. Elles sont basées sur la réduction de As^{V} en As^{III} par l'iodure de potassium en milieu acide d'après l'équation.

$$AsO_4H_2^{-} + 2I^{-} + 2H^{+} \rightarrow AsO_3H_2^{-} + H_2O + I_2$$

Gooch et Browning[1]) réduisent les arséniates par l'iodure de potassium en solution sulfurique. L'iode mis en liberté est chassé en partie par ébullition et le reste éliminé par adjonction d'acide sulfureux à la solution.

Cette dernière est titrée en présence d'un grand excès de bicarbonate de sodium par une solution $\frac{n}{10}$ de thiosulfate.

La méthode de *L. Rosenthaler*[2]), préconisée par *König*[3]) pour l'analyse de l'arséniate de chaux et des arséniates alcalins est la suivante:

La substance est dissoute dans le moins d'eau possible et s'il s'agit d'arséniate de chaux dans quelques centimètres cubes d'acide chlorhydrique. On ajoute à la solution 2—3 g d'iodure de potassium puis de l'acide chlorhydrique concentré jusqu'à apparition d'un précipité jaune que l'on redissout par quelques gouttes d'eau.

La solution est abandonnée pendant un quart d'heure dans l'obscurité et l'iode mis en liberté titré par le thiosulfate.

Cette méthode de beaucoup la plus simple ne donne de résultats satisfaisants qu'en solution parfaitement incolore et fortement acide, dans laquelle l'amidon n'est pas utilisable comme indicateur. Le volume du liquide ne doit pas dépasser 15 à 20 cm^3, car s'il en est autrement l'acide chlorhydrique ajouté en grande quantité colore la solution en jaune et empêche la netteté du virage.

Nous avons voulu examiner de plus près cette dernière méthode et voir si en la modifiant on pouvait l'appliquer à des solutions étendues. Nous avons utilisé pour cette étude de l'arséniate de sodium puriss. Merck contenant 36,83% As_2O_5.

Solution I contenant 21,21 g d'arséniate de sodium par litre.

La solution de thiosulfate utilisée pour le titrage à un facteur = 0,996.

[1]) Amer. Journ. Sience, t. **40**, p. 66.
[2]) Zeitschr. an. Chem., 1906, t. **45**, p. 596.
[3]) *König*, 5e édit., t. II, p. 846.

Voici quelques résultats obtenus par la méthode précitée à diverses dilutions.

cm³ de solution	Dilution	cm³ ClH conc.	cm³ thiosulfate	% As_2O_5 de la solution	% As_2O_5 du sel (trouvé)	% As_2O_5 du sel (théorique)
15	—	10	20,4	0,7789	36,72	36,83
15	—	10	20,5	0,7827	36,90	36,83
15	50	70	20,9	0,7980	37,62	36,83
15	50	70	21,1	0,8056	37,98	36,83

Dosage gravimétrique de la solution [4]).

cm³ de solution	Poids du pyroarséniate	% As_2O_5 de la solution	% As_2O_5 du sel (trouvé)	% As_2O_5 du sel (théorique)
35	0,3682	0,7788	36,71	36,83

Le tableau montre que les résultats volumétriques à faible dilution concordent d'une manière satisfaisante avec le résultat gravimétrique tandis que nous avons de fortes erreurs par excès à une dilution de 50 centimètres cubes.

* * *

Nous avons constaté qu'en saturant les solutions à titrer par du chlorure de sodium, la présence de ce sel ne gênait en rien la réaction et que la quantité d'acide chlorhydrique à ajouter pouvait être réduite au $^1/_5$ du volume du liquide.

Il est dès lors possible de doser l'arséniate dans des solutions de grand volume et en diluant ces dernières avant la titration il est loisible d'utiliser l'amidon comme indicateur.

Aux fins de vérifier l'exactitude de notre manière d'opérer nous avons dosé As_2O_5 dans trois solutions contenant des quantités différentes d'arséniate de sodium puriss. et en faisant varier le volume des liqueurs à titrer.

