

Application de la méthode de dosage iodométrique du cuivre de de Haën-Low à celle de dosage gravimétrique des sucres d'Allihn-Soxhlet

Autor(en): **Demont, Paul**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **22 (1931)**

Heft 1-2

PDF erstellt am: **14.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983888>

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.

Application de la méthode de dosage iodométrique du cuivre de Haën-Low à celle de dosage gravimétrique des sucres d'Allihn-Soxhlet.

Par PAUL DEMONT, Dr. ès sciences.

(Travail exécuté au Laboratoire de chimie de l'Établissement fédéral d'industrie laitière de Liebefeld-Berne, Dir. M. le Prof. Dr. R. Burri).

La méthode gravimétrique d'Allihn-Soxhlet est la méthode de choix pour le dosage des sucres. Elle présente cependant quelques petits inconvénients d'exécution qui ne sont point négligeables, comme la préparation des tubes, leur dessiccation, leur pesée, leur remise en état, le filtrage quelques fois très lent de la liqueur cuproalcaline, etc.: toutes choses qui absorbent du temps. Aussi avons-nous pensé à faire bénéficier cette méthode des avantages que présente la méthode iodométrique de dosage du cuivre de *Haën-Low*¹⁾. Cette dernière fournit un maximum de garanties tant pour la sécurité que pour l'exactitude des résultats fournis; elle est, en effet, pour le dosage du cuivre, l'équivalente de la méthode électrolytique.

Il va sans dire que toutes les matières sucrées susceptibles d'être dosées par la méthode d'Allihn-Soxhlet peuvent aussi l'être par celle que nous proposons, et, comme nous avons eu l'occasion de l'appliquer au dosage du lactose dans le lait, nous décrivons ci-dessous notre manière de faire.

Pour déféquer le lait dans le but d'obtenir un filtrat clair, nous avons procédé de deux façons en utilisant d'une part la méthode de Ritthausen, modifiée par *Scheibe*²⁾ et d'autre part celle de *Carrez*³⁾. Ces deux méthodes ont fourni, comme on le verra plus loin, des résultats tout à fait concordants.

1° Méthode Ritthausen-Scheibe: On dilue 25 cm³ de lait dans un ballon de 500 cm³ de capacité avec 400 cm³ d'eau distillée. On défèque ensuite avec 10 cm³ de solution de sulfate de cuivre à 69,28 g au litre, on ajoute 3 cm³ de soude normale, puis 20 cm³ de solution saturée à froid de fluorure de sodium pour décalcifier. On complète à 500 cm³ avec de l'eau distillée, agite, laisse reposer, puis filtre.

2° Méthode Carrez: On dilue 25 cm³ de lait dans un ballon de 500 cm³, de capacité avec 400 cm³ d'eau distillée. On défèque ensuite en ajoutant successivement 5 cm³ de solution de ferrocyanure de potas-

¹⁾ Ann. d. Ch. u. Ph., **91** (1854), p. 237 et *A. H. Low*, Technical Methods of ore analysis (1905), p. 77; voir aussi: *Treadwell*, Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie, II. Bd., 5. Aufl., S. 559—560.

²⁾ Zeitschr. für analyt. Chem., **40** (1901), p. 1.

³⁾ Annales chim. analyt., **14** (1909), p. 187.

sium à 150 g au litre, et 5 cm³ de solution d'acétate de zinc à 300 g au litre, en ayant soin d'agiter après chacune de ces adjonctions. Pour éliminer le zinc en excès, on le précipite à l'état d'hydrate de zinc; à cet effet, on ajoute 3 gouttes de phénolphaléine au liquide trouble, puis on y verse de la soude normale jusqu'à coloration rose persistante. On complète ensuite à 500 cm³ avec de l'eau distillée, agite, laisse reposer, puis filtre.

De ces 2 filtrats obtenus, le premier est légèrement acide et coloré en bleu par un petit excès de sulfate de cuivre qui ne gêne en rien pour les opérations subséquentes, et le second est alcalin et coloré en rose.

Le précipité d'oxydure de cuivre a été obtenu en partant soit de l'un soit de l'autre de ces filtrats en opérant comme dans la méthode classique d'Allihn.

On mélange 25 cm³ de solution de Fehling I (sulfate de cuivre) avec 25 cm³ de solution de Fehling II (tartrosodique alcaline) et 50 cm³ d'eau distillée. On chauffe à l'ébullition dans une capsule de porcelaine à bec munie d'un couvercle. Dès le moment où la liqueur bout, on y fait couler lentement d'une pipette calibrée 50 cm³ d'un des filtrats. L'ébullition du liquide ayant repris, on la laisse continuer durant 6 minutes exactement, tout en la maintenant très calme pour éviter une trop forte concentration.

Après cette opération, on décante la liqueur cuproalcaline au travers d'un filtre d'amiante préparé comme suit. On prend un entonnoir*) cylindrique arrondi vers le col; cet entonnoir est partiellement obturé, et cela à demeure, en introduisant dans son col un fragment de bâton de verre aplati à l'une de ses extrémités pour l'empêcher de traverser le col. Après avoir mis une très mince couche de coton de verre dans l'entonnoir, on place sur celle-ci une rondelle en porcelaine percée de trous. On termine en garnissant avec de l'amiante sur une hauteur de 1 cm. Cette couche d'amiante doit être lâche. L'entonnoir ainsi préparé est assujéti dans un bouchon de caoutchouc percé de 2 trous. Par le second trou, passe un tube de verre coudé à angle droit que l'on reliera pour les besoins à une trompe à eau. On choisit un bouchon s'adaptant à des fioles d'Erlenmeyer de 300 cm³ de capacité. L'entonnoir étant fixé sur l'un d'eux et le tube relié à la trompe à eau, on décante la liqueur cuproalcaline en ayant soin de ne pas entraîner trop d'oxydure.

