

ROYAUME DE BELGIQUE
Ministère des Colonies

KONINKRIJK BELGIË
Ministerie van Koloniën

Direction de l'Agriculture, des Forêts,
de l'Élevage et de la Colonisation

Directie van Landbouw, Bossen,
Veeteelt en Kolonisatie

Bulletin Agricole du Congo Belge

Landbouwkundig Tijdschrift

voor Belgisch-Congo

VOL. XLIII

N^o 1

MARS
MAART 1952

4 FASCICULES PAR AN
NUMMERS PER JAAR



Congopresse - Photo J. COSTA.

**Travailleurs congolais procédant au lissage du cuir tanné
dans une tannerie de Léopoldville.**

RÉDACTION ET ADMINISTRATION
Place Royale, 7 - Bruxelles

REDACTIE EN ADMINISTRATIE
Koningsplein, 7 - Brussel

SOMMAIRE DU N° 1 - 1952

Articles originaux :	PAGES
<i>Le laboratoire agricole de la Kahawa</i> , par G. TONDEUR	3
<i>Note sur les parcellements en Territoire d'Aketi</i> , par F. BRUENS	37
<i>A propos d'enquêtes alimentaires</i> , par le D ^r E. L. ADRIAENS	45
<i>Au sujet des facteurs de floraison</i> , par L. PYNAERT	55
<i>Bactéries et latex</i> , par Paul SIMONART	63
<i>Quelques nouveautés au sujet des insecticides</i> , par Em. M. TILEMANS	71
<i>L'industrie des cuirs et peaux au Congo Belge</i> , par le D ^r D. THIENPONT	97
<i>Les races bovines du Ruanda-Urundi</i> , par le Docteur HERIN	111
<i>Les méthodes de dosage de l'isomère gamma de l'hexachlorocyclohexane</i> , par le D ^r J. DEOM	123
<i>Le problème des Trypanosomiasés animales dans la zone de colonisation de la «Cobelkat» au Lomami</i> , par le D ^r A. ZIELINSKI	135
Documentation officielle	149
Notes et actualités :	
<i>Simplification de la « Longue Méthode » pour le calcul de la valeur nutritive des aliments (E. L. A.)</i>	195
* <i>Le développement de l'agriculture en Afrique tropicale (L. P.)</i>	196
* <i>La motorisation est-elle rentable? (P. B.)</i>	198
* <i>Sols africains (J. L.)</i>	199
* <i>Pédologie (J. L.)</i>	202
* <i>La conservation du sol en horticulture (J. L.)</i>	205
* <i>Les sols et les réserves d'eau du Queensland (L. P.)</i>	206
<i>Expériences d'engrais phosphatés en vases de végétation</i>	207
<i>L'Origine, la Variation, l'Immunité et l'Amélioration des plantes cultivées (J. E. O.)</i>	207
* <i>Les substances de croissance chez les végétaux (J. E. O.)</i>	208
* <i>La Patate douce, Son origine et la façon de la conserver chez les primitifs (L. P.)</i>	209
<i>L'extraction sélective des graisses (E. L. A.)</i>	210
* <i>Insaponifiable des matières grasses (E. L. A.)</i>	213
* <i>La culture et la production d'huile d'aleurites (C. M.)</i>	213
* <i>L'ananas à Porto-Rico (L. P.)</i>	216
* <i>Phytopathologie forestière</i>	217
<i>Renseignements de la station forestière de l'Inéac (Réserve de la Luki)</i>	218
* <i>La question des carburants (E. L. A.)</i>	220
* <i>La pratique de la pluie artificielle (C. M.)</i>	222
* <i>Concours annuel de traite en Rhodésie du sud (R. G.)</i>	224
* <i>Influence du retard de la mise à la reproduction des génisses (R. G.)</i>	225
* <i>Influence de la streptomycine sur la fertilité du liquide spermatique du taureau (R. G.)</i>	225
* <i>L'influence de la nutrition sur la reproduction du bétail (R. G.)</i>	226
* <i>Le bétail de race Kenana à la ferme expérimentale de Gezira (Soudan) (R. G.)</i>	226
* <i>Rapport sur un essai d'insémination artificielle des volailles (R. G.)</i>	227
<i>Identification du virus de la fièvre aphteuse du Ruanda (R. G.)</i>	228
* <i>Lutte contre les tiques (R. G.)</i>	228
* <i>Essais préliminaires d'utilisation du Rhodiatox (R. B. 1018) dans la lutte contre les tiques du bétail (R. G.)</i>	229
* <i>Poissons et crustacés d'eau douce (J. G.)</i>	229
<i>Dégâts de termites et pourritures diverses dans les habitations (J.-M. V.)</i>	230
<i>Entomologie des régions subtropicales (J.-M. V.)</i>	231
* <i>Les termites et les moyens de les combattre en Afrique du sud (J.-M. V.)</i>	231
* <i>Tonic copper spraying (E. S.)</i>	232
<i>La culture extensive du caféier Robusta peut-elle améliorer le rendement de l'agriculture indigène? (Paul SAMUEL)</i>	233
<i>Sur l'uniformisation par le haut. Une méthode de conservation des forêts sauvages (C. DONIS et E. MAUDOUX)</i>	235
Bibliographie	239
Annonces	voir pages en couleur

