

Nouveau barboteur analytique destiné à l'extraction quantitative et à la concentration de constituants volatils ou gazeux en vue de leur dosage = New analytical gas washer for the quantitative extraction and the concentration of volatile or gaseous comp...

Autor(en): **Bosset, J.O. / Knecht, Ingrid / Knecht, P.**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **72 (1981)**

Heft 1

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-984609>

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.

J. O. Bosset, Ingrid Knecht, et P. Knecht, Station fédérale de recherches laitières, Liebefeld-Berne

Nouveau barboteur analytique destiné à l'extraction quantitative et à la concentration de constituants volatils ou gazeux en vue de leur dosage*

New analytical Gas Washer for the Quantitative Extraction and the Concentration of Volatile or Gaseous Components in view of their Determination

Introduction

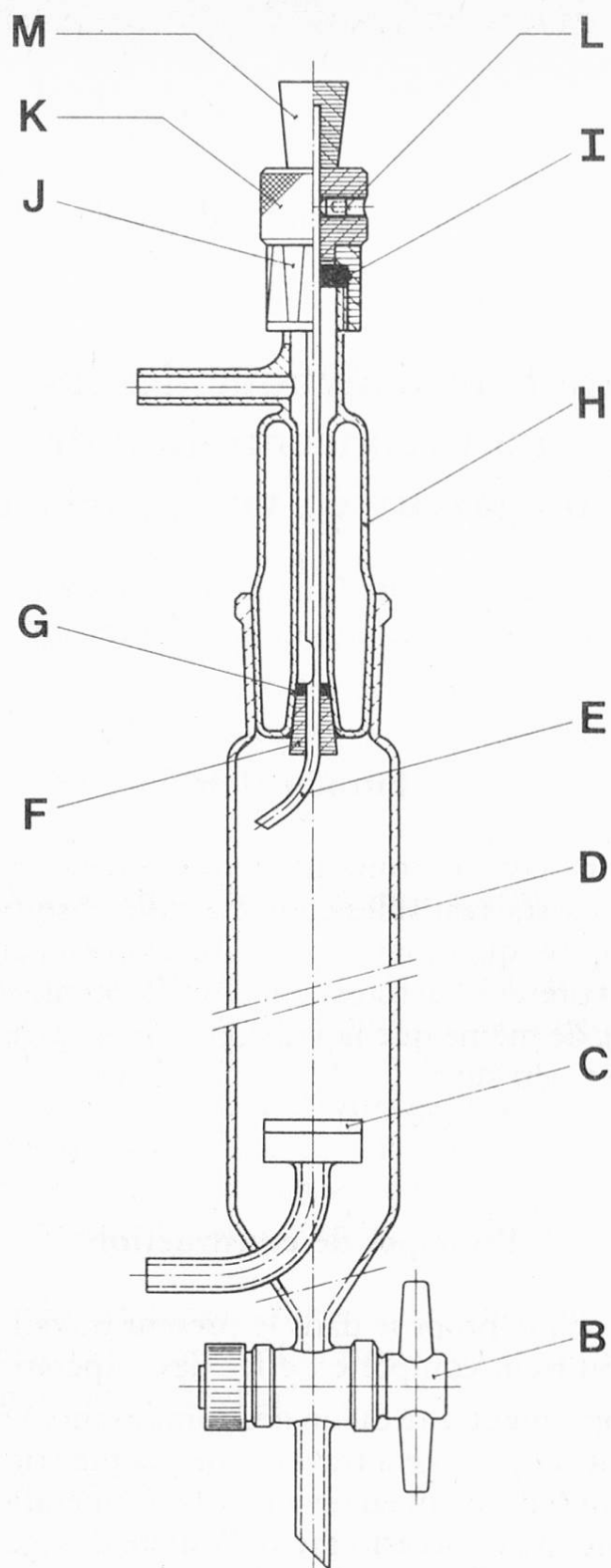
L'emploi des flacons laveurs courants (selon *Drechsel*, à vis, ou selon *Kölliker-Dwilling* (1)) n'est pas satisfaisant si les constituants à absorber par un tel dispositif sont destinés à des analyses quantitatives. La situation est particulièrement critique si ces constituants sont présents en traces. En effet, l'obtention d'aliquotes représentatives (homogénéité), de même que la vidange et le rinçage de ces flacons laveurs sont peu commodes et peu sûrs.

