

Etude comparative de quelques réactions pour la recherche des Nitrites dans les eaux potables

Autor(en): **Bornand, M.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **4 (1913)**

Heft 5

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-984257>

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.

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM SCHWEIZ. GESUNDHEITSAMT

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE SANITAIRE FÉDÉRAL

ABONNEMENT : Schweiz Fr. 8. — per Jahrg. — Ausland Fr. 10. — oder M. 8. —.

Suisse fr. 8. — par année. — Etranger fr. 10. — ou M. 8. —.

Preis einzelner Hefte Fr. 1. 50 (Ausland M. 1. 50).

Prix des fascicules fr. 1. 50 (étranger M. 1. 50).

Jährlich 6—8 Hefte

6 à 8 fascicules par année

BAND IV

1913

HEFT 5

Etude comparative de quelques réactions pour la recherche des Nitrites dans les eaux potables.

Par M. BORNAND.

(Laboratoire Cantonal Lausanne.)

Les méthodes utilisées pour la recherche des nitrites dans les eaux potables ont donné lieu ces dernières années à de nombreuses publications.

La plus grande partie sont basées sur la formation d'un composé azoïque.

Le Manuel suisse des denrées alimentaires recommande pour la recherche de N_2O_2 dans les eaux potables, la méthode de Tromsdorf utilisant le iodure de zinc amidonné. Quelques laboratoires obtiennent de bons résultats en employant celle de Griess utilisant une solution sulfurique de métaphénylènediamine; avec l'acide nitreux, il se produit une coloration jaune brune, le brun de Bismark ou Vésuvine.

Sur la proposition de *Ilosvay van Ilosva*¹⁾ et *Lunge*²⁾ on a aussi employé un mélange en solution acétique de naphtylamine et d'acide sulfanilique. En présence de nitrites dans une eau, on observe une coloration rouge du liquide. Cette réaction est extrêmement sensible.

D'autres méthodes enfin utilisent la réaction donnée avec l'acide nitreux, soit du *Neutralrot*, d'une solution hydrostrychnique, de la *résorcine* et *acide sulfurique*, ou de *l'indol* et *acide sulfurique*. Ce sont ces dernières méthodes comparées avec celle proposée par *Ilosvay* et *Lunge* que j'ai étudiées au point de vue de leur sensibilité et de leur application pratique.

1. Exposé des différentes méthodes étudiées.

1. Méthode de *Ilosvay van Ilosva* - *Lunge*.³⁾

a) On dissout 0,5 g d'acide sulfanilique dans 150 cm³ d'acide acétique étendu.

¹⁾ Bull. Chim. 3, 2, p. 317.

²⁾ Zeitschr. für angew. Chemie 1889, Heft 23.

³⁾ Analyse qualitative Treadwell Gosciny Paris 1910 p. 319.

b) On fait bouillir 0,2 g naphtylamine solide dans 20 cm³ d'eau, on sépare la solution incolore du résidu bleu violet; on traite par 150 cm³ d'acide acétique étendu et on mélange les deux solutions ensemble.

Opération: 50 cm³ de l'eau à examiner sont traités par 2 cm³ du réactif; on mélange et laisse reposer 5—10 minutes; la plus petite trace d'acide nitreux est reconnue par la coloration rouge du liquide.

2. Méthode au Neutralrot par Rochaix.¹⁾

On verse dans un verre à expérience, 20 cm³ d'une solution à 0,2‰ de Neutralrot; on ajoute 10 cm³ de l'eau à analyser, puis 1—3 cm³ H₂SO₄ à 20%. En présence de nitrites, il se produit un changement de coloration qui par agitation passe par le violet pour arriver au bleu franc. D'après Rochaix, on pourrait déceler nettement 0,00005 g de N₂O₂ par litre d'eau.

3. Barbet et Jandrier²⁾ dissolvent dans 2 cm³ de l'eau à examiner 0,1 g de résorcine et ajoutent 1 cm³ d'acide concentré; en présence de nitrites, coloration rose à la zone de contact. Sensibilité: 0,1 mg par litre.

4. Denigès³⁾ utilise un mélange de 5 cm³ d'une solution aqueuse de sulfate de strychnine avec 5 cm³ d'HCl concentré qu'il fait bouillir en présence de 4—5 g de lamelles ou de grenailles de zinc chimiquement pur; 10 minutes après la cessation de l'ébullition, refroidir dans un courant d'eau et décantier. Ce réactif doit toujours être de préparation récente.

Opération: 1/2 cm³ du réactif à 10 cm³ d'eau renfermant des nitrites on obtient une teinte rose grenadine. Sensibilité: 0,1 mg N₂O₂ par litre. A la teinte rose ou grenadine succède au bout de quelques heures une coloration jaune.