Les indications fournies dans les articles paraissant dans le « Bulletin Agricole du Congo Belge » n'engagent pas la Rédaction et ne constituent pas nécessairement des conseils de sa part.

La reproduction des articles est autorisée à condition de mentionner sous le titre: Extrait du « Bulletin Agricole du Congo Belge ».

Les manuscrits non insérés ne sont pas rendus.

De Redactie is niet aansprakelijk voor de aanwijzingen in de artikelen van het « Landbouwkundig Tijdschrift voor Belgisch-Congo ». Men beschouwe ze dus niet noodzakelijk als raadgevingen van harentwege.

Men mag artikelen uit het tijdschrift overnemen, mits men onderaan de titel vermeldt: Overgenomen uit het « Landbouwkundig Tijdschrift voor Belgisch-Congo ».

De niet opgenomen stukken worden niet teruggezonden.

ROYAUME DE BELGIQUE
Ministère des Colonies

KONINKRIJK BELGIË
Ministerie van Koloniën

Direction de l'Agriculture, des Forêts,
de l'Élevage et de la Colonisation

Directie van Landbouw, Bossen,
Veeteelt en Kolonisatie

Bulletin Agricole du Congo Belge

Landbouwkundig Tijdschrift

voor Belgisch-Congo

VOL. XLIII

N^o 1

MARS
AART 1952

4 FASCICULES PAR AN
NUMMERS PER JAAR



Congopresse - Photo J. COSTA.

Travailleurs congolais procédant au lissage du cuir tanné
dans une tannerie de Léopoldville.

RÉDACTION ET ADMINISTRATION
Place Royale, 7 - Bruxelles

REDACTIE EN ADMINISTRATIE
Koningsplein, 7 - Brussel

Les méthodes de dosage de l'isomère gamma de l'hexachlorocyclohexane

PAR

J. DEOM,

Docteur en Médecine Vétérinaire.

Le dosage de l'isomère gamma de l'hexachlorocyclohexane (ou hexachlorure de benzène ; 666 ; H. C. H. ; B. H. C. ; etc.) revêt actuellement une importance considérable du fait que ses applications n'ont cessé de se multiplier depuis la découverte de ses propriétés insecticides faite à peu près simultanément en 1941 par A. DUPIRE en France (1) et par une équipe de chercheurs britanniques.

C'est pour cette raison que nous avons pensé qu'une revue des méthodes de dosage de ce produit pourrait être utile à tous ceux qui s'occupent de la question ou qui l'utilisent et particulièrement à nos confrères coloniaux. Nous espérons avoir atteint ce but par cet article.

Les diverses méthodes de cet isomère relèvent toutes de techniques spéciales de laboratoire et ne peuvent donc pas être pratiquées en campagne. Il n'existe actuellement aucune méthode permettant le dosage exact de l'isomère gamma dans les conditions de la pratique. Nous donnerons toutefois in fine quelques renseignements sur une méthode d'appréciation de la teneur en isomère gamma des bains parasitocides qui vient d'être mise au point par la firme SOLVAY & C^{ie} de Bruxelles.

Ces méthodes de dosage peuvent être groupées en quatre catégories :

A. Les méthodes biologiques.

B. Les méthodes physiques :

- I. Méthodes spectrographique et spectrophotométrique.
- II. Méthodes polarographiques.
- III. Méthode chromatographique.
- IV. Méthode cryoscopique.
- V. Méthode par solubilités.

C. Les méthodes chimiques.

D. Méthode pratique pour le contrôle des bains au « Cyclotox » Solvay.

Nous envisagerons successivement ces différentes méthodes en nous attachant particulièrement à celles qui sont susceptibles d'applications pratiques, notamment pour le dosage de l'isomère gamma dans les bains de dipping des animaux.

A. Les méthodes biologiques. (2, 3, 4, 5).

Leur principe consiste à déterminer la mortalité provoquée dans un élevage homogène d'insectes par application du toxique suivant une méthode appropriée. Signalons éventuellement à ce sujet l'intérêt de l'obtention de films minces de l'insecticide à étudier et l'application à ce propos de la méthode de PIELOU (6).