Principes de construction

Le barboteur analytique proposé dans le présent travail répond aux exigences voulues. Sa conception tient compte en effet des impératifs suivants:

1. Si l'absorption proprement dite du ou des composants à doser est considérablement améliorée par un passage à travers une plaque frittée ou des anneaux de Raschig, ces éléments entravent en revanche la récupération de l'extrait par suite des pertes inévitables qu'ils occasionnent. Pour un dosage quantitatif, il est donc indispensable de disposer d'un système de rinçage efficace de toutes les parties internes du barboteur.
2. La quantité de solvant nécessaire pour effectuer ce rinçage doit être en outre aussi faible que possible pour éviter toute dilution inutile, voire défavorable de l'échantillon obtenu.

*Présenté sous forme de poster



Assemblage (Pos. B - Pos. M)

Fig. 1. Détail (en coupe) de la construction et de l'assemblage des principaux éléments du barboteur analytique (cf. légende dans le texte ci-contre)

3. Vu les risques de perte du ou des composants à doser, ceux de projection de substances nocives ou corrosives, voire de bris du verre lors de la manipulation, les systèmes de vidange, de rinçage et de purge d'un tel barboteur doivent pouvoir fonctionner sans qu'il soit nécessaire de les démonter (L) ou seulement rarement et présenter un nombre minimum de pièces mobiles.
4. Toutes les opérations susmentionnées, y compris le remplissage initial du barboteur avec le réactif d'absorption, doivent être aisées, rapides et sans danger, garantissant des résultats fiables et reproductibles.
5. Le barboteur analytique doit être mécaniquement solide, chimiquement inerte et parfaitement étanche (surpression/dépression).
6. Si la quantité de substance à fixer excède la capacité d'absorption maximale d'un seul barboteur analytique, on doit pouvoir monter en série une batterie de tels barboteurs.

Ces différentes considérations ont amené à la construction du barboteur présenté par la figure 1.

Réalisation

Le barboteur analytique proposé comporte les éléments suivants:

- | | | |
|---------|--|-------------------------------------|
| A et A' | robinets normalisés à 3 voies (verre/téflon) (voir fig. 2); | |
| B | robinet de vidange normalisé à 2 voies (verre/téflon); | } corps
central du
barboteur* |
| C | plaque frittée à gaz, en verre (porosité P ₁), avec conduit; | |
| D | cylindre de verre avec rodage normalisé (NS 29/32); | |
| E | tube à bec incurvé pour l'injection de la liqueur de rinçage (acier V4A ou or);** | |
| F | bouchon de téflon conique, percé, assurant le centrage et le positionnement vertical correct de E;** | |
| G | joint d'étanchéité en silicone (ϕ ext. = 8 mm, ϕ int. = 3 mm, épaisseur = 3 mm);** | |
| H | capuchon en verre à rodage normalisé (NS 29/32) et à pas de vis normalisé (Sovirel® SVL/15);* | |
| I | joint d'étanchéité en silicone (ϕ ext. = 15 mm, ϕ int. = 3 mm, épaisseur = 5 mm);** | |
| J | capuchon en plastique, creux, percé (ϕ int. = 10 mm) et fileté (Sovirel® SVL/15, art. no 470141); | |
| K | contre-pièce moletée extérieurement, assurant le centrage et le pivotement de E;** | |
| L | vis sans tête de la contre-pièce K (DIN 914, M5x5); | |
| M | bouchon de caoutchouc ordinaire, amovible, légèrement évidé, permettant l'obturation de l'extrémité supérieure de E. | |

* Exécution spéciale du verrier (Trabold & Co, CH-3007 Berne).

** Exécution spéciale de l'atelier de mécanique de la Station.

Les détails techniques et plans de construction (cotes à observer) peuvent être obtenus auprès des auteurs.

