Zeitschrift: Archives des sciences physiques et naturelles
Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève
Band: 17 (1935)

Artikel: Sur le micro-dosage du zinc au moyen de l'acide anthranilique
Autor: Cimermann, Ch. / Wenger, P.
DOI: https://doi.org/10.5169/seals-741595

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: 12.07.2025

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

Ch. Cimerman et P. Wenger. — *Sur le micro-dosage du zinc au moyen de l'acide anthranilique.*

L'acide anthranilique donne avec le cation zinc, en milieu neutre ou faiblement acétique, un précipité blanc cristallin dont la formule est $Zn\ (C_7H_6O_2N)_2$. H. Funk et M. Ditt [1] ont montré que la précipitation est quantitative et ils ont établi une macro-méthode de dosage de cet élément.

Après une étude des différents facteurs qui jouent un rôle dans ce dosage, soit:

1° La quantité de zinc;
2° Le volume;
3° Le pH;
4° La concentration et la quantité de réactif;
5° Le liquide de lavage;
6° La température et la durée de séchage,

nous avons établi une microméthode gravimétrique rapide et précise, en employant deux techniques microchimiques:

1° Celle de Pregl au moyen de tube filtrant (Filterröhrchen) [2];
2° Celle d'Emich au moyen de baguette microfiltrante (Filterstäbchen) [3].

Préparation du réactif.

On dissout l'acide anthranilique pur, *pro analysi*, dans la soude caustique $\frac{N}{1}$ sans excès. (Pour 1 gr d'acide anthranilique on emploie à peu près 7 cm³ de soude caustique $\frac{N}{1}$). Après avoir dilué avec de l'eau distillée, on filtre, et on ramène au moyen de l'acide acétique dilué le pH à 5,5 — 6,5. On complète le volume avec de l'eau distillée pour avoir une solution à 1%.

[1] H. Funk et M. Ditt, Z. Anal. Ch., 91, 332 (1933).
[2] F. Pregl, *Die Quantitative organische Mikroanalyse*, 3me édit., 1930, p. 136.
[3] Emich, F., *Lehrbuch der Mikrochemie*, 2me édit., 1926, p. 84.

Le pH du réactif est vérifié sur une partie aliquote au moyen de l'indicateur universel de Merck. Le réactif qui doit être presque incolore est conservé dans un flacon de verre opaque à l'abri de la lumière.

I. *Mode opératoire avec la technique de Pregl.*

A une solution de 5 cm³, neutre ou légèrement acétique (pH 5,5-7) [1] contenant 1-3 mgr de cation zinc, on ajoute goutte à goutte, une solution fraîchement préparée d'anthranilate de sodium à 1%, en employant un excès de 0,33 cm³. Cette opération s'effectue dans une éprouvette de verre Iéna dont les dimensions sont les suivantes: hauteur 10 cm, diamètre 17 mm. On agite et on laisse déposer 15 minutes. On filtre au moyen du tube filtrant de Schott (Iéna) N 154 G 1 garni d'amiante [2], en aspirant doucement avec la trompe. On lave une fois avec 1-2 cm³ d'une solution d'anthranilate de sodium à 0,1% et ensuite 5-6 fois avec l'alcool, en employant chaque fois 1 cm³. Pour enlever le précipité adhérent aux parois du tube, on se sert d'une plume de bécasse collée à l'extrémité d'un tube capillaire [3]. Lorsque tout le précipité est sur le filtre, on enlève le siphon, on lave encore le précipité 4-5 fois avec l'alcool. On emploie en tout pour le lavage 10 cm³ d'alcool. On essuie extérieurement le tube filtrant, puis on le relie à une trompe, on adapte à son embouchure un petit tube contenant de l'ouate et on le place dans le bloc pour dessiccation (Regenerierungsblock) [4]. On sèche à 110°-115° pendant 10 minutes la partie avec le précipité et pendant 5 minutes la tige du tube en aspirant doucement avec la trompe. La dessication terminée, on enlève le tube contenant l'ouate, on essuie le tube filtrant avec une flanelle humide et deux peaux de chamois, comme d'habitude, on laisse déposer 15 minutes sur un sup-

[1] D'après H. Gotô, J. Chem. Soc. Japan, 55, 1156 (1934); cf. Ch. Abstracts, 29, 1029 (1935), on obtient une précipitation complète du zinc à partir du pH 4,72.

[2] F. Pregl, loc. cit., p. 140.

[3] F. Pregl, loc. cit., p. 158.

[4] F. Pregl, loc. cit., p. 76.

port à côté de la balance, 5 minutes sur les crochets de la balance et on pèse à la 20me minute.

II. *Mode opératoire avec la technique d'Emich.*

La solution de 2 cm³, neutre ou légèrement acétique (pH 5,5-7) contenant 1-3 mgr de cation zinc est introduite dans un micro-becher de verre d'Iéna dont les dimensions sont: hauteur 55 mm, diamètre 18 mm. On ajoute goutte à goutte, une solution fraîchement préparée d'anthranilate de sodium à 1%, en employant un excès de 0,3 cm³, on agite et on laisse déposer 15 minutes. On filtre, au moyen de la baguette micro-filtrante en porcelaine [1] en aspirant doucement avec la trompe. On lave une fois avec 1-2 cm³ d'une solution d'anthranilate de sodium à 0,1% et cinq fois avec l'alcool, en employant chaque fois 1 cm³. On sèche le becher avec la baguette dans l'étuve de Benedetti-Pichler [2] à 110°-115° pendant 15 minutes. Après refroidissement, on essuie le becher avec une flanelle humide et deux peaux de chamois, on laisse reposer sur un bloc de nickel pendant 15 minutes à côté de la balance, 5 minutes sur le plateau de la balance et on pèse à la 20me minute.