Les méthodes biologiques sont malheureusement entachées de causes d'erreur considérables, particulièrement à la suite de l'intervention synergique de certaines impuretés. Les résultats varient aussi suivant l'insecte utilisé.

Le coefficient d'erreur est de l'ordre de 50 à 100 %.

B. Les méthodes physiques. (11).

1. *Méthodes spectrographique et spectrophotométrique* (7, 8, 9, 10).

Leur principe repose sur la variation d'absorption de la lumière en fonction de la longueur d'onde utilisée et de la composition du produit à étudier.

L'infra-rouge possède notamment certaines longueurs d'onde qui ne sont respectivement absorbées que par un seul isomère. La mesure de l'absorption ainsi subie permet de déterminer la teneur en cet isomère.

Ici aussi, la présence de certains autres constituants du produit analysé est la source de difficultés.

Le coefficient d'erreur y est de l'ordre de 8 %.

II. *Méthodes polarographiques* (17, 18).

Il existe différentes méthodes polarographiques applicables à cette analyse. Citons les suivantes :

a) méthode de GERRIT DRAGT (18) ;

b) méthode du Laboratoire Central de SOLVAY & C^{ie} (21).

Nous n'exposerons pas les détails techniques de ces méthodes, qui peuvent être retrouvés dans les articles originaux. Elles sont rapides, mais les résultats en sont parfois capricieux. Leur coefficient d'erreur est de l'ordre de 5 %.

Elles peuvent s'appliquer à des mélanges d'isomère gamma et de charges minérales sans séparation préalable.

Lorsque le produit à analyser renferme en outre des produits organiques complexes (agents mouillants, adhésifs, etc.), le dosage de l'isomère gamma en devient très difficile et dans chaque cas une technique particulière doit être étudiée.

III. *Méthode chromatographique* (19, 20).

La méthode chromatographique est plus lente que la précédente, mais elle est meilleure et c'est la plus certaine. Son coefficient d'erreur est de l'ordre de 3 %.

Il semble que les meilleurs résultats soient obtenus par l'association de la méthode chromatographique avec la méthode polarographique.

IV. *Méthode cryoscopique* (16).

La température de solidification de l'isomère gamma parfaitement pur est de 113,0° C. Celle d'un mélange à 90 % en poids d'isomère gamma et de 10 % des autres isomères est de 107,2° C.

La variation de la température de solidification, de 100 à 90 % de pureté peut être considérée comme pratiquement linéaire. Il en résulte que l'on peut déduire la proportion d'isomère gamma de la température de solidification de l'échantillon à analyser.

Lorsqu'on a affaire à un mélange d'isomère gamma et de matières inertes, il est nécessaire de séparer ces dernières par extraction au Soxhlet avant de déterminer le point de solidification de la matière organique.

V. *Méthode par solubilités*.

Elle a fait l'objet de recherches de la part de M. WILLERMAIN (14) des Laboratoires de Recherches de la Société Solvay à Bruxelles.

Cette méthode est basée sur les solubilités des divers constituants isomériques de l'hexachlorure de benzène et consiste essentiellement en un perfectionnement et une généralisation d'une méthode décrite par THORPE (15).

Nous n'entrerons pas dans les détails de la méthode qui peuvent être retrouvés dans la publication originale. Elle a l'avantage de ne pas nécessiter d'appareillage coûteux et en voici le principe : des échantillons du produit à examiner sont traités par l'alcool méthylique de façon à obtenir deux solutions saturées contenant l'une les deux isomères alpha + bêta et l'autre les trois isomères alpha + bêta + gamma. Après avoir déterminé les teneurs en produits dissous de ces solutions, les solubilités dans l'alcool méthylique permettent de calculer la teneur en isomères alpha + bêta et en isomère gamma.

Cette méthode ne convient malheureusement que pour des produits purs ou des mélanges d'hexachlorure de benzène et d'une charge minérale. Dans ce dernier cas, il faut préalablement procéder à

l'extraction au Soxhlet de l'hexachlorure et le doser dans le résidu sec.

Le coefficient d'erreur de cette méthode est de l'ordre de 2,2 %.

C. Les méthodes chimiques. (12).

Elles sont basées sur l'hydrolyse et la déchloruration du mélange à étudier. Les chlorures sont ensuite déterminés par la méthode de VOLHARD ou par une méthode électrométrique.

1. Méthode de VOLHARD.

L'hexachlorure de benzène est facilement hydrolysé et déchloruré par un alcali dilué tel que la soude caustique, suivant l'équation



Cette réaction forme la base de la méthode chimique d'analyse. La solution contenant l'hexachlorure de benzène est traitée avec un excès de soude caustique et l'augmentation du taux des chlorures libres contenus dans la solution est déterminée par la méthode de VOLHARD.

