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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 32 (1941)

Heft: 3-4

Artikel: Dosage de l'ortho toluidine dans les teintures pour cuir

Autor: Deshusses, Jean / Valencien, Charles

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983671

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: 03.07.2025

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

DOSAGE DE L'ORTHO TOLUIDINE DANS LES TEINTURES POUR CUIR

Par Dr *Jean Deshusses*, chimiste au Laboratoire cantonal de Genève.
(Chef du laboratoire: Dr Charles Valencien Chimiste cantonal.)

Dans un précédent mémoire[1]), publié en collaboration avec Mr Dr Charles Valencien, chimiste cantonal, j'ai signalé qu'une teinture pour cuir vendue à Genève contenait une quantité importante, environ 30 %, d'ortho toluidine.

Depuis, j'ai fait diverses recherches pour mettre au point un procédé de dosage plus précis que celui dont nous nous étions servis, Mr Valencien et moi, dans le travail cité plus haut.

La simplicité et la précision de la bromométrie m'ont engagé à utiliser cette méthode pour le dosage de l'ortho toluidine. L'idée n'est d'ailleurs pas nouvelle puisque Liddel[2]) s'en est servi pour séparer l'aniline de la toluidine.

La bromuration de la toluidine doit se faire en milieu très acide. L'emploi de l'acide chlorhydrique 3N ne conduit pas à un dérivé dibromé. La réaction est plus complexe, le milieu se colore en rose ou en rouge selon la quantité de toluidine en présence. Les résultats des dosages sont totalement faux ainsi qu'on le peut voir dans le tableau ci-dessous:

0,2 g toluidine dans 500 cm³ eau (1 cm³ = 0,4 mg)

cm³ solution o. toluidine	cm³ solution bromate	cm³ HCl 3 N	cm³ eau	V_1	$V-V_1$	mg brome entré en réaction	mg o. toluidine
5,0 (=2,0 mg)	5	5	25	7,55	2,348	9,620	3,222
10,0 (=4,0 mg)	5	5	20	5,35	4,548	18,634	5,041
15,0 (=6,0 mg)	5	5	15	3,30	6,598	27,033	9,055
20,0 (=8,0 mg)	5	5	10	1,85	8,048	32,974	10,967

L'emploi de l'acide chlorhydrique concentré améliore la marche de la réaction et la fait tendre vers la production de dibromotoluidine.

0,2 g toluidine dans 500 cm³ eau (1 cm³ = 0,4 mg)

cm³ solution o. toluidine	cm³ solution bromate	cm³ HCl conc.	cm³ eau	V_1	$V-V_1$	mg brome entré en réaction	mg o. toluidine
10,0 (=4,0 mg)	5	5	20	6,25	3,648	14,946	5,007
15,0 (=6,0 mg)	5	5	15	4,65	5,248	21,502	7,202
20,0 (=8,0 mg)	5	5	10	3,45	6,448	26,418	8,849

Dans une autre série de dosage, je me suis efforcé de fixer les conditions dans lesquelles le dérivé dibromé doit se former.

cm³ solution toluidine	cm³ solution bromate	cm³ HCl conc.	cm³ eau	titrage après	V_1	$V-V_1$	mg brome entré en réaction	mg o. toluidine
20,0 (=8,0 mg)	5	10	5	60 min.	3,94	5,958	24,411	8,17
20,0 (=8,0 mg)	5	10	5	30 sec.	4,09	5,808	23,796	7,97
20,0 (=8,0 mg)	10	10	—	60 min.	13,83	5,957	24,406	8,17

J'ai finalement choisi pour le titrage de l'o.toluidine par le brome les conditions suivantes: volume de la solution de toluidine n'excédant pas 50 cm³, 10 cm³ d'acide chlorhydrique concentré, titrage une ou deux minutes après l'addition de la solution de bromate. Voici les résultats que j'ai obtenus:

0,2 g de toluidine dans 500 cm³ (1 cm³ = 0,4 mg)

cm³ solution toluidine	cm³ solution bromate	cm³ HCl conc.	cm³ eau	titrage après	V_1	$V-V_1$	mg brome entré en réaction	mg o. toluidine
5 (=2,0 mg)	5	10	20	2 min.	8,45	1,448	5,932	1,987
10 (=4,0 mg)	5	10	15	id.	6,97	2,928	11,996	4,018
15 (=6,0 mg)	5	10	10	id.	5,48	4,418	18,101	6,063
20 (=8,0 mg)	5	10	5	id.	4,00	5,898	24,165	8,094
5 (=2,0 mg)	5	10	20	30 min.	8,47	1,428	5,850	1,959
10 (=4,0 mg)	5	10	15	id.	6,99	2,908	11,914	3,991
20 (=8,0 mg)	5	10	5	id.	3,96	5,938	24,370	8,160

0,8 g toluidine dans 500 cm³ eau (1 cm³ = 1,6 mg)

cm³ solution toluidine	cm³ solution bromate	cm³ HCl conc.	cm³ eau	titrage après	V_1	$V-V_1$	mg brome entré en réaction	mg o. toluidine
5 (= 8,0 mg)	10	10	15	2 min.	13,95	5,847	23,956	8,024
10 (=16,0 mg)	10	10	10	id.	8,05	11,747	48,129	16,121
15 (=24,0 mg)	16,5	10	—	id.	15,00	17,665	72,376	24,243
20 (=32,0 mg)	15	10	—	id.	6,07	23,625	96,795	32,424

L'ortho toluidine peut donc être titrée par la méthode bromométrique. Les résultats en sont satisfaisants. Il restait encore à vérifier s'il était possible d'appliquer cette méthode au dosage de la toluidine dans les teintures pour cuir. Dans cette intention, j'ai vérifié que l'entraînement de la toluidine par la vapeur d'eau

est quantitatif. Dans un premier essai, j'ai introduit dans l'appareil à distillation 24 mg de toluidine. Après avoir rendu le milieu très alcalin, j'ai distillé dans un courant de vapeur d'eau de façon à obtenir 50 cm³ de distillat. Le dosage de la toluidine dans le distillat m'a donné 24,08 mg de toluidine. Dans une seconde expérience, j'ai introduit dans l'appareil à distillation 1,018 g de toluidine. J'ai conduit la distillation en premier lieu en phase acide et en second lieu en phase alcaline. J'ai recueilli 50 cm³ de distillat dans le premier cas et 500 cm³ dans le second. En phase acide, la réaction de la toluidine est négative dans le distillat.

