

16633

PREMIER MINISTRE  
COMMISSARIAT A  
L'ÉNERGIE ATOMIQUE

*original*

# DOSAGE DE LA RHODAMINE B DANS LES EAUX NATURELLES

par

M. MARICHAL et R. BENOIT

Rapport CEA n° **1937**

COMMISSARIAT  
A L'ÉNERGIE ATOMIQUE  
BIBLIOTHÈQUE  
C. E. N. SACLAY

1961

CENTRE DE PRODUCTION  
DE PLUTONIUM DE MARCOULE

CEA 1937 - MARICHAL M., BENOIT R.

**A new method for dosing rhodamine B in natural water (1961).**

**Summary.** — A simple and sensitive method well adapted to hydrological research. The dye is first extracted from the water sample by isoamyl alcohol and then the fluorescence of the alcoholic solution, after excitation by ultra-violet radiation, is measured spectrophotometrically.

The sensitivity of the method is about  $10^{-12}$ , that is, a millionth of a milligram of dye per litre.

# Dosage de la rhodamine B dans les eaux naturelles

par M. MARICHAL et R. BENOIT

C. E. A. Centre de Marcoule. Service de Protection contre les Radiations.

**Méthode simple et sensible convenant bien aux recherches hydrologiques. Le colorant est préalablement extrait de l'échantillon d'eau par l'alcool isoamylique ; la fluorescence de la solution alcoolique éclairée en lumière ultraviolette est ensuite mesurée au spectrophotomètre.**

**La sensibilité de la méthode est de l'ordre de  $10^{-12}$ , soit un millionième de milligramme de colorant par litre.**

## Introduction

Le mélange et l'homogénéisation de deux cours d'eau, le cheminement souterrain et la résurgence des sources, le débit des rivières, l'existence de veines préférentielles d'écoulement, la matérialisation de certains courants marins peuvent s'étudier en introduisant dans l'eau une quantité convenable de certains sels ou de certains colorants. Ces substances doivent pouvoir se retrouver à des doses très faibles pour que les quantités initiales à mettre en œuvre ne soient pas exagérées. Leur dosage doit être simple, le nombre d'échantillons prélevés étant généralement important. De plus, ces corps doivent être aussi peu toxiques que possible pour éviter toute pollution accidentelle des nappes d'eau et pour rester sans effet sur la flore ou la faune. Enfin, si l'expérience est de longue durée, il convient également que ces substances soient suffisamment stables, pour ne pas être dégradées pendant la durée des essais.

ou par photométrie de sa fluorescence en ultraviolet, lorsqu'il s'agit de solutions plus diluées. La méthode proposée par Carpenter et citée par Carritt (2) utilise un fluorimètre « Turner » dont le photomultiplicateur a été modifié. Disposant d'un spectrophotomètre Jobin et Yvon à cellules photoélectriques, il nous a paru intéressant de l'essayer pour le dosage de la rhodamine B. Cependant la sensibilité de cet appareil ne permet pas une mesure directe aux concentrations compatibles avec la nature des essais envisagés. C'est pourquoi la méthode suivante a été mise au point et appliquée avec succès.

## Principe

Le colorant est préalablement extrait de l'échantillon d'eau par de l'alcool isoamylique, puis la fluorescence de la solution alcoolique, éclairée en ultraviolet, est mesurée au spectrophotomètre.

## La rhodamine B

Parmi les produits les plus couramment utilisés, la rhodamine B (1) semble réunir les qualités de sensibilité, d'innocuité et de commodité souhaitées.

Son dosage dans les eaux se fait par colorimétrie lorsqu'il s'agit de solutions relativement concentrées

## Mode opératoire

### Réactifs

- Solution de rhodamine B dans l'eau, à 0,1 mg/litre.
- Acide chlorhydrique 2 N.
- Alcool isoamylique pour analyse.

## DOSAGE DE LA RHODAMINE B

- Sulfate de sodium anhydre.
- Eau ayant sensiblement la même minéralisation que l'échantillon à analyser.

### Matériel

- Ampoules à décantation de 3 litres.
- Centrifugeuse à 3 000 tours/minute.
- Spectrophotomètre ou fluorimètre. Nous utilisons un spectrophotomètre Jobin et Yvon, type « Fedala » permettant les mesures de fluorescence en ultraviolet. Dans le cas qui nous occupe, il est équipé d'une lampe à vapeur de mercure. Son monochromateur est réglé sur 551 m $\mu$ . La largeur de la fente est ouverte au maximum et la hauteur limitée à 3,5 mm. La cellule photoélectrique servant aux mesures est la cellule au césium.
- Fioles jaugées de 2 litres.
- Pipettes.