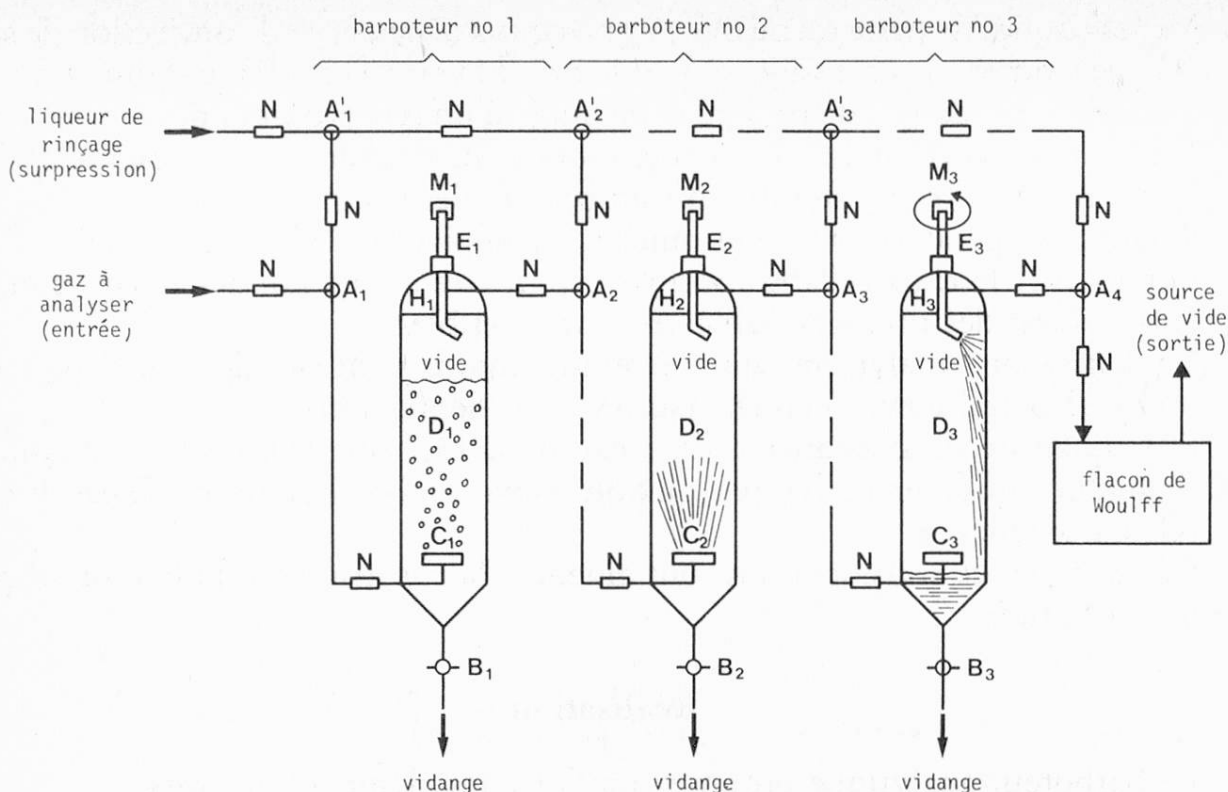


Fig. 2. Schéma de montage en série d'une batterie de 3 barboteurs analytiques. (N. B.: Les barboteurs sont représentés dans 3 fonctions différentes: le no 1 illustre le barbotage en flux continu; le no 2, le rinçage de la plaque frittée et de son conduit; le no 3, le rinçage de l'intérieur du barboteur.)

La géométrie adoptée permet un montage en série à volonté. Les figures 2 et 3 montrent un exemple tiré de la pratique (2) à trois barboteurs. Toutes les connexions sont réalisées en tube de verre (ϕ int. = ~ 5 mm, ϕ ext. = ~ 8 mm). Les divers manchons N, coupés dans un tuyau de néoprène souple, assurent l'élasticité de l'ensemble lors du montage et lors de l'utilisation de l'installation, permettant notamment de soulever les capuchons H pour remplir les barboteurs. Toute l'installation est fixée à un râtelier métallique, au moyen de pinces et de noix (cf. fig. 3), à une hauteur suffisante pour pouvoir placer les jaugés désirés sous les robinets de vidange B. La figure 3 montre un barboteur dans le détail.

