Microanalyse élémentaire organique simplifiée

Autor(en): **Dubsky, J.V.**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Archives des sciences physiques et naturelles**

Band (Jahr): **41 (1916)**

PDF erstellt am: **26.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-742642

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.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

endroits (surface anodique, bulles d'ozone, gouttes de solution de permanganate) où l'oxydant est en contact avec le carbamate, et bien que la masse principale de la solution se trouve à la température voisine de 0° qui est indispensable pour maintenir sa concentration.

E. Briner (Genève). — *Recherches sur l'eau régale.*

Malgré l'emploi courant que l'on en fait depuis longtemps, l'eau régale a été fort peu étudiée au point de vue des réactions dont elle est le siège. La réversibilité de ces réactions, qui n'apparaît que vaguement dans les travaux antérieurs, a été établie par plusieurs séries d'essais. Lorsqu'on fait réagir l'un sur l'autre, en tubes fermés et à des concentrations suffisantes, les acides nitrique et chlorhydrique, il se forme une deuxième phase liquide, qui est en équilibre avec la phase aqueuse, et qui renferme surtout NOCl et Cl_2. Le système à trois phases ainsi obtenu est monovariant, et présente à 0° et 21° les tensions 2,85 et 5,2 atm. Conformément à la théorie, la réaction

$$3HCl, aq. + HNO_3, aq. = NOCl + Cl_2 + H_2O \ ,$$

qui est favorisée par l'élévation de la température, est endothermique, et l'est d'autant plus que les acides sont plus dilués.

L'auteur poursuit des recherches analogues sur d'autres systèmes à trois phases, formés à partir de l'eau et de liquides ou gaz liquéfiés (SO_2Cl_2, $SOCl_2$, NOCl, etc.) réagissant fortement sur elle.

J. V. Dubsky (Zurich). — *Microanalyse élémentaire organique simplifiée.*

La microanalyse des substances organiques selon la méthode de Pregl exige une certaine virtuosité que l'on ne peut acquérir que par une longue pratique. L'auteur a réussi à la simplifier de telle sorte qu'elle est devenue facilement exécutable par quiconque sait effectuer une combustion ordinaire. Cette méthode mérite dès lors d'être introduite dans les programmes universitaires.

1. *Dosage microgazométrique de l'azote* (Micro-Dumas). Le tube à combustion, ouvert à ses deux extrémités, a une longueur de 43 cm. et un diamètre extérieur de 10 mm. On y introduit une spirale de cuivre (longueur 6 cm.), une couche d'oxyde de cuivre (15 cm.) maintenue par deux petites spirales, la nacelle, et enfin une spirale de cuivre oxydé de 6 cm. Le tube est placé sur une éclisse en tôle munie d'un pied. La substance (2-10 mgr.) est pesée sur une microbalance. Pour préparer l'acide carbonique, on se sert d'un petit tube à bicarbonate (longueur 8 cm., diamètre

10-15 mm.) et d'un flacon laveur de dimensions très réduites. De bons tuyaux de caoutchouc relient le tube à combustion, d'un côté au petit flacon laveur, de l'autre au micro-azotomètre.

On chauffe le tube à bicarbonate au moyen d'un petit brûleur Bunsen; l'air est chassé en 8-10 minutes. On porte au rouge vif la couche d'oxyde de cuivre en approchant progressivement les flammes de la nacelle, ce qui dure 5 minutes; 5 autres minutes suffisent pour brûler la substance, et un temps également très court pour chasser l'azote du tube au moyen d'un courant plus accéléré d'acide carbonique. L'opération totale ne prend guère plus de 25-30 minutes. L'équilibre s'établit dans l'azotomètre en 15-20 minutes. La lecture du volume d'azote comporte une correction de 2 %, soit 1,5 % pour le mouillage des parois et 0,5 % pour la tension de vapeurs de la solution de potasse.

2. *Dosage du carbone et de l'hydrogène.* Le tube à combustion a les mêmes dimensions, mais il est étiré à l'une de ses extrémités, sur une longueur de 40 mm., jusqu'au diamètre extérieur de 4 mm. Derrière ce rétrécissement viennent se placer successivement une spirale d'argent (longueur 4 cm.), de l'oxyde de cuivre (15 cm.) maintenu par un peu d'amiante, et enfin la nacelle en platine contenant la substance; une spirale en cuivre oxydé est inutile. Le tube à combustion est relié, d'un côté aux appareils d'absorption, de l'autre à l'appareil de dessiccation de l'air ou de l'oxygène, par des tuyaux de caoutchouc; mais il faut avoir soin que les tubes de verre soient en parfait contact.

Les appareils d'absorption sont de petits tubes de 7 mm. de diamètre, étirés à leurs deux extrémités. Le premier de ces tubes est rempli de chlorure de calcium, le second de chaux sodée. Un troisième tube, servant de contrôle, contient par moitiés les deux mêmes substances; son poids doit rester constant. Son extrémité est reliée à un petit flacon laveur à acide sulfurique, qui sert à apprécier la vitesse du courant gazeux.

Après calcination et refroidissement dans un courant d'air, le tube à combustion est chargé et relié aux appareils d'absorption. En 5 minutes la couche d'oxyde de cuivre est chauffée au rouge vif, en 5 à 10 minutes la substance est complètement brûlée, et après une quinzaine de minutes les gaz de combustion sont complètement chassés par le courant d'air sec. 15 minutes après, on peut procéder à la pesée des tubes d'absorption. La combustion dure de 25 à 30 minutes.

J. Amann (Lausanne). — *Observations relatives à la réaction d'Abderhalden.*

1. Expériences faites en vue de trouver un succédané du toluène : des essais ont été faits avec le chloroforme et le thymol, mais