Zeitschrift: Archives des sciences physiques et naturelles
Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève
Band: 19 (1937)

Artikel: Sur le microdosage du cobalt au moyen de l'acide anthranilique II.
Autor: Wenger, P. / Cimerman, Ch. / Corbaz, A.
DOI: https://doi.org/10.5169/seals-741877

Nutzungsbedingungen
Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation
L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use
The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 11.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

valeur représente un minimum de même que par conséquent le rendement d'oxydation.

Lorsque les rendements d'oxydation dépassent 100, on est certain que de l'oxygène a été entraîné par l'ozone dans l'oxydation. En fait, l'action catalytique intervient dès que RO dépasse 33%, car l'oxydation directe de l'ozone s'accomplit à raison d'un atome d'oxygène fixé par molécule d'ozone.

En comparant l'ozonation des trois octanes isomères étudiés, on remarque que l'un des iso-octanes, le triméthylpentane-2, 2, 4 donne des rendements d'oxydation beaucoup plus faibles. Or, il est bien connu que cet iso-octane se distingue par sa forte résistance à la combustion détonante, ce qui l'a fait choisir comme étalon dans l'appréciation de la valeur anti-détonante d'un carburant (indice d'octane). Ainsi ce comportement spécial de cet iso-octane se manifeste d'une manière particulièrement accusée lors de son ozonation, qui ne donne pas lieu à des explosions, comme cela a été le cas pour les autres hydrocarbures étudiés.

Laboratoire de chimie théorique, technique et d'électrochimie de l'Université de Genève.

P. Wenger, Ch. Cimerman et A. Corbaz. — *Sur le microdosage du cobalt au moyen de l'acide anthranilique*, II [1].

I. *Technique de Pregl.*
II. *Technique d'Emich.*

Dans notre première note [1] nous avons donné une microméthode gravimétrique pour le dosage du cobalt au moyen de la technique du filtre-becher de E. Schwarz-Bergkampf [2].

Nous avons poursuivi l'étude de ce dosage au moyen de deux autres techniques: celle de Pregl (Filterröhrchen) et celle d'Emich (Filterstäbchen) et établi les modes opératoires suivants.

[1] Première note: Compte rendu des séances de la Société de Physique et d'Histoire naturelle de Genève, vol. *54*, p. 96 (1937).
[2] E. Schwarz-Bergkampf, Zeitschrift anal. Chemie, *69*, 321 (1926).

I. Technique de Pregl [1].

On introduit dans une éprouvette de verre d'Iéna (dimensions: hauteur = 10-15 cm; diamètre 37 mm [2]), 5 cm³ de solution neutre ou très légèrement acide, à l'exclusion cependant de l'acide acétique et contenant 2 à 6 mgr de cation cobalt^{++}. On chauffe l'éprouvette jusqu'à ébullition de la solution, le fond de l'éprouvette placé à environ 5 mm au-dessus d'une toile métallique, afin d'éviter une surchauffe. A ce moment, on enlève l'éprouvette et la place sur un support; on ajoute, goutte à goutte, le réactif [3] en excès (115 à 200%, ce qui correspond à 0,5-0,69 cm³ de réactif à 2% pour chaque mgr de cobalt^{++}) [4]. On agite, on replace l'éprouvette au-dessus de la toile et on chauffe jusqu'à commencement d'ébullition en remuant de temps en temps. On laisse reposer 15 minutes en refroidissant pendant les cinq dernières minutes dans de l'eau froide. On filtre sur tube filtrant de Schott (Iéna) G. 3 ou G. 4 en aspirant doucement à la trompe. On lave une fois avec 1-2 cm³ d'une solution d'anthranilate de sodium à 0,2%, puis dix fois avec de l'alcool en employant chaque fois 1 cm³. Pour enlever le précipité adhérent aux parois de l'éprouvette, on se sert d'une plume de bécasse collée à l'extrémité d'un tube capillaire [5]. Lorsque tout le précipité est sur le filtre, le siphon est enlevé, le précipité est lavé deux fois avec de l'alcool. On emploie en tout pour le lavage 12cm³ d'alcool. Le tube filtrant est essuyé extérieurement puis relié à une trompe, en adaptant à son embouchure un petit tube contenant de l'ouate et on le

[1] F. Pregl, *Die quantitative organische Mikroanalyse*, S. 136, 3. Auflage. Verlag J. Springer, Berlin, 1930.

[2] Dans le travail Ch. Cimerman et P. Wenger, *Sur le microdosage du Zinc au moyen de l'acide anthranilique*, C. R. des séances de la Société de Physique et d'Histoire naturelle de Genève, vol. *52*, p. 94 (1935) et Mikrochemie, Bd. XVIII, 54 (1935), il s'est glissé une erreur d'impression: pour le diamètre de l'éprouvette, lire 37 mm au lieu de 17 mm.