Réactifs nécessaires :

1. Soude caustique en solution à peu près normale :
Dissoudre 40 g d'hydroxyde sodique pro analysi dans 1000 ml d'eau distillée.
2. Acide nitrique concentré :
Porter de l'acide nitrique pur à ébullition jusqu'à décoloration complète, pour expulser les oxydes d'azote.
3. Solution décimale de nitrate d'argent :
Dissoudre 17 g de nitrate d'argent pur dans de l'eau distillée et compléter à 1000 ml.
4. Solution décimale standardisée de thiocyanate potassique :
Dissoudre 9,72 g de thiocyanate potassique dans de l'eau distillée et compléter à 1000 ml.
Standardiser cette solution par rapport au nitrate d'argent par la méthode de VOLHARD, en employant une solution décimale standardisée de chlorure sodique.
5. Solution 0,02 N standardisée de thiocyanate potassique :
Diluer à 1 pour 5 la solution décimale de thiocyanate potassique.
6. Solution 0,02 N de nitrate d'argent.
7. Solution 0,05 N de nitrate d'argent :
Diluer la solution décimale de nitrate d'argent comme requis.
8. Solution d'acétate plombique à 20 % :
Dissoudre 20 g d'acétate de plomb pro analysi dans 100 ml d'eau distillée.

9. Indicateur de VOLHARD :

Dissoudre 5 g d'alun ferrique ammoniacal dans 50 ml d'eau distillée, ajouter 50 ml d'acide nitrique concentré et faire bouillir pendant environ 10 minutes pour expulser les oxydes d'azote.

Technique :

Agiter convenablement l'échantillon de dip et pipetter immédiatement (a) 50 ml de dip dans un erlenmeyer de 350 ml. Y ajouter 5 ml de solution normale de soude caustique et porter à l'ébullition sous reflux pendant 30 minutes. Rincer le flacon et le condenseur avec une petite quantité d'eau distillée. Ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré et 5 ml de la solution à 20 % d'acétate de plomb. Chauffer presque à ébullition, filtrer à chaud et laver le résidu, privé de chlorures, avec de l'eau distillée chaude. Collecter le filtrat et l'eau de lavage dans un erlenmeyer ou un becker.. Garder cette solution chaude et y ajouter un excès connu de la solution 0,02 ou 0,05 N de nitrate d'argent (b). Porter doucement à ébullition pour chasser les oxydes d'azote et pour coaguler le précipité de chlorure d'argent. Refroidir légèrement la solution et ajouter approximativement 0.1 g de charbon activé, pour décolorer complètement (c).

Refroidir ensuite à la température ambiante et filtrer. Recueillir le filtrat clair dans une capsule en porcelaine blanche. Laver le résidu jusqu'à élimination totale du nitrate d'argent, avec de l'eau distillée acidifiée avec de l'acide nitrique. Au mélange du filtrat et des eaux de lavage (d), ajouter 3 ml de l'indicateur de VOLHARD et titrer l'excès de nitrate d'argent au moyen de la solution 0,02 N standardisée de thiocyanate potassique.

NOTES :

(a) Il est particulièrement important de prélever l'échantillon immédiatement après avoir agité, car l'hexachlorocyclohexane sédimente assez rapidement dans les suspensions.

(b) Pour les bains contenant une forte proportion de chlorures libres, il convient d'employer la solution 0,05 N de nitrate d'argent, dans le but de conserver le volume le plus faible possible.

(c) Si 0,1 g de charbon activé ne suffit pas pour décolorer la solution, cette quantité peut être doublée sans inconvénient. Le charbon doit être de bonne qualité et exempt de chlorures.

(d) Si nécessaire, la solution peut être concentrée avant le titrage, car le point de virage s'observe plus facilement dans un faible volume.

Faire un témoin sur l'échantillon de dip tel quel, pour déterminer la quantité de chlorures libres présents.

Procéder comme suit : agiter convenablement l'échantillon et pipetter immédiatement 50 ml de dip dans un erlenmeyer de 350 ml qui contient déjà 5 ml de solution normale de soude caustique et 10 ml d'acide nitrique concentré. Ajouter 5 ml de la solution à 20 % d'acétate de plomb, chauffer presque à ébullition, filtrer et laver avec de l'eau distillée chaude. Procéder ensuite comme ci-dessus.

La différence entre le total des chlorures obtenus par l'hydrolyse alcaline et les chlorures libres du témoin donne la quantité de chlorures obtenus par l'hydrolyse de l'hexachlorure de benzène.

La concentration en hexachlorure s'obtient en employant le facteur théorique suivant :

1 ml de la solution décimale de thiocyanate potassique équivaut à 0,009694 g d'hexachlorure de benzène.

