

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène
Band: 34 (1943)
Heft: 3-4

Artikel: Dosage volumetrique du chlorure de magnesium dans les sels de cuisine
Autor: Deshusses, Jean / Balavoine, Pierre
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983072>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

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. [Voir Informations légales.](#)

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. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 18.10.2024

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

DOSAGE VOLUMETRIQUE DU CHLORURE DE MAGNESIUM DANS LES SELS DE CUISINE

Par Dr *Jean Deshusses*, chimiste au Laboratoire cantonal de Genève
(Chef du laboratoire: Dr Pierre Balavoine, Chimiste cantonal)

Le Manuel suisse des denrées alimentaires (4e édition française, p. 298) fixe à 0,5 % le taux maximum de chlorure de magnésium que peut contenir un sel de cuisine.

Il importe moins au chimiste de doser par une méthode précise le chlorure de magnésium dans un sel de cuisine que de s'assurer par un essai rapide que le chlorure de magnésium ne dépasse pas la quantité limite.

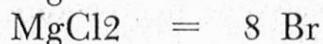
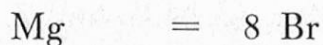
Le but de ce travail est d'exposer les expériences que j'ai faites pour fixer les conditions que requiert un essai rapide de dosage du chlorure de magnésium.

La bromométrie m'a paru être la méthode de choix pour ce dosage. C'est pourquoi j'ai utilisé la méthode de Berg.

La 8-oxyquinoléine ou oxine peut se doser aisément par la méthode bromométrique. L'oxine forme avec les sels magnésiens un complexe $Mg(C_9H_6ON)_2$ anhydre après chauffage à 130°:

Ce complexe ou oxinate de magnésium permet un dosage tant gravimétrique que volumétrique du magnésium.

La 8-oxyquinoléine fixe 2 atomes de brome. Une molécule d'oxinate de magnésium utilise donc 8 atomes de brome d'où



En utilisant une solution de bromate 0,1 N, on calcule les facteurs suivants:

$$1 \text{ cm}^3 \text{ bromate } 0,1 \text{ N} = 0,304 \text{ mg Mg}$$

$$1 \text{ cm}^3 \text{ bromate } 0,1 \text{ N} = 1,1904 \text{ mg MgCl}_2$$

Mode opératoire de Berg

La solution d'un sel magnésien est additionnée d'une quantité suffisante de chlorure d'ammonium et de quelques centimètres cubes d'ammoniaque concentrée. On chauffe à 60—70° puis, lorsque l'ébullition débute, on précipite le magnésium au moyen d'une solution alcoolique d'oxine à 2 ‰. On laisse reposer ensuite on filtre et lave à l'eau ammoniacale chaude. On dissout l'oxinate dans de l'acide chlorhydrique à 8—10 ‰. La solution de chlorhydrate de 8-oxyquinoléine est titrée au moyen d'une solution de bromate en présence d'une goutte d'indigocarmin à 1 ‰. On ajoute un léger excès de bromate et en dernier lieu une solution de iodure de potassium. Le brome en excès décompose le iodure avec mise en liberté d'iode qui est titré par une solution de thiosulfate 0,1 N.

Vérification de la méthode de Berg

J'ai préparé une solution de chlorure de magnésium contenant 54,24 mg de magnésium dans 100 cm³. Le titre de cette solution a été établi par gravimétrie au moyen de la méthode au phosphate ammoniaco-magnésien.

A une partie aliquote de cette solution, j'ai ajouté 1 g de chlorure d'ammonium et 2—3 cm³ d'ammoniaque concentrée. Lorsque l'ébullition commence, j'ai précipité le magnésium par une solution alcoolique d'oxine à 2 ‰.

J'ai titré finalement l'oxine comme il est indiqué dans le mémoire de Berg. La seule différence réside dans le fait qu'au lieu d'utiliser une solution plus concentrée que la solution 0,1 N, j'ai préféré me servir toujours de la solution 0,1 N. Pour cela, j'ai dissous l'oxinate dans un volume donné (200 ou 300 cm³) d'acide chlorhydrique approximativement N et fait le dosage sur une partie aliquote de cette solution. Les résultats que j'ai obtenus sont les suivants:

cm ³ solution MgCl ₂	Volume solution chlorhydrique de l'oxinate	Dosage fait sur cm ³	Bromate 0,1 N cm ³	Mg trouvé mg
100 (=54,24 mg)	300	50	29,70	54,17 — 0,07
50 (=27,12 mg)	250	50	17,70	26,90 — 0,22
25 (=13,56 mg)	300	50	7,41	13,51 — 0,05
20 (=10,85 mg)	200	50	8,99	10,93 + 0,08
		100	17,79	10,82 — 0,03
10 (= 5,42 mg)	200	50	4,53	5,51 + 0,09
		100	9,01	5,48 + 0,06

Les erreurs que j'ai constatées ont un ordre de grandeur voisin de celui des expériences de Berg. Cette méthode peut donc être considérée comme bonne et très sensible.