Mode opératoire

Le présent mode opératoire est indiqué pour une batterie de barboteurs montés en série, l'ordre de ces derniers étant important pour le rinçage. Le mode opératoire pour un barbotage unique s'en déduit aisément.

Remplissage des barboteurs

On ferme les robinets de vidange B. On tourne les robinets A et A' de manière à obturer simultanément leurs 3 voies. On soulève les capuchons H et on remplit

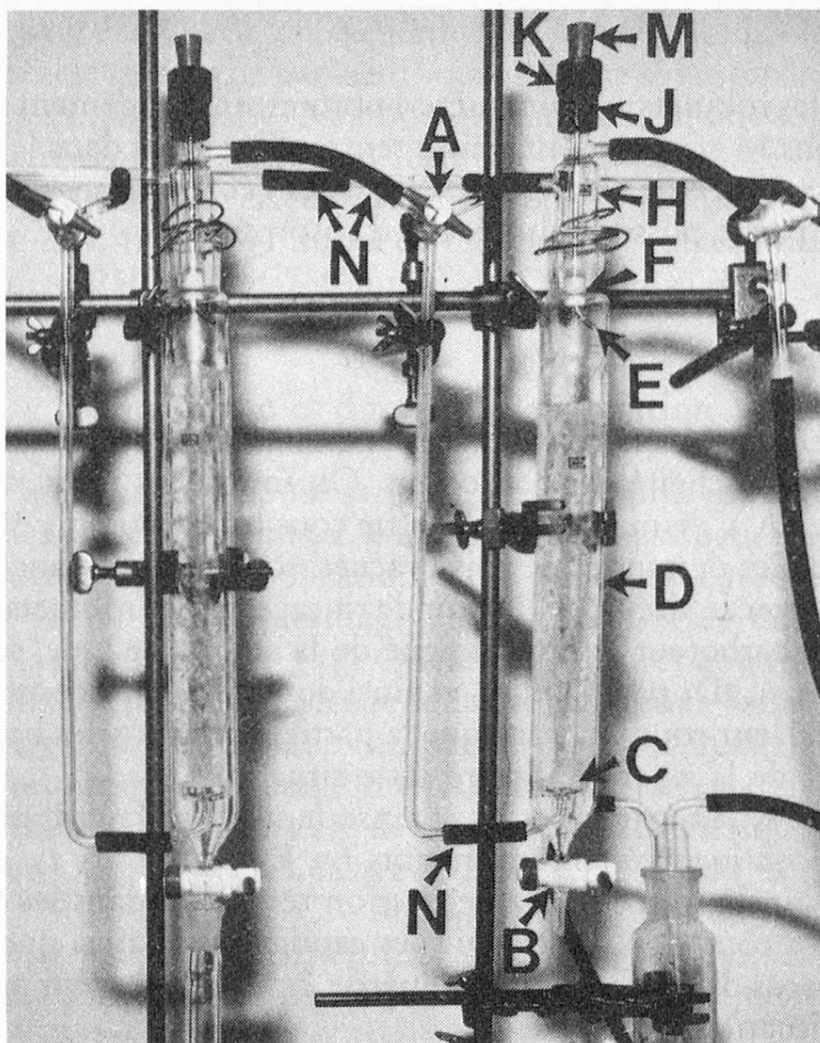


Fig. 3. Vue de 2 barboteurs analytiques en fonctionnement dans une batterie, avec détail de l'un d'eux.

les barboteurs D avec un volume donné (pipette jaugée ou trait de jauge approximatif) du réactif d'absorption adéquat. Après avoir légèrement graissé leur rodage, on replace les capuchons H que l'on fixe au corps des barboteurs D au moyen de pinces. On replace enfin les petits bouchons M à l'extrémité supérieure des tubes d'injection E afin de rendre étanches les barboteurs.