5. Mnoucha Chwilewizky⁴⁾ emploie la réaction inverse de Kitasato pour la recherche de l'Indol dans les cultures de bactéries, c'est à dire qu'il utilise la propriété de l'Indol de donner une coloration en présence de nitrites et d'acide sulfurique concentré.

Opération: A 100 cm³ de l'eau à examiner, on ajoute 1 cm³ H₂SO₄ (1 : 1) on mélange, et on ajoute 5 cm³ d'une solution alcoolique d'Indol (0,02 g Indol + 150 cm³ alcool à 95°).

Dans une dilution de nitrites 1 : 10 millions, on obtient immédiatement une coloration rose; pour une dilution 1 : 50 millions, la réaction apparaît après 10 minutes.

2. Recherches personnelles.

Sensibilité du réactif proposé par Ilosray van Ilosva-Lunge.

50 cm³ eau + 2 cm³ Réactif

Quantité de N ₂ O ₂	Observations
a) 0,0001 mg	pas de coloration
b) 0,001 »	faible coloration après 10 minutes
c) 0,005 »	coloration plus forte que b après 5 minutes

¹⁾ Semaine médicale N° 6 1909 p. 72.

²⁾ Ref.: Zeitsch. für anal. Chemie 1910 p. 384.

³⁾ Ref.: Annales de Chimie analytique 1911 p. 348.

⁴⁾ Archiv für Hygiene 76 p. 410.

d)	0,01 mg	réaction nette après 5 minutes
e)	0,02 »	» » » 5 » plus forte que d
f)	0,05 »	» » » 5 » » » e
g)	0,1 »	faible coloration après 3 minutes intense après 5 minutes
h)	0,15 »	réaction très intense après 3 minutes
i)	eau distillée	pas de coloration après une heure

Sensibilité du réactif de Rochaix.

20 cm³ sol. Neutralrot à 0,2‰ + 10 cm³ d'eau + 2 cm³ H₂SO₄ 20%

Quantité de N ₂ O ₂	Observations
a) 0,0001 mg	légère coloration violacée
b) 0,001 »	» » »
c) 0,005 »	» » »
d) 0,01 »	» » »
e) 0,02 »	» » »
f) 0,05 »	» » »
g) 0,1 »	coloration violette foncée
h) 0,15 »	» » »
i) eau distillée	légère coloration violacée

Sensibilité du réactif de Barbet et Jandrier.

0,1 g résorcine + 2 cm³ eau (+ 1 cm³ H₂SO₄ conc.)

Quantité de N ₂ O ₂	Observations
a) 0,0001 mg	pas de coloration
b) 0,001 »	après 10 min. légère coloration rosée à la zone de contact
c) 0,005 »	coloration rosée après 5 minutes
d) 0,01 »	coloration rose immédiate
e) 0,02 »	» » »
f) 0,05 »	» » »
g) 0,1 »	» » »
h) 0,15 »	» » »
i) eau distillée	anneau brun à la zone de contact.

Sensibilité du réactif de Denigès.

0,5 cm³ réactif hydrostrychnique + 10 cm³ eau.

Quantité de N ₂ O ₂	Observations
a) 0,0001 mg	pas de coloration
b) 0,001 »	» » »
c) 0,005 »	coloration rose grenadine faible après 5 minutes
d) 0,01 »	» » » » » 1 minute
e) 0,02 »	coloration immédiate
f) 0,05 »	» »
g) 0,1 »	coloration très forte immédiate
h) 0,15 »	» » » »
i) eau distillée	absence de coloration

Sensibilité du réactif à l'Indol.

Quantité de N_2O_2	Observations
a) 0,0001 mg	coloration violacée faible après 10 minutes
b) 0,001 »	» » » » 5 »
c) 0,005 »	coloration faible après 1 minute intense après 5 minutes
d) 0,01 »	coloration immédiate
e) 0,02 »	» »
f) 0,05 »	coloration forte
g) 0,1 »	coloration très forte
h) 0,15 »	» » »
i) eau distillée	pas de coloration

D'après les tableaux ci-dessus, on constate que le réactif le plus sensible vis-à-vis de N_2O_2 est celui à l'Indol puisqu'il permet de déceler nettement après 10 minutes les nitrites dans une solution en contenant 0,0001 mg ce qui correspond bien aux expériences de son auteur.

La réaction de *Barbet et Jandrier* est aussi sensible que la précédente; sa limite est 0,001 mg de N_2O_2 .

La méthode *Ilosvay van Ilosva - Lunge* donne des résultats semblables aux deux précédentes au point de vue de sa sensibilité.