Dans le mémoire de Berg, il est indiqué d'opérer la précipitation en milieu ammoniacal en ajoutant quelques centimètres cubes d'ammoniaque concentrée. J'ai cherché à me rendre compte, dans une deuxième série d'expériences, l'influence que peut jouer une concentration plus ou moins forte de l'ammoniaque sur la précipitation du magnésium par l'oxine.

J'ai pris 20 cm³ de la solution de chlorure de magnésium dont j'ai porté le volume à 50 cm³ au moyen d'eau distillée puis précipité le magnésium au moyen d'une solution d'oxine en présence d'un volume déterminé d'ammoniaque concentrée. L'oxinate a été dissous dans 200 cm³ d'acide chlorhydrique et le dosage a été fait sur 50 cm³. Les expériences ci-après montrent que la concentration de l'ammoniaque ne joue pas un rôle important sur la précipitation du complexe magnésien, du moins dans les conditions expérimentales étudiées.

Ammoniaque concentrée cm ³	Bromate 0,1 N cm ³	Mg théorique mg	Mg trouvé mg
1	8,95	10,85	10,88 + 0,03
2	8,90	10,85	10,82 - 0,03
4	8,97	10,85	10,90 + 0,05
8	8,97	10,85	10,90 + 0,05

Lors des dosages du chlorure de magnésium dans les sels de cuisine, j'ai toujours utilisé 3 cm³ d'ammoniaque concentrée dans une solution d'un volume de 50 cm³.

Précipitation du magnésium en présence de chlorure de sodium

La présence d'une forte quantité de chlorure de sodium ne gêne en rien la précision du dosage.

Voici les expériences qui appuient cette affirmation:

Cm ³ solution Mg Cl ₂	Na Cl g	Cm ³ bromate 0,1 N	Mg théorique mg	Mg trouvé mg
20	2	35,48	10,85	10,78
20	5	35,52	10,85	10,80
20	10	35,68	10,85	10,84
50	5	89,20	27,12	27,11
50	10	89,20	27,12	27,11

Influence du lavage du précipité à l'eau ammoniacale

J'ai étudié dans une dernière série d'expériences l'influence du lavage du précipité d'oxinate de magnésium au moyen d'eau ammoniacale chaude à 5 % (5 cm³ d'ammoniaque concentrée à 25 % dans 100 cm³ eau). La solution de chlorure de magnésium contenait 0,206 MgCl₂ ‰.

Pour toutes les expériences, j'ai pris 50 cm³ de la solution de chlorure de magnésium et précipité le magnésium au moyen de 5 cm³ de la solution d'oxine en présence de 3 cm³ d'ammoniaque concentrée. Après avoir lavé le précipité avec une quantité variable d'eau ammoniacale chaude (environ 40°), j'ai dissous l'oxinate de magnésium dans de l'acide chlorhydrique et dosé l'oxine par bromométrie.

cm ³ solution chlorure de magnésium	cm ³ solution bromate 0,1 N	cm ³ NH ₄ OH	MgCl ₂ trouvés
50 (=10,30 mg MgCl ₂)	8,36	25	9,95 — 0,35
50 (=10,30 mg MgCl ₂)	8,34	80	9,93 — 0,37
50 (=10,30 mg MgCl ₂)	8,47	120	10,08 — 0,22
50 (=10,30 mg MgCl ₂)	8,40	100	10,00 — 0,30

Dans la quatrième expérience, j'ai précipité le magnésium au moyen d'un très fort excès de la solution d'oxine (10 cm³).

Dosage du chlorure de magnésium dans le sel de cuisine

Dissoudre 5 g de sel dans de l'eau distillée et porter le volume à 100 cm³; filtrer. A 50 cm³ de filtrat, ajouter 1 g de chlorure de magnésium, 3 cm³ d'ammoniaque concentrée. Chauffer et lorsque l'ébullition débute, ajouter la solution d'oxine à 2 % jusqu'à coloration du liquide en jaune. Laisser refroidir, filtrer dans un creuset à fond poreux (creuset Jena 1g4), laver à l'eau ammoniacale tiède. Dissoudre finalement le précipité dans de l'acide chlorhydrique approximativement normal. Transvaser quantitativement la solution chlorhydrique de l'oxine dans un flacon poudrier à large col ajusté à l'émeri d'une contenance de 300 cm³. Au besoin, porter la solution chlorhydrique à 100 cm³ au moyen d'acide N. Titrer l'oxine par bromométrie comme il est indiqué plus haut.