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

I. *Technique de Pregl.*

Essai n°	Cm³ de solution titrée de zinc	Quantité de zinc théorique en mgr	Poids du précipité obtenu en mgr	Quantité de zinc trouvé en mgr	Différence en mgr
1	0,5	1,009	5,224	1,012	+ 0,003
2	0,5	1,009	5,218	1,011	+ 0,002
3	0,5	1,009	5.228	1,013	+ 0,004
4	1	2,018	10,435	2,021	+ 0,003
5	1	2,018	10,414	2,017	— 0,001
6	1	2,018	10,420	2,018	—
7	1,5	3,027	15,648	3,031	+ 0,004
8	1,5	3,027	15,642	3,030	+ 0,003
9	1,5	3,027	15,621	3,026	— 0,001

[1] F. Emich, *Mikrochemisches Praktikum*, 1931, p. 65.

[2] Benedetti-Pichler, *Mirkochemie Pregl-Festchrift*, 1929, p. 6. F. Emich, *Mikrochemisches Praktikum*, 1931, p. 66.

II. *Technique d'Emich.*

1	0,5	1,009	5,225	1,012	+ 0,003
2	0,5	1,009	5,220	1,011	+ 0,002
3	0,5	1,009	5,214	1,010	+ 0,001
4	1	2,018	10,410	2,016	— 0,002
5	1	2,018	10,419	2,018	—
6	1	2,018	10,424	2,019	+ 0,001
7	1,5	3,027	15,638	3,029	+ 0,002
8	1,5	3,027	15,646	3,031	+ 0,004
9	1,5	3,027	15,621	3,026	— 0,001

Comme l'indique ce tableau, les résultats sont très concordants et ne s'écartent de la théorie que de ± 0,3% au maximum (erreur relative).

Nous avons indiqué dans la description du mode opératoire, l'emploi d'un excès de réactif de 0,33 resp. 0,3 cm³. En effet, en travaillant avec un excès de réactif supérieur à ces chiffres et pouvant aller jusqu'au triple de la quantité de réactif nécessaire, on obtient des résultats trop forts de l'ordre de 1%. Pour fixer l'excès exact de réactif (0,33 resp. 0,3 cm³), il faut donc procéder à un essai préliminaire. On emploie par exemple une quantité de réactif double de celle qui donne la précipitation complète, et on procède à l'analyse comme ci-dessus. De la quantité de zinc trouvée on déduit 1% et on calcule alors la quantité exacte de réactif à employer pour l'essai définitif.

A titre de renseignements, nous donnons ci-dessous un exemple numérique:

Volume: 2 cm³.

Quantité de réactif ajoutée: 2 cm³.

Poids du précipité obtenu: 10,522 mgr.

Par multiplication du poids obtenu par le facteur 0,1937, on obtient la quantité de zinc: 10,522 mgr . 0,1937 = 2,038 mgr.

Quantité de zinc calculée — 1%: 2,038 mgr — 0,020 mgr = 2,018 mgr.

La quantité théorique d'anthranilate de sodium à 1% pour 1 mgr de zinc est de 0,46 cm³.

La quantité théorique pour 2,018 mgr = 0,46 cm³ . 2,018 = 0,93 cm³ en forçant la deuxième décimale. La quantité de

réactif à ajouter pour l'essai définitif sera: 0,93 cm^3 + 0,3 cm^3 = 1,23 cm^3.

Nettoyage des filtres.

Pour nettoyer les filtres, on dissout le précipité avec l'acide chlorhydrique, on lave avec l'eau et l'alcool, et on sèche comme pour l'analyse.

Les dosages pour l'établissement de cette méthode ont été faits avec une solution de sulfate de zinc ($Zn\,SO_4$, $7H_2O$) puriss. de Merck, dont le titre a été établi par la méthode classique au pyrophosphate de zinc [1].

Titre de la solution: 2,018 mgr-cm^3.

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

Séance du 6 juin 1935.

E. C. G. Stueckelberg. — *Remarque à propos des temps multiples dans la théorie d'interaction des charges entre elles.*

La formulation de la théorie des quanta d'après Dirac, Fock et Podolsky [2], introduit des temps propres à chaque particule. Pour deux particules, de coordonnées x_1, x_2, x_3, x_4 = ict et X_1, X_2, X_3, X_4 = icT, on doit résoudre les équations

$$\left\{ \frac{1}{i}\left(\gamma, \frac{\partial}{\partial x}\right) + \frac{\mu c}{h} - \frac{ze}{hc}(\gamma, a(x)) \right\} \psi = 0 , \qquad (1)$$

$$\left\{ \frac{1}{i}\left(\Gamma, \frac{\partial}{\partial x}\right) + \frac{\mu c}{h} - \frac{Ze}{hc}(\Gamma, a(X)) \right\} \psi = 0 , \qquad (2)$$

(a, b) signifie un produit scalaire dans l'espace de Minkowski; γ et Γ représentent les opérateurs de Dirac et $a(x)$ les opérateurs correspondant au potentiel [3].

[1] Treadwell, F. P., *Analyse quantitative*, 4me édit. franç., 1925, p. 134.

[2] P. A. M. Dirac, V. A. Fock and B. Podolsky, Sow. Phys., Bd. 2, p. 468, 1932.

[3] E. C. G. Stueckelberg, Ann. d. Phys. Bd. *21*, p. 367, 1934.