Voici les résultats du dosage bromométrique du distillat en phase alcaline:

cm³ distillat	cm³ solution bromate	cm³ HCl conc.	cm³ eau	V_1	$V-V_1$	mg brome entré en réaction	mg toluidine	toluidine retrouvée
10	12	10	13	8,73	14,976	61,359	20,553	1,027 g
20	15	10	—	0,05	29,645	121,460	40,685	1,017 g

Dosage de l'ortho toluidine dans les teintures pour cuir

Je n'ai jamais trouvé dans le commerce des teintures ne renfermant que des traces de toluidine contrairement aux produits contenant de l'aniline. J'ai simplement adapté la méthode de dosage au cas d'une teinture à haute teneur en toluidine.

Appareillage. J'ai utilisé les mêmes appareils (burettes, flacons-poudriers, appareil à distillation, etc.) dont je m'étais servi pour le dosage de l'aniline à part le ballon à distillation d'une contenance plus grande (consulter le mémoire de Valencien et Deshusses, loc. cit.).

Solutions. 1° Solution de «bromate». Dissoudre 18,5 g de bromure de potassium et 1,4 g de bromate de potassium dans 500 cm³ d'eau distillée. 2° Solution titrée d'hyposulfite de potassium N/20. 3° Solution de iodure de potassium à 10 %.

Méthode de dosage

Pour simplifier les calculs, on fixe d'abord la valeur en brome de la solution d'hyposulfite. Pour cela, on verse dans une série de flacons-poudriers 5, 10 ou 15 cm³ de la solution de bromate. On ajoute dans chaque flacon une quantité d'eau telle que le volume de la solution soit de 40 cm³. On verse ensuite d'un seul coup 5 cm³ d'acide chlorhydrique concentré. La solution se colore en jaune par suite de la mise en liberté du brome. On abandonne quelque temps le flacon dans un frigo pour le refroidir fortement. On soulève alors le bouchon très légèrement et on laisse couler entre le col et le bouchon la solution de iodure de potassium (10 cm³). On agite le flacon, on lave ensuite le col et le bouchon avec de l'eau distillée. Finalement, on titre l'iode mis en liberté avec la solution d'hyposulfite.

De la quantité d'iode titré, on en déduit la quantité de brome correspondant au volume de la solution de bromate introduit dans le flacon-poudrier. On calcule finalement le volume d'hyposulfite nécessaire pour titrer 1 cm^3 de la solution de bromate.

La quantité de brome entrée en réaction avec la toluidine est donnée par la formule suivante: $(V—V_1)Q$.

Q est la valeur en brome de 1 cm^3 de la solution d'hyposulfite.

V est le volume calculé d'hyposulfite correspondant au volume de la solution de bromate introduit dans le flacon-poudrier.

V_1 est le volume de la solution d'hyposulfite nécessaire pour titrer le brome en excès (après décomposition du iodure de potassium).

Dans les conditions que nous avons précisées, la toluidine fixe deux atomes de brome. Quatre atomes de brome participent donc à la réaction. Sur cette base, j'ai calculé le facteur suivant: 0,33497.

Séparation de l'ortho toluidine dans les teintures pour cuir

La teinture que j'ai eu l'occasion d'examiner est peu homogène du fait qu'elle contenait une forte proportion de toluidine. Il faut donc éviter de prendre une partie aliquote pour ne pas s'exposer à commettre une erreur dans la prise. Il est préférable de verser dans le ballon à distillation taré le contenu d'un flacon de teinture (un petit flacon contient environ 30 g de teinture). On distille ensuite la teinture dans un courant de vapeur d'eau jusqu'à ce qu'on obtienne 500 cm^3 de distillat. Le distillat est recueilli dans un récipient dans lequel on a versé au préalable 10 cm^3 d'acide chlorhydrique concentré.

Le distillat est ensuite soumis à une première distillation en milieu acide pour chasser les hydrocarbures. Arrêter la distillation lorsque 5 cm^3 de distillat additionnés d'une ou deux gouttes de la solution de bromate et d'acide chlorhydrique ne se troublent plus. Laisser refroidir le ballon à distillation. Rendre le ballon fortement alcalin puis distiller dans un courant de vapeur d'eau en recueillant le distillat dans un ballon jaugé de 500 cm^3. La distillation est achevée lorsqu'on a obtenu 500 cm^3 de distillat.

Faire le dosage bromométrique de la toluidine sur une partie aliquote du distillat (10, 20 cm^3 ou plus selon la quantité présumée de toluidine).

Résumé

1° J'ai appliqué la méthode bromométrique au dosage de la toluidine.

2° J'ai adapté cette méthode au dosage de la toluidine dans les teintures pour cuir.

[1]) Valencien et Deshusses, Dosage de l'aniline contenue dans les teintures pour cuir et dans les matières colorantes pour étoffes. Trav. Chim. Alim. et Hyg. T. 29, p. 119, 1938

[2]) Liddel, The analysis of Mixture of aniline and toluidines. J. soc. chem. indust. T. 44, p. 506, 1925.