La réaction de *Denigès* donne aussi de bons résultats, sa limite de sensibilité pour déceler N_2O_2 est de 0,005 mg.

Quant à la méthode proposée par *Rochaix*, on ne peut pas déterminer sa sensibilité, car même en présence d'eau distillée, on obtient une coloration violacée. Ce n'est qu'à partir de 0,1 mg que la coloration de la solution prend une teinte violette foncée très nette. Jamais je n'ai obtenu la coloration bleu franc signalée par *Rochaix*, même avec des quantités élevées de nitrites dans la solution.

J'ai fait des essais comparatifs de ces différentes méthodes sur une cinquantaine d'échantillons d'eau; les méthodes qui m'ont donné les résultats les plus concordants au point de vue qualitatif sont celles de l'Indol, de *Ilosvay van Ilosva - Lunge* et celle à la résorcine. Au point de vue du dosage de N_2O_2 dans les eaux potables, les deux premiers procédés ont été les plus constants et concordaient avec ceux de *Tromsdorf* et de *Griess*.

Quant au côté pratique, quels sont les avantages et inconvénients de ces différentes méthodes:

J'ai indiqué plus haut les résultats obtenus avec la méthode de *Rochaix*; le plus grand inconvénient qu'elle a, est d'utiliser un réactif déjà fortement coloré en rouge tirant sur le violet et qu'il est très difficile d'apprécier le changement de coloration après adjonction d'une solution contenant du N_2O_2 .

En tout cas, cette méthode n'est pas assez sûre pour se prononcer nettement sur la présence ou l'absence de nitrites dans une eau potable.

Le réactif de *Denigès* a l'inconvénient de s'altérer très rapidement; ainsi, une solution hydrostrychnique préparée la veille, est colorée faible-

ment en rose le lendemain et fortement après 48 heures. En outre, d'après mes observations, elle ne pourrait servir au dosage de N_2O_2 , car le changement de teinte obtenu après adjonction de quantités élevées de N_2O_2 est trop peu apparent.

La méthode de *Barbet et Jandrier* peut rendre de bons services; elle a l'avantage de ne pas utiliser de grandes quantités d'eau.

Le réactif à l'*Indol* donne de très bons résultats et comme je l'ai indiqué plus haut, sa sensibilité est plus grande que celle de toutes les méthodes que j'ai étudiées. En outre, même avec de faibles quantités de N_2O_2 , la réaction apparaît immédiatement et la coloration reste constante. Cette solution se conserve longtemps; après six mois, elle m'a donné les mêmes résultats que le premier jour de sa préparation.

Enfin de toutes les méthodes que j'ai étudiées, celle de *Ilosvay van Ilosva-Lunge* donne les meilleurs résultats au point de vue pratique. A côté de sa grande sensibilité, elle a l'avantage de n'utiliser qu'une seule solution ce qui fait déjà sa supériorité sur les autres méthodes, surtout au point de vue des recherches sur place. En outre cette solution peut se conserver pendant longtemps, à condition de la garder dans un flacon brun, bien bouché et rempli incomplètement. Après une année de conservation, les résultats que m'a donné le réactif étaient les mêmes qu'avec la solution fraîche.

Dans tous les traités d'analyse où l'on donne le mode de préparation de ce réactif, on n'indique pas la concentration de l'acide acétique utilisé pour la dissolution de l'acide sulfanilique et pour le mélange. J'ai fait une série de solutions comportant de l'acide acétique à 5%, 10%, 15%, 20%, 30%, 40% et 50%. Les résultats obtenus étaient peu différents entre eux; cependant je conseillerai de prendre de l'acide acétique à 10 ou 15%.

Conclusions.

1° Le réactif de *Rochaix* ne peut être utilisé avec succès pour la recherche de N_2O_2 dans les eaux potables.

2° Le réactif proposé par *Denigès* ne peut pas être d'un usage pratique dans les laboratoires, vu sa rapidité d'altération.

3° La méthode à la *résorcine* et H_2SO_4 proposée par *Barbet et Jandrier* peut rendre de bons services au point de vue de la recherche qualitative de N_2O_2 dans les eaux potables, car elle utilise des quantités très faibles de l'eau à analyser.

4° Le réactif à l'*Indol*, vu sa grande sensibilité et sa spécificité vis-à-vis de N_2O_2 peut être employé avantageusement pour la recherche des nitrites dans les eaux potables.

5° La méthode proposée par *Ilosvay van Ilosva-Lunge* est supérieure à toutes surtout au point de vue pratique et peut-être utilisée couramment pour la recherche des nitrites non seulement au laboratoire mais sur place.