La méthode d'analyse ci-dessus détermine tous les isomères d'hexachlorocyclohexane présents. Dans le but de déterminer la proportion d'isomère gamma, le résultat obtenu doit être multiplié par un coefficient variant avec le type de dip utilisé. C'est ainsi que pour les dips à base de « Gamatox » COOPER, ces facteurs sont les suivants :

Gamatox n° 1 : 0,19

Gamatox n° 2 : 0,10

Gamatox n° 3 : 0,27

Les résultats analytiques doivent être exprimés en grammes d'isomère gamma par 100 ml de dip.

Dans certains cas, cette méthode a dû être abandonnée du fait que certains dips forment des solutions colorées fortement en jaune, ce qui rend évidemment difficile sinon impossible la détermination exacte du point de virage.

C'est en partie pour cette raison que ces méthodes ont été partiellement substituées et ont ainsi donné naissance à certains procédés dont nous exposerons ci-dessous un exemple.

II. Méthode électrométrique.

Principes : a) De petites quantités d'hexachlorocyclohexane peuvent être entraînées par la vapeur et ainsi séparées des constituants non volatils du bain ;

b) L'hexachlorocyclohexane est hydrolysé et déchloruré par un alcali dilué suivant



Le bain contenant l'hexachlorure de benzène est distillé et le distillat recueilli est traité par la soude caustique. Le taux de chlorures dans la solution hydrolysée est alors déterminé et on en déduit le taux d'hexachlorure dans le bain.

Réactifs :

1. Solution de soude caustique approximativement 2 N :

Dissoudre 80 g d'hydroxyde sodique pro analysi dans 1000 ml d'eau distillée.

2. Solution de nitrate d'argent approximativement 0,02 N :

Dissoudre 3,4 g de nitrate d'argent pur dans de l'eau distillée

et compléter à 1000 ml. Cette solution est standardisée au moyen d'une solution 0,02 N de chlorure sodique.

3. Solution diluée d'acide nitrique : diluer 1 volume d'acide nitrique à 60 % avec 4 volumes d'eau distillée.
4. Solution acétique d'acétate de plomb :
Dissoudre 55 g d'acétate de plomb pro analysi en cristaux dans de l'eau distillée, ajouter 15 ml d'acide acétique glacial et compléter à 1000 ml.
5. Acétone :
Acétone distillée pure et exempte de chlorures.

Technique :

a) Distillation et déshydrochloruration : agiter énergiquement l'échantillon de dip et pipetter immédiatement 25 ml du bain dans une fiole à distillation à fond rond. Ajouter 25 ml d'eau distillée et 50 ml de la solution acétique d'acétate de plomb.

La pipette servant aux prélèvements de dip ne doit pas être trop effilée pour éviter des obturations possibles. Ajouter environ 10 ml de la solution 2 N de soude caustique dans le flacon collecteur et assembler l'appareil. Distiller lentement le contenu du ballon à fond rond jusqu'à ce qu'il n'y reste qu'environ 5 ml de liquide. Déconnecter le réfrigérant et introduire quelques gouttes d'une solution de phénolphtaléine dans le flacon collecteur, par le réfrigérant. Rincer le réfrigérant avec 25 ml d'acétone et recueillir dans le collecteur. Assembler le réfrigérant au collecteur et distiller doucement pendant 30 minutes.

Les quantités indiquées ci-dessus conviennent pour l'analyse de dips contenant environ 0,1 % d'hexachlorure. Pour des dips contenant 0,05 % d'hexachlorure, il faut employer 50 ml de bain et ne pas ajouter les 25 ml d'eau distillée.

b) Détermination des chlorures libérés : les chlorures libérés sont déterminés par titrage électrométrique, au moyen de la solution standard de nitrate d'argent.

Méthode de titrage électrométrique :

Rincer le réfrigérant avec de l'eau distillée, détacher le flacon collecteur et refroidir la solution avec l'acide nitrique dilué et en ajouter 8 ml en excès. Transférer le contenu de la fiole dans un becker de 400 ml et porter le volume à 200 ml de l'eau distillée. Ceci donne une solution d'acide nitrique environ décimale.

Cette solution est alors titrée au moyen de la solution 0,02 N de nitrate d'argent, suivant une méthode électrométrique (13).

Le témoin se réalise de la façon suivante :

Dans un becker de 400 ml contenant environ 100 ml d'eau distillée, ajouter 10 ml de soude caustique 2 N et quelques gouttes de l'indi-

cateur à la phénolphtaléine. Neutraliser avec l'acide nitrique dilué et en ajouter 8 ml en excès. Porter le volume de la solution à 200 ml avec de l'eau distillée et titrer les chlorures électrométriquement.

La quantité d'hexachlorocyclohexane dans le distillat se déduit de la différence entre les deux titrages suivant la relation ci-dessous :

1 ml de la solution 0,02 N de nitrate d'argent équivaut à 0,00194 g d'hexachlorocyclohexane.