La solution I contient 21,210 g d'arséniate de sodium et 7,810 g As_2O_5 par litre;

La solution II contient 27,151 g d'arséniate de sodium et 10,000 g As_2O_5 par litre;

La solution III contient 6,788 g d'arséniate de sodium et 2,500 g As_2O_5 par litre.

Dosage volumétrique.

Solution I:

cm³ de solution	Dilution	cm³ ClH conc.	cm³ thiosulfate	% As_2O_5 de la solution	% As_2O_5 du sel (trouvé)	% As_2O_5 du sel (théorique)
I	II	III	IV	V	VI	VII
15	—	2	20,4	0,7789	36,72	36,83
15	—	4	20,4	0,7789	36,72	36,83
15	50	7	20,4	0,7789	36,72	36,83
15	50	10	20,5	0,7826	36,90	36,83
15	100	20	20,4	0,7789	36,72	36,83

[4]) *Traedwell,* Analyse quantitative, 3e édit. française, p. 193.

cm³ de solution	Dilution	cm³ ClH conc.	cm³ thiosulfate	% As_2O_5 de la solution	% As_2O_5 du sel (trouvé)	% As_2O_5 du sel (theorique)
I	II	III	IV	V	VI	VII
10	100	20	13,7	0,7836	36,94	36,83
20	50	20	27,3	0,7818	36,86	36,83
20	100	20	27,2	0,7789	36,72	36,83
Solution II:						
10	—	4	17,5	1,0022	36,91	36,83
10	50	10	17,45	0,9992	36,82	36,83
10	100	20	17,5	1,0022	36,91	36,83
10	200	40	17,5	1,0022	36,91	36,83
15	—	6	26,3	1,0042	36,98	36,83
15	50	10	26,1	0,9965	36,70	36,83
15	100	20	26,2	1,0002	36,86	36,83
15	200	40	26,2	1,0002	36,86	36,83
Solution III:						
40	50	10	17,5	0,2501	36,87	36,83
40	100	20	17,5	0,2501	36,87	36,83
40	200	40	17,45	0,2498	36,82	36,83

Dosage gravimétrique.

	cm³ de solution	Poids du pyroarséniate	% As_2O_5 de la solution	% As_2O_5 du sel (trouvé)	% As_2O_5 du sel (théorique)
Solution I . . .	35	0,3682	0,7788	36,71	36,83
Solution II . . .	25	0,3366	0,9968	36,71	36,83
	25	0,3372	0,9985	36,78	36,83
Solution III . . .	50	0,1684	0,2494	36,74	36,83

Les résultats précédents démontrent que la méthode volumétrique concorde d'une manière satisfaisante avec la méthode gravimétrique.

Dans le tableau suivant nous donnons les résultats de l'analyse d'un arséniate de chaux.

Dosage volumétrique.

Poids de l'arséniate	Volume de la solution	cm³ ClH conc.	cm³ thiosulfate	% As_2O_5
0,2 g	50	10	17,7	50,69
0,25 g	200	40	22,1	50,63
0,3 g	100	20	26,5	50,59

Dosage gravimétrique.

Poids de l'arséniate	Poids de pyroarséniate	% As_2O_5
0,5 g	0,3406	50,43
0,5 g	0,3404	50,40

Mode opératoire.

La solution d'arséniate alcalin ou d'arséniate de chaux correspondant à 0,1 g environ de As_2O_5 est introduite dans une fiole conique de 300 à 500 cm³, puis saturée de chlorure de sodium. On ajoute ensuite 2—3 g

d'iodure de potassium puis le cinquième de son volume d'acide chlorhydrique concentré (p. sp. 1,18).

Le flacon bouché est abandonné pendant un quart d'heure dans l'obscurité. L'iode se sépare quantitativement.

On étend ensuite la solution avec deux fois son volume d'eau distillée, puis on la traite par une solution $\frac{n}{10}$ de thiosulfate de sodium jusqu'à ce qu'elle apparaisse seulement d'un jaune clair, on y ajoute 2 à 3 centimètres cubes de solution d'empois d'amidon et on titre avec soin jusqu'à disparition de la coloration bleue.