*) A titre d'indication, nous fournissons les dimensions de notre entonnoir en verre Pyrex ou d'Jena:

Hauteur totale avec col: 16 cm.

Hauteur de la partie cylindrique renflée: 8 cm.

Diamètre intérieur de la partie cylindrique renflée: 3,5 cm.

La trompe est alors mise en marche de manière à provoquer une légère aspiration. La liqueur passe rapidement à travers le filtre. On rince plusieurs fois de suite avec de l'eau distillée chaude la capsule en entraînant le moins possible d'oxydure. L'eau de lavage est passée chaque fois par le filtre.

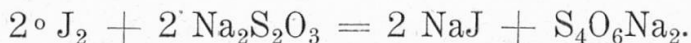
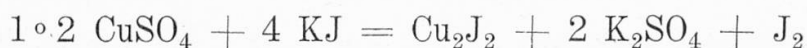
Ces opérations étant terminées, on arrête la trompe à eau et on change d'Erlenmeyer.

On traite maintenant l'oxydure restant dans la capsule en le chauffant avec 30 cm³ d'acide azotique, $D = 1,12$, jusqu'à ébullition. L'oxydure se dissout aussitôt, et la liqueur cuivrique chaude est alors versée sur le filtre d'amiante; les moindres particules d'oxydure sont dissoutes instantanément. Eventuellement, on remue l'amiante avec l'agitateur de verre qui a servi au transvasage. On remet doucement en marche la trompe à eau, puis rince plusieurs fois de suite la capsule à l'eau distillée chaude que l'on verse chaque fois sur le filtre. De cette façon, tout le cuivre de l'oxydure est entraîné dans l'Erlenmeyer. La quantité de liquide ne doit finalement pas dépasser 150 cm³.

Il y a lieu maintenant d'oxyder le liquide; on le fait aisément en y versant 3 cm³ de la solution suivante remplaçant avantageusement l'eau de brome, soit $K Br O_3 = 15 g + K Br = 60 g + H_2O$ ad 1000cm³.

On porte ensuite le liquide à l'ébullition durant une minute, puis on le retire du feu et ajoute petit à petit de l'ammoniaque concentrée jusqu'à teinte bleue intense persistante. La liqueur cuproammoniacale est portée à l'ébullition durant une minute, puis neutralisée avec de l'acide sulfurique, $D = 1,10$, jusqu'à disparition de la teinte bleue intense. Le liquide encore chaud est mis à refroidir en plaçant l'Erlenmeyer dans l'eau. Le liquide bleu pâle et froid obtenu ainsi est prêt pour le dosage iodométrique.

Celui-ci repose sur les équations suivantes:



En prévoyant la mise en réaction d'une quantité de cuivre ne dépassant pas 200 mg, on se contentera d'ajouter au maximum 1 g d'iodure de potassium, puis on effectuera le titrage comme à l'ordinaire avec du thiosulfate de sodium, en ayant soin d'ajouter l'empois d'amidon seulement vers la fin du titrage. Le virage est net.

Pour faciliter le calcul, on emploie une solution de thiosulfate de sodium dont chaque cm³ correspond à 10 mg de cuivre. Cette solution se prépare en dissolvant 39,5 g de thiosulfate de sodium pur de manière à obtenir 1 litre de solution. On ajuste cette dernière à son titre en se

servant d'une solution de sulfate de cuivre contenant exactement 10 mg de cuivre par cm^3 ; cette solution se prépare en dissolvant des cristaux non effleuris de sulfate de cuivre pur cristallisé (pour analyse) de manière à ce que 1 litre de solution en contienne 39,283 g.

Les tables qui se trouvent à la fin du Manuel suisse des denrées alimentaires fournissent directement la valeur en sucre correspondante au nombre de mg de cuivre obtenu par titrage, mg qui sont donnés par le nombre de mm^3 de thiosulfate employés.

Dans le cas qui nous occupe, on trouvera le % de lactose en multipliant par 40 le chiffre trouvé dans la table.

On pourrait encore pour plus de simplicité établir une solution de thiosulfate de sodium dans laquelle chaque cm^3 correspondrait à 10 mg de Cu_2O .

A considérer la variété des produits chimiques employés et leurs prix, d'aucuns trouveront peut-être trop coûteuse, pour les dosages en série, notre méthode combinée; elle a cependant des avantages qui ne sont point à dédaigner, à savoir: la rapidité, la sûreté et la possibilité d'utiliser notre méthode comme semi-micro-méthode à l'instar de celle de *G. Bertrand*⁴⁾. On peut même fixer son domaine d'utilisation aux limites 10 à 300 mg de cuivre mis en œuvre par dosage, ce qui permet l'usage presque complet des tables relatives aux sucres du Manuel suisse des denrées alimentaires. Depuis l'obtention du filtrat, la durée d'un dosage est de 25 à 30 minutes.

Nous donnons ci-dessous quelques résultats obtenus:

| | avec filtrat Riffhausen-Scheibe | avec filtrat Carrez |
|------------------------------------|---------------------------------|---------------------|
| | lactose | lactose |
| Méthode combinée indiquée ci-haut | 4,43 % | 4,43 % |
| Méthode classique Allihn-Soxhlet . | 4,41 % | 4,40 % |

Préalablement, en appliquant la méthode combinée à une solution de lactose pur à 5 %, nous avons obtenu dans 4 dosages successifs les valeurs suivantes:

4,98 %, 4,99 %, 4,97 %, 4,98 %, Moyenne 4,98 %.

⁴⁾ *Bertrand et Thomas*: Guide pour les manipulations de chimie biologique (Dunod à Paris), III^e édit. (1919), p. 85—97.