Le taux d'isomère gamma dans le bain s'obtient en multipliant la valeur trouvée par un coefficient qui varie avec le type de dip utilisé, suivant la teneur relative en isomère gamma par rapport à l'hexachlorure total.

Cette méthode convient pour la détermination de l'hexachlorocyclohexane dans tout échantillon de bain contenant seulement ce produit.

Réactifs :

1. Solution alcoolique de potasse caustique :
Dissoudre 10 g d'hydroxyde potassique pur dans 100 ml d'eau et 200 ml d'alcool méthylique industriel.
2. Acide nitrique dilué :
Diluer 1 volume d'acide nitrique concentré avec 4 volumes d'eau distillée.
3. Solution standard de nitrate d'argent :
Solutions aqueuses 0,1 N et 0,01 N de nitrate d'argent pro analysi.
4. Ether pro analysi.
5. Acétone pro analysi.
6. Ammoniaque.
7. Peroxyde sodique pur ($\text{Na}_2 \text{O}_2$).

Technique :

Mélanger convenablement l'échantillon. (Les échantillons de bains déjà employés contenant des particules d'hexachlorure de benzène sont d'habitude facilement mélangeables. Les particules de substance se trouvant dans des bains non encore employés acquièrent fréquemment par le repos une consistance argileuse et exigent alors un traitement spécial pour les redisperser de façon satisfaisante. Si on n'obtient pas une fine suspension homogène en agitant l'échantillon, le laisser reposer jusqu'à sédimentation des particules grossières et décanter ensuite la plus grande partie du liquide surnageant dans un becker. Transvaser le résidu de l'échantillon dans un petit mortier en verre en rinçant le flacon avec le liquide du becker. Broyer le résidu solide au mortier jusqu'à obtention d'une suspension homogène. Mélanger cette suspension au liquide du becker. Transvaser plusieurs fois une partie du contenu du becker dans le mortier et vice versa. L'échantillon est alors prêt pour l'analyse).

Après avoir bien homogénéisé l'échantillon par agitation, dans le

flacon original ou dans un becker, transvaser rapidement 10 à 15 ml dans une éprouvette graduée de 50 ml. Remélanger l'échantillon et ajouter de nouveau 10 à 15 ml dans l'éprouvette et ainsi de suite jusqu'à obtenir 50 ml. Transvaser le contenu de l'éprouvette dans un tube de centrifuge. Equilibrer soigneusement avec un autre tube rempli d'eau et centrifuger à 3000 tours/min pendant 15 minutes. Verser le liquide surnageant dans une boule à décanter. Ajouter environ 20 ml d'eau à chaque tube et après les avoir bien agités et équilibrés à nouveau, centrifuger une seconde fois jusqu'à complète sédimentation de la phase solide. Ajouter les eaux de lavage dans la boule à décanter. Extraire à l'éther après avoir éventuellement acidifié à l'acide nitrique. Employer 1 à 3 portions de 50 ml d'éther, suivant le type de dip. Mélanger les extraits étherés et rincer avec 10 ml d'eau. Rejeter l'eau de lavage. Transvaser l'éther dans un erlenmeyer de 250 ml. Rincer la boule avec deux portions de 10 ml d'éther et l'ajouter dans l'erlenmeyer. Eliminer l'éther en distillant au bain-marie. Extraire le sédiment du tube à centrifugation avec plusieurs petites quantités d'acétone et les ajouter, après filtration sur ouate, dans l'erlenmeyer contenant l'extrait étheré. Ajouter 20 ml de la solution alcoolique de potasse caustique et porter à douce ébullition sous reflux pendant 15 minutes. Refroidir, acidifier à l'acide nitrique et alcaliniser avec de l'ammoniaque. Eliminer la masse d'acétone et d'alcool par distillation et réduire ensuite le volume jusqu'à environ 4 ml en chauffant sans réfrigérant.

Filtrer sur papier n° 1 et laver le flacon et le filtre avec de l'eau distillée chaude. Collecter le filtrat dans un becker de 250 ml et diluer jusqu'à 100 ml environ. Refroidir, ajouter 0,5 g de peroxyde sodique pur et faire bouillir doucement pendant 15 minutes.

Refroidir, neutraliser à l'acide nitrique et en ajouter un excès pour obtenir un titre approximatif de 0,1 N.

Titre électrométriquement (13).

Si le bain est supposé contenir plus de 0,08 % d'hexachlorure de benzène, titrer avec la solution 0,1 N de nitrate d'argent. Si l'échantillon contient moins de 0,08 % d'hexachlorure, employer la solution 0,01 N.

Faire un témoin en utilisant tous les réactifs et opérer par soustraction sur la quantité de nitrate d'argent employée dans l'épreuve.