Barbotage

On tourne les robinets à trois voies A, de sorte que le flux de gaz à analyser puisse traverser successivement les barboteurs montés en série et l'on enclenche la source de vide (pour un barbotage par succion). Le barboteur no 1 de la figure 2 illustre cette situation. Les divers robinets A' permettent, si nécessaire, de court-circuiter un ou plusieurs barboteurs. Une telle situation se rencontre par exemple lorsque l'on n'utilise pas simultanément tous les barboteurs de la batterie.

Vidange

On tourne les robinets A de manière à obturer simultanément leurs 3 voies. On ôte les bouchons M afin que l'air puisse rentrer librement dans les barboteurs. On ouvre alors les robinets de vidange B pour laisser s'écouler dans des jaugés adéquats la plus grande partie possible du réactif d'absorption.

Rinçage

On referme les robinets de vidange B et on replace les bouchons M afin d'assurer à nouveau l'étanchéité des barboteurs. On tourne les robinets à trois voies A (sauf le premier A₁), de manière à remettre tous les barboteurs en contact avec la source de vide. Ces derniers, une fois évacués, sont successivement et brièvement mis en contact avec le circuit de liqueur de rinçage par les robinets A' et A, en commençant par le barboteur le plus éloigné de la source de vide, soit:

- a) D₁ par A'₁ et A₁, D₂ par A'₂ et A₂ et ainsi de suite. On rince ainsi toutes les plaques frittées, leur conduit, ainsi que la partie inférieure des barboteurs. Le barboteur no 2 de la figure 2 illustre cette situation.
- b) D₁ par A'₂ et A₂, D₂ par A'₃ et A₃ et ainsi de suite, en faisant pivoter lentement les tubes à bec incurvé correspondants E₁, E₂ etc.

La liqueur ainsi aspirée par la dépression résiduelle dans les barboteurs rince ainsi le haut des conduites, l'intérieur des capuchons H ainsi que toute la surface intérieure des corps des barboteurs (géométrie 2π). Le barboteur no 3 de la figure 2 illustre cette situation.

Les portions d'eau de rinçage ainsi obtenues (sous a) et b)) sont alors transférées par gravité dans les jaugés correspondants comme précédemment (cf. § vidange). On répète ces opérations de rinçage (alternativement a) et b)) avec un strict minimum de liqueur, jusqu'à l'élimination complète du ou des constituants à doser. Lors du dernier rinçage, on veillera à ce que le niveau des liqueurs dans le fond des barboteurs ne dépasse pas celui des plaques frittées. Le contenu des jaugés est finalement complété au trait de jauge et dosé de façon idoine.

Remarque

S'il n'est pas nécessaire de connaître avec précision la quantité de réactif d'absorption engagée et si le rinçage des barboteurs est effectué avec le réactif d'absorption lui-même, le remplissage initial des barboteurs peut être effectué comme s'il s'agissait d'un rinçage par le bas (cf. version a)), ce qui simplifie encore le mode opératoire.

Epreuve de fonctionnement

Afin d'éprouver l'efficacité des barboteurs analytiques proposés — en l'occurrence une batterie de 3 unités montées en série (cf. fig. 2 et 3)) —, on a entraîné au

moyen d'un flux d'air exempt de gaz carbonique le gaz carbonique libéré progressivement dans un réacteur étanche par acidification d'une solution donnée de carbonate de sodium (p. A., Merck). Les 3 barboteurs contenaient une solution d'hydroxyde de sodium titrée comme solution d'absorption (2). Le dosage (3) du gaz carbonique récupéré a montré, aux erreurs d'analyse près, que cette récupération était quantitative, soit: 250, 498 et 747 mmol de CO_2 mesuré (détermination à double) pour respectivement 250, 500 et 750 mmol de CO_3^{2-} engagé.