Le nombre de centimètres cubes trouvé multiplié par 0,575 donne la quantité de As_2O_5 contenu dans la solution.

Dosage de l'arséniate de plomb.

Dans notre laboratoire nous dosons les arséniates de plomb par la méthode de *König*[5]).

Ces produits présentés sous forme de poudre ou de pâte contiennent généralement du phénol, de la pyridine de la dextrine et avant de procéder à l'analyse on oxyde ces substances organiques par un mélange d'acides sulfurique et nitrique. L'acide nitrique est éliminé puis le résidu filtré.

Sur le filtre reste le plomb à l'état de sulfate et la solution contient l'acide arsénique.

Cette liqueur étant généralement jaunâtre il est impossible de la titrer par la méthode de *Rosenthaler* et l'on dose As_2O_5 à l'état de pyroarséniate.

Nous avons appliqué notre manière de procéder à la détermination de As_2O_5 et nous avons obtenu des résultats ayant une concordance satisfaisante avec les dosages gravimétriques. Pour cette titration il n'est pas nécessaire d'éliminer le sulfate de plomb.

Dans le tableau suivant nous indiquons les résultats du dosage de deux pâtes d'arséniate de plomb de la maison Maag.

Dosage volumétrique.

	Poids de l'échantillon	Poids de l'eau	% d'eau	cm³ de thiosulfate	% As_2O_5
Echantillon I					
Sans élimination du sulfate de plomb	1,5250 g	1,0970 g	71,9	19,4	7,28
Après filtration du sulfate de plomb	1,5850 g	1,1360 g	71,7	20,0	7,24
Echantillon II					
Sans élimination du sulfate de plomb	1,4400 g	0,6020 g	41,8	35,5	14,11
Après filtration du sulfate de plomb	1,0640 g	0,4450 g	41,8	26,0	14,00

[5]) *König*, 5e édit., t. II, p. 846.

Dosage gravimétrique.

Poids de l'échantillon	Poids de l'eau	% d'eau	Poids du pyroarséniate	% As_2O_5
Echantillon I				
1,8880 g	1,3600 g	72,0	0,1838	7,21
1,5960 g	1,2460 g	71,8	0,1560	7,24
Echantillon II				
2,1340 g	0,8950 g	41,9	0,4066	14,10

Mode opératoire.

La pâte d'arséniate de plomb est rendue homogène par une vive agitation mécanique. Sans faire cesser cette dernière on prélève un échantillon de 1 gramme environ que l'on introduit dans un verre à peser préalablement taré.

Après détermination du poids exact de la prise d'arséniate celle-ci est transvasée dans une capsule tarée et le verre à peser lavé par quelques centimètres cubes d'eau. L'eau est déterminée par évaporation au bain marie puis dessication pendant 2 heures à l'étuve réglée à 105°.

Le résidu est traité par un mélange d'acides sulfurique et nitrique et chauffé au bain marie.

Après destruction de la matière organique, on reprend à deux reprises la masse par quelques centimètres cubes d'eau distillée pour détruire l'acide sulfonitrique et on évapore.

On chauffe ensuite la capsule sur une petite flamme jusqu'à apparition de fumées blanches d'acide sulfurique.

Après refroidissement le résidu est additionné de quelques centimètres cubes d'eau et transvasé directement dans une fiole conique de 300 cm^3, ou si l'on veut procéder au dosage du plomb, filtré et lavé avec une solution à 1% d'acide sulfurique.

On ajoute au liquide une goutte de phénolphtaléine, alcalinise par une solution de soude caustique, réacidifie légèrement par de l'acide chlorhydrique, puis on introduit le chlorure de sodium.

Lors de la neutralisation par la soude caustique le liquide s'échauffe aussi est-il prudent pour éviter des pertes d'iode de le refroidir avant d'ajouter l'iodure de potassium.

La suite des opérations s'effectue comme dans le cas des arséniates alcalins.

Cette méthode iodométrique de détermination des arséniates donne des résultats concordant suffisamment avec les chiffres obtenus par gravimétrie pour justifier son emploi dans l'analyse des remèdes pour plantes.