1 ml de la solution 0,1 N de nitrate d'argent équivaut à 0,00969 g d'hexachlorocyclohexane.

1 ml de la solution 0,01 N de nitrate d'argent équivaut à 0,000969 g d'hexachlorocyclohexane.

D. Méthode pratique pour le contrôle des bains au « Cyclotox » Solvay (22).

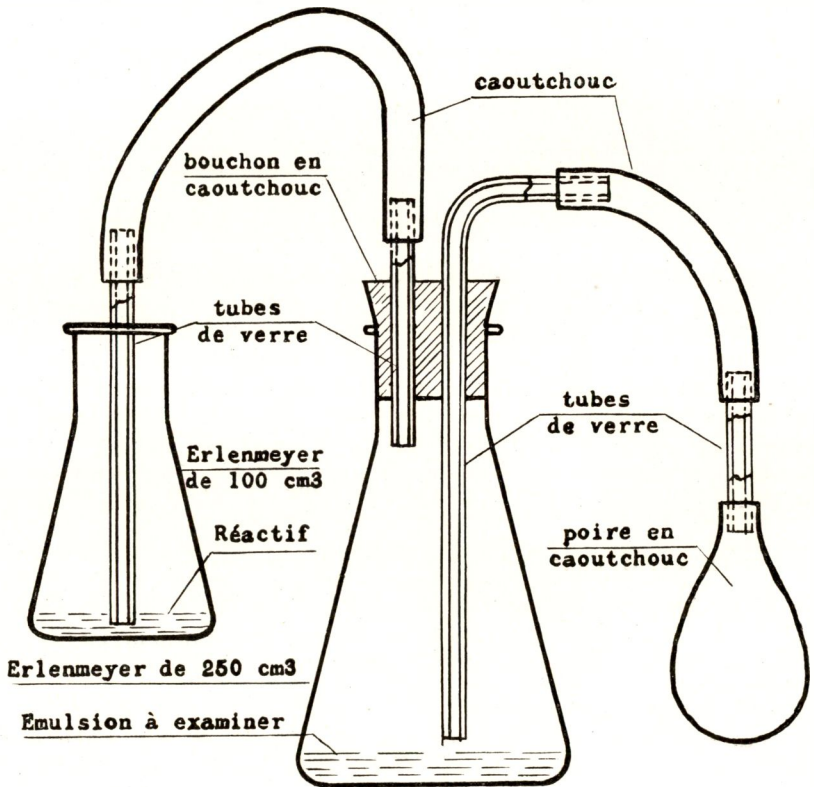
Comme il n'existe actuellement aucune méthode chimique de dosage de l'isomère gamma applicable dans les conditions courantes de la pratique, les Laboratoires SOLVAY & C^{ie} et la Société SELCHIM

ont mis au point une méthode de dosage colorimétrique destinée à établir le moment où une addition de « Cyclotox » est nécessaire au maintien de l'efficacité du bain de dipping.

L'appareillage nécessaire est très réduit et permet, avec un peu d'habitude, de déterminer la quantité de « Cyclotox » à ajouter au bain pour rétablir la concentration nécessaire.

Schéma de l'appareil.

**Appareil pour le "dosage" colorimétrique du
CYCLOTOX
dans ses émulsions aqueuses**



Matériel nécessaire.

- 1 erlenmeyer de 250 ml avec bouchon de caoutchouc à 2 trous ;
- 1 erlenmeyer de 100 ml ;
- 2 éprouvettes cylindriques graduées, de 10 ml ;
- 1 éprouvette cylindrique graduée, de 100 ml ;
- 1 poire en caoutchouc ;
- 1 pipette de 10 ml ;
- tube en verre ;
- tube en caoutchouc.

Technique.

Prélever à la pipette 10 ml du liquide du bain à analyser, préalablement bien homogénéisé et les introduire dans l'erlenmeyer de 250 ml. Reboucher l'erlenmeyer. Dans l'erlenmeyer de 100 ml, verser 5 ml du réactif composé d'un mélange de 95 ml d'acide sulfurique concentré et de 5 ml de formol commercial à 40 %. A l'aide de la poire en caoutchouc, faire passer 5 fois un courant d'air *au-dessus* de l'émulsion et faire plonger en même temps le tube de dégagement dans le réactif. Retirer le tube de dégagement après chaque barbotage, pour éviter que le réactif ne soit aspiré dans l'émulsion.

Aussi longtemps que le bain est suffisamment riche en « Cyclotox », on obtient en moins d'une minute une coloration brun acajou très nette dans l'erlenmeyer contenant le réactif.

Lorsque la coloration devient moins nette, il faut ajouter du « Cyclotox » jusqu'au moment où elle redevient normale.

