

# Dosage colorimétrique de l'ion $\text{SO}^{2-}_4$ dans les eaux potables

Autor(en): **Bolle, Antoinette / Buffle, Jean-Ph.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Archives des sciences physiques et naturelles**

Band (Jahr): **27 (1945)**

PDF erstellt am: **28.06.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-742532>

## **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

## **Haftungsausschluss**

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

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

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

Enfin, il faut noter ici que dans les végétaux la quantité varie de 0,00015% ( $1:6,6 \times 10^5$ ) à 0,02% ( $1:5 \times 10^3$ ) 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  $\text{SO}_4''$  dans les eaux potables.*

Les méthodes de dosage de l'ion  $\text{SO}_4''$  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  $\text{SO}_4''$  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 <sup>1</sup> a faites

<sup>1</sup> CHATRON, *Dosage volumétrique des sulfates par la méthode benzi-dinique.* J. pharm. et chim., 8<sup>e</sup> série, 13, 244, 1931.

sur l'application de la méthode benzidinique au dosage de l'ion  $\text{SO}_4''$  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  $\frac{\text{N}}{1000}$ . La copulation fut étudiée avec divers dérivés tels que: l'acide salicylique, l' $\alpha$ -naphthol, 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  $\text{SO}_4''$ , notamment:

- a) Excès de solution précipitante retenue par le précipité;
- b) Rétenion 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  $\text{SO}_4 \text{Ca} \frac{\text{N}}{50}$ , 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  $\text{SO}_4''$  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<sup>1</sup> 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  $\text{SO}_4''$  par centimètre cube au lieu de 0,15 à 3 mg comme cet auteur l'indique.

*Mode opératoire:* Dans un bécher de 150 cm<sup>3</sup> mesurer 5 à 20 cm<sup>3</sup> de l'eau à analyser contenant au moins 0,035 mg de  $\text{SO}_4''$  par centimètre cube et au plus 3,5 mg. Ajouter une goutte d'HCl à 5%, 8 cm<sup>3</sup> d'acétone et 2 cm<sup>3</sup> de solution benzidinique de Fiske<sup>2</sup>. Laisser reposer 10 minutes. Filtrer sur creuset en verre fritté d'Iéna 10G4 sous pression réduite. Laver quatre fois avec 2 cm<sup>3</sup> d'acétone à 95% et une fois avec 5 cm<sup>3</sup> d'alcool à 96%. Supprimer l'action du vide avant dessiccation 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 cm<sup>3</sup> 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,

<sup>1</sup> *Loc. cit.*

<sup>2</sup> FISKE, J. of biol. chem., 47, 59 (1921).

puis encore 0,2 cm<sup>3</sup> d'HCl 5%, un morceau de glace et finalement 6 cm<sup>3</sup> de NO<sub>2</sub> 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 cm<sup>3</sup> de copulant (nous avons choisi l'acide naphtylamine-sulfonique 1-8) auquel on ajoute 1 cm<sup>3</sup> de Na OH 5%. Y verser d'un coup le tétrazo en agitant et porter rapidement la solution à 100, 200 ou 500 cm<sup>3</sup>, 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	Dosage colori- métrique	Erreur en %
	Teneur en ion SO <sub>4</sub> <sup>''</sup> en mgr p. l		
Eau du lac de Genève . . . . .	45	43	— 4,4
Eau du lac de Genève artificielle- ment surchargée en CaSO <sub>4</sub> . .	130,8	130,5	— 0,15
Eau phréatique des graviers de la Queue-d'Arve près de Genève, en contact avec la molasse gyp- seuse: 24.VIII.45 . . . . .	2492	2400	— 3,2
29.VIII.45 . . . . .	2863	2820	— 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  $\text{SO}_4^{''}$  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 vaclusienne, 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<sup>1</sup> 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<sup>2</sup>. Il 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

<sup>1</sup> M. LUGEON, *Les sources thermales de Loèche-les-Bains, Valais*. Mat. carte géol. de la Suisse, 68<sup>e</sup> livr., p. 23, 1912.

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

<sup>2</sup> L.-W. COLLET, *Les lacs*. Doin, éd., Paris, 1925, p. 88.