### Etablissement de la courbe d'étalonnage

Déterminer tout d'abord la teneur approximative en colorant dans les échantillons à analyser, en comparant soit avant soit après extraction à l'alcool isoamylique, la coloration obtenue à des tubes étalons, par exemple : 1, 0,1, 0,01, 0,001, 0,0001 mg/litre. Choisir et établir la gamme désirée.

Dans une série de fioles jaugées de 2 litres numérotées, introduire les réactifs indiqués dans le tableau ci-dessous :

	Témoin	I	II	III	IV	V
Solution de rhodamine à 0,1 mg/litre (en ml) . . . . .	0	0,2	0,5	1	1,5	2
Eau de même minéralisation que l'échantillon : q. s. p.	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000
Teneur en rhodamine (en mg/l.) . . . . .	0	0,0001	0,00025	0,0005	0,00075	0,001

Centrifuger les différents échantillons à 3 000 tours/minute pendant 10 minutes, pour éliminer les matières en suspension.

Décanter et introduire le décantat dans une ampoule à décantation de 3 litres numérotée.

Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique 2 N, puis 75 ml d'alcool isoamylique pur. Agiter vigoureusement pendant 3 minutes, puis laisser reposer et recueillir la phase alcoolique surnageante.

Ajouter environ 0,5 g de sulfate de sodium anhydre et transvaser la solution limpide ainsi obtenue dans les cuves du spectrophotomètre.

Effectuer les mesures en réglant le monochromateur à 551 m $\mu$ .

Construire un graphique portant en coordonnées les déviations du galvanomètre de l'appareil et les concentrations en rhodamine.

### Examen d'un échantillon

Prélever 2 litres d'eau et centrifuger à 3 000 tours/minute pendant 10 minutes.

Introduire le décantat dans une ampoule à décantation de 3 litres.

Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique 2 N, puis 75 ml d'alcool isoamylique pur. Agiter vigoureusement pendant 3 minutes, puis laisser reposer et recueillir la phase alcoolique surnageante.

Ajouter environ 0,5 g de sulfate de sodium anhydre et transvaser la solution limpide ainsi obtenue dans les cuves du spectrophotomètre.

Lire la déviation du galvanomètre et se reporter à la courbe d'étalonnage que l'on vient d'établir pour connaître la concentration en rhodamine B dans l'échantillon examiné.

### Remarques

— La centrifugation ne se justifie que si les échantillons d'eau contiennent des matières en suspension. Elle peut se supprimer si l'on a affaire à des eaux parfait-

tement limpides au départ. Le papier-filtre ne convient pas du fait qu'il retient une certaine quantité de rhodamine.

— L'alcool isoamylique est un peu soluble dans l'eau. De ce fait, après agitation, on ne retrouve pas les 75 ml introduits. En opérant à la même température pour la préparation de la gamme-étalon et pour les mesures proprement dites et en utilisant des eaux de minéralisation sensiblement égale, le volume final de la phase alcoolique est constant. Ce volume contient la totalité du colorant, la rhodamine B étant beaucoup plus soluble dans l'alcool isoamylique que dans l'eau.

## DOSAGE DE LA RHODAMINE B

— L'addition d'acide chlorhydrique 2 N a pour but de se placer en milieu légèrement acide, cette condition favorisant la séparation des deux phases.

— Le traitement au sulfate de sodium anhydre a pour effet de déshydrater la phase alcoolique légèrement opalescente et de la rendre parfaitement limpide.

### Sensibilité de la méthode

En suivant le mode opératoire ci-dessus, la méthode permet d'apprécier des concentrations en rhodamine B dans l'eau de l'ordre de  $10^{-12}$ , soit un millionième de milligramme par litre. Elle convient donc bien pour une recherche qualitative. Si l'on veut étudier la distribution quantitative du colorant au sein d'un grand

volume d'eau, il est préférable de fixer la concentration finale à  $10^{-9}$ , soit un millième de milligramme par litre, de manière à mettre en évidence les différences de concentration.

### BIBLIOGRAPHIE

- (1) J. F. WELCHER, *Organic Analytical Reagents*, Vol. IV, 3<sup>e</sup> édition, p. 549 (Editeur : Van Nostrand Co., Princeton).
- (2) D. E. CARRITT, *Disposal into the Sea and into geological Structures of Wastes resulting from the peaceful Uses of Atomic Energy*, Proceedings of the Conference on the Disposal of Radio-active Wastes, Monaco, 16-21 novembre 1959, Vol. II, p. 257 (Editeur : I. A. E. A., Vienne, 1960).