Il est utile d'effectuer un dosage aussitôt après la préparation du premier bain, de façon à obtenir une coloration de référence qui servira de base de comparaison pour les autres essais.

* * *

Nous adressons nos sincères remerciements à tous ceux qui ont bien voulu nous aider dans notre tâche et nous fournir des renseignements au sujet de ces méthodes d'analyse et plus particulièrement les Laboratoires SOLVAY & C^{ie} ; la firme SELCHIM S. A. ; le Bureau Technique COOPER ; le Directeur des Services Vétérinaires de l'Est Africain Anglais ainsi que notre collègue le D^r S. G. WILSON, des mêmes Services.

Nous remercions enfin Monsieur le Conseiller Vétérinaire du Gouvernement Général du Congo belge à Léopoldville, qui nous a autorisés à publier cette étude.

BIBLIOGRAPHIE

- 1° DUPIRE A. et RAUCOURT M. — *C. R. Acad. Agric.* 1943, 29 : 470.
- 2° SHERMAN H. et NORTON L. B. — *J. Econ. Ent.* 1948, 41 : 288.
- 3° LANG E. P. — *J. Pharmacol. Exp. Therap.* 1948, 93 : 277.
- 4° BOVINGDON H. H. S. (1950). — *VIIIth Internat. Congress Entomology*, Stockholm, August 1948.
- 5° HOSKINS W. M. et MESSENGER P. S. — *Advances in Chemistry*, Series n° 1 (1950) : 93-98.
- 6° PIELOU D. P. — *Science*, 1950, 112 : 406.
- 7° THOMPSON H. W. — *Analyst*, 1945, 70 : 448.
- 8° WHIFFEN W. H. et THOMPSON H. W. — *J. Chem. Soc.* 1948 : 1420.

- 9° MORRISON L. W. — *J. Soc. Chem. Ind.* 1949, 68 : 192.
10° U. S. NAVAL RESEARCH LAB., *Chemistry Div.* (1947) : Report n° P-3033.
11° BOWEN C. V. — *J. Ass. Off. Agric. Chem.* 1950, 33 : 774.
12° LA CLAIR T. B. — *Anal. Chem.* 1948, 20 : 241.
13° CALLAN et HERRABIN. — *J. Soc. Chem. Ind.* 1928, 47 : 329.
14° WILLERMAIN M. — *Anal. Chim. Acta*, 1949, 3 : 206-221.
15° THORPE. — *J. Soc. Chem. Ind.* 1946, 65 : 414-419.
16° BOWEN C. V. et POGORDSKIN M. A. — *Anal. Chem.* 1948, 20 : 346.
17° INGRAM G. B. et SOUTHERN H. M. — *Nature*, 1948, 161 : 437.
18° GERRIT DRAGT. — *Anal. Chem.* 1948, 20 : 737-740.
19° AEPLI O. T. et al. — *Anal. Chem.* 1948, 20 : 610.
20° HARRIS T. H. — *J. Ass. Off. Agric. Chem.* 1949, 32 : 684.
21° SOLVAY et Cie. — *Rapport RMT/FV* du 25-11-1950.
22° SELCHIM s. a. : tract.
23° PRAT J. L. : *anal. in Bull. Agric. Congo Belge*, 1951, 42 : 189.
24° COOPER TECHNICAL BUREAU : method n° F. 1/6/48.

SAMENVATTING

De Doseringsmethode van het Gamma-Isomeer van H. C. H.

Het Gamma-isomeer van H. C. H. bezit zeer nuttige insectendodende hoedanigheden. Om het te doseren bestaan vier methoden : de biologische, de fysische, de scheikundige en de praktische methode voor de controle der parasiticide baden met Cyclotox Solvay.

Deze verschillende methoden worden beschreven. Enkele zijn ingewikkeld en niet vrij van zware fouten in de uitslagen. De moeilijkheden van iedere methode worden uiteengezet.

Schrijver behandelt de scheikundige methode van VOLHARD ter bepaling van het gehalte aan Gamma-isomeer van hexachlorocyclohexane in de monsters uit dipping's met Gammatox Cooper. Ook de electrometrische methode wordt beschreven.

Deze methoden echter kunnen alleen in het laboratorium uitgevoerd worden. Daar er geen scheikundige methode voor de dosering van dit Gamma-isomeer bestond, die in de gewone praktijk toepasselijk is, hebben de Solvay-laboratoria en Selchim een colorimetrische methode op punt gezet, waardoor het ogenblik kan bepaald worden waarop Cyclotox aan de dipping-oplossing moet toegevoegd worden om de doeltreffendheid ervan in stand te houden. De modus operandi van deze praktische methode wordt gegeven, alsook een schema voor de opstelling van de nodige toestellen.