[3] Préparation du réactif, voir première note.

[4] Le volume total de la solution peut également être de 10 cm³, mais dans ces conditions il faut augmenter l'excès de réactif jusqu'à 300%.

[5] F. Pregl, *loc. cit.*, p. 158.

place dans un bloc pour dessication. *(Regenerierungsblock)* [1]. On sèche à 125° (température à l'intérieur du tube) en aspirant doucement avec la trompe, pendant 10 minutes, la partie avec le précipité et, pendant 5 minutes, la tige du tube. La dessication terminée on enlève le tube contenant l'ouate, on essuie le tube filtrant avec une flanelle humide et deux peaux de chamois, on laisse reposer 15 minutes sur un support à côté de la balance, 5 minutes sur les crochets de la balance et on pèse à la 20me minute.

II. Technique d'Emich [2].

2 cm³ de solution neutre ou très légèrement acide, à l'exclusion de l'acide acétique, contenant 1 à 4 mgr de cation cobalt^{++}, sont introduits dans un micro-becher de verre d'Iéna (dimensions: hauteur = 55 mm, diamètre = 18 mm). On chauffe jusqu'à ébullition sur un bloc de cuivre [3] maintenu à 170°; la solution de réactif à 2% est ajoutée goutte à goutte en excès (115%, c'est-à-dire 0,5 cm³ pour chaque mgr de cobalt^{++}). On agite, on chauffe de nouveau jusqu'à commencement d'ébullition, on laisse reposer 15 minutes, en refroidissant le micro-becher pendant les dernières 5 minutes dans l'eau froide. On filtre au moyen de la baguette filtrante en porcelaine [4] en aspirant doucement avec la trompe; le précipité est lavé deux fois avec 1 cm³ d'une solution d'anthranilate de sodium à 0,2% et deux fois avec l'alcool en employant chaque fois 1 cm³. On sèche le becher avec la baguette dans l'étuve de Benedetti-Pichler [5], pendant 30 minutes à 125° (température à l'intérieur du tube) en aspirant doucement avec la trompe. Après refroidissement de 15 minutes dans le tube, en dehors de l'étuve, on essuie le becher avec une flanelle humide et deux peaux de chamois, on laisse reposer pendant 15 minutes sur un bloc de

[1] F. Pregl, *loc. cit.*, p. 76.
[2] F. Emich, *Lehrbuch der Mikrochemie*, 2me éd., 84 (1926).
[3] F. Pregl, *loc. cit.*, p. 74.
[4] F. Emich, *Mikrochemisches Praktikum*, 65 (1931).
[5] A. A. Benedetti-Pichler, *Mikrochemie Pregl-Festschrift*, 6 (1929); F. Emich, *Mikrochemisches Praktikum*, 66 (1931).

nickel à côté de la balance, 5 minutes sur un bloc à l'intérieur de la balance, 5 minutes sur le plateau de la balance; on pèse à la 25me minute.

Voici, à titre de renseignements, quelques résultats tirés de nombreuses analyses faites au moyen des deux techniques décrites:

I. *Technique de Pregl.*

Essais N°	Cm³ de solution titrée de cobalt	Volume total en cm³	Quantité de cobalt théorique en mgr	Excès de réactif à 2 %	Poids du précipité obtenu en mgr	Quantité de cobalt trouvé en mgr	Différence en mgr
1	1	5	2,022	115%	11,37	2,024	+ 0,002
2	3	5	6,066	200%	34,02	6,057	— 0,009
3	1	10	2,022	280%	11,35	2,021	— 0,001
4	3	10	6,066	300%	33,96	6,046	— 0,020
II. *Technique d'Emich.*							
5	0,5	2	1,011	115%	5,68	1,011	—
6	1	2	2,022	115%	11,34	2,019	— 0,003
7	2	2	4,044	115%	22,70	4,042	— 0,002

Comme l'indique ce tableau, les résultats sont précis et ne s'écartent de la théorie que de ± 0,33% (maximum de l'erreur relative).

Des trois techniques, c'est celle de Schwarz-Bergkampf qui nous semble la plus facile et par contre celle de Pregl la plus difficile. Nous recommandons surtout la technique de Schwarz-Bergkampf là où il s'agit de doser des quantités de Co^{++} comprises entre 0,1 et 4 mgr; celle d'Emich entre 1 et 4 mgr et celle de Pregl au-dessus de 4 mgr puisqu'elle permet de travailler avec des volumes plus grands que les deux autres techniques. Malgré les résultats moins précis avec la technique de Pregl, en valeur absolue, l'erreur relative est toujours dans les mêmes limites, compte tenu des quantités de cobalt plus fortes et de son facteur favorable (0,17803).

Laboratoire d'Analyse microchimique
de l'Université de Genève.