Essai rapide des sels de cuisine

Cet essai a pour but de faire un tri des échantillons de sels de cuisine pour ne retenir que ceux dont la teneur en chlorure de magnésium dépasse 0,5 ‰. En utilisant la méthode qui vient d'être décrite, le dosage s'opère sur 50 cm³ d'une solution à 5 ‰. Si le sel contient 0,5 ‰ de MgCl₂, 50 cm³ de la solution ren-

ferme donc 12,5 mg de chlorure de magnésium. Liés à l'oxine, ces 12,5 mg de chlorure de magnésium utiliseront au cours du dosage bromométrique 10,5 cm³ de la solution de bromate 0,1 N.

L'essai que je propose est très simple.

Dissoudre 5 g de sel de cuisine dans 100 cm³ d'eau. Après filtration de la solution, prendre 50 cm³ et précipiter le magnésium comme il a été dit plus haut au moyen d'une solution d'oxine à 2 ‰. Filtrer le précipité dans un creuset à fond poreux (creuset Jena IG 4) puis le dissoudre dans de l'acide chlorhydrique approximativement N. Ajouter à la solution du chlorhydrate de l'oxine 10,5 cm³ d'une solution de bromate 0,1 N. Après un repos d'une minute, verser dans la solution un ou deux centimètres cubes d'une solution de iodure de potassium à 10 ‰ puis quelques gouttes d'empois d'amidon. Si la solution se colore en bleu, le sel de cuisine renferme moins de 0,5 ‰ de chlorure de magnésium; dans le cas contraire, le sel contient 0,5 ‰ ou plus de chlorure de magnésium.

Résultats du dosage du chlorure de magnésium dans quelques sels de cuisine du commerce

No.	cm ³ bromate 0,1 N	‰ chlorure de magnésium		Essai rapide
		bromométrie	gravimétrie	
1	11,88	0,565	0,560	+
2	7,24	0,344	0,351	—
3	0	0	traces	—
4	0	0	0	—
5	0	0	traces	—

Les analyses des sels que nous avons faites montrent que la plupart des échantillons ne contiennent pas de chlorure de magnésium; certains n'en contiennent que des traces ou moins de 0,5 ‰; un seul échantillon a un taux en chlorure de magnésium plus élevé que 0,5 ‰.

Remarque: La méthode consistant à précipiter le magnésium au moyen de la 8-oxyquinoléine convient très bien pour les sels de cuisine ordinaires, elle est inapplicable aux sels spéciaux du type «Grésil» qui contient des phosphates solubles, à moins de séparer au préalable l'acide phosphorique.

La méthode peut être utilisée pour le dosage du magnésium dans certaines spécialités pharmaceutiques. Je l'ai appliquée au «Delbosel», en tenant compte du fait que ces spécialités pharmaceutiques sont beaucoup plus riches en magnésium que les sels de cuisine ordinaires. Le dosage bromométrique m'a donné dans le Delbosel 4,77 ‰ de magnésium calculé en MgCl₂.

Résumé

J'ai appliqué la méthode de Berg au dosage du chlorure de magnésium dans les sels de cuisine.

Cette méthode consiste à précipiter le magnésium au moyen de la 8-oxyquinoléine. Il se forme un complexe $Mg(C_9H_6ON)_2$. Le magnésium est dosé indirectement en bromant la 8-oxyquinoléine engagée dans le complexe. La méthode est très sensible et précise.

Zusammenfassung

Es wurde die Magnesiumbestimmungsmethode von R. Berg zur Bestimmung von Magnesiumchlorid in Kochsalz angewendet.

Diese Methode besteht darin, das Magnesium mit 8-Oxychinolin zu fällen. Es bildet sich die komplexe Verbindung $Mg(C_9H_6ON)_2$. Das Magnesium wird indirekt bestimmt durch Bromierung des in die Verbindung eingetretenen 8-Oxychinolins. Die Methode ist sehr empfindlich und genau.

Littérature

R. Berg, Bestimmung und Trennung des Magnesiums. Zeit. anal. Chem. T. 71, p. 23 (1927).