Conclusion et domaine d'application

Le barboteur analytique proposé satisfait, pour un prix modique, à toutes les conditions définies précédemment (cf. § Principes de construction). Sa conception lui ouvre un vaste champ d'application, tant pour des barbotages en circuit ouvert (2) qu'en circuit fermé (montage en déviation, avec une petite pompe étanche assurant la circulation des gaz). On peut l'employer notamment en combinaison avec le mixer étanche (4) récemment proposé pour l'analyse des constituants volatils ou gazeux des produits alimentaires. On peut également citer son emploi comme respiromètre (dosage du CO_2 produit) (2), pour le contrôle de mélanges de gaz étalons, pour l'analyse de polluants atmosphériques en traces (CO après oxydation en CO_2 ; CO_2 , H_2S , SO_2 , HCl , HCN , HF après absorption dans une solution alcaline; Cl_2 , SOCl_2 , SO_2Cl_2 , Br_2 , I_2 , après absorption dans une solution réductrice etc.) ainsi que pour l'analyse de nombreuses substances telles qu'amines, phénols, acides gras, mercaptans ou autres, après un entraînement à la vapeur.

Remerciements

Les auteurs tiennent à exprimer ici leur vive gratitude au Dr *M. Rüegg* et à *M. Trabold*, maître-verrier, pour leurs précieux conseils ainsi qu'aux collaborateurs de la Station qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

Résumé

Le nouveau barboteur proposé permet d'extraire et de concentrer en milieu liquide de nombreux constituants volatils ou gazeux, présents même en traces. Ne nécessitant aucun démontage lors de son remplissage, de sa vidange et de son rinçage, un tel barboteur est d'un emploi suffisamment aisé, rapide, fiable et sans danger pour des analyses quantitatives de routine. Il offre de nombreuses possibilités d'emploi, tant en analytique alimentaire que pour le contrôle des polluants atmosphériques.

Zusammenfassung

Es wird eine neue Gaswaschflasche vorgestellt, mit der es möglich ist, flüchtige oder gasförmige Bestandteile in ein flüssiges Medium zu extrahieren und zu konzentrieren, selbst

wenn diese nur in Spuren vorhanden sind. Die Waschflasche braucht beim Füllen, Entleeren und Spülen nicht demontiert zu werden. Deshalb kann sie leicht, schnell, zuverlässig und gefahrlos bedient werden, um für quantitative Routinebestimmungen verwendet zu werden. Es bestehen zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten sowohl in der Lebensmittelanalytik als auch bei der Kontrolle der Luftverunreinigungen.

Summary

The proposed gas washer allows to extract and concentrate in a liquid medium many volatile or gaseous components, even if present in traces only. This gas washer needs no disassembling for filling, evacuating and rinsing. It is therefore sufficiently easy, rapid, reliable and safe to handle to permit quantitative routine analyses. It offers many possibilities of application both for food analyses and for the control of air pollution.

Bibliographie

1. *Kruhme, H. und Grathwohl, H.*: Mit Becherglas und Bunsenbrenner: Einführung in die Laborpraxis; Arbeit mit Flüssigkeiten, Gasen und festen Stoffen. 4. Auflage, S. 125. Georg Westermann Verlag, Braunschweig, Berlin, Hamburg, München, Kiel und Darmstadt 1964.
2. *Blanc, B., Bosset, J. O. et Pauchard, J.-P.*: Etude de la teneur et du dégagement en CO₂ de fromages de Gruyère en cours de maturation. Schweiz. Milchw. Forsch. **9**, 9–14 (1980).
3. *Robertson, P. S.*: The estimation of carbon dioxide in cheddar cheeses. J. Dairy Res. **29**, 321–323 (1962).
4. *Bosset, J. O., Pauchard, J.-P., Flückiger, E., Knecht, I. und Knecht, P.*: Umbau eines Küchenmixers für die Dampfmananalyse von flüchtigen oder gasförmigen Komponenten in Nahrungsmitteln. G. I. T.-Fachz. Lab. **23**, 920–924 (1979).

Dr J. O. Bosset
Ingrid Knecht
P. Knecht
Station fédérale de recherches laitières
CH-3097 Liebefeld-Berne