

# Contribution à l'analyse des carbolinéums «solubles»

Autor(en): **Deshusses, L.-A. / Corbaz, J.**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **17 (1935)**

PDF erstellt am: **29.06.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-741614>

## **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.

L.-A. Deshusses et J. Corbaz. — *Contribution à l'analyse des carbolinéums « solubles ».*

I. *La rétention de l'éther éthylique par les hydrocarbures, les phénols et les bases.*

La valeur d'un carbolinéum soluble dépend dans une certaine mesure de la nature des hydrocarbures, de la teneur en phénols et en bases des huiles qui le constituent. L'analyse comprend donc notamment la détermination de ces trois constituants<sup>1</sup> et le fractionnement des huiles neutres.

Dans le but de rechercher la cause d'écarts analytiques assez fréquents, nous avons précisé certains détails du mode opératoire qui se rattachent à la séparation des trois constituants huileux, soit à la détermination de l'échelle de distillation des hydrocarbures.

Au cours de l'analyse, on obtient les solutions éthérées des hydrocarbures, des bases et des phénols. Il s'agit d'éliminer l'éther afin de peser le résidu. Le chauffage au bain-marie sous pression ordinaire ne suffit pas pour chasser la totalité de l'éther et la distillation doit se poursuivre sur la toile métallique. Il s'agissait de déterminer pour chacun des constituants huileux la température à laquelle il faut arrêter la distillation pour que les chiffres analytiques soient aussi exacts que possible.

*Substances étudiées et technique opératoire.*

Les deux phases du mélange à étudier ont été constituées par l'éther d'une part, et d'autre part, par l'une des substances suivantes:  $\alpha$ -méthyl-naphtaline, naphtaline, phénol, p. crésol, quinoléine, collidine sym. et par trois carbolinéums bruts de type très différent, dont l'analyse est indiquée ci-dessous.

Notre mode opératoire est très simple. 50 gr de l'un des corps précédents sont pesés dans un ballon normal d'Engler de 100 cm<sup>3</sup>. On ajoute 50 cm<sup>3</sup> d'éther anhydre et distille d'abord

<sup>1</sup> Cf. L.-A. DESHUSSES et J. DESHUSSES, *Helv.* 15, 1030 (1932).

	Type du carbolinéum		
	Léger (huile dében- zolée)	Moyen (insecti- cide courant)	Lourd (huile anthra- cénique)
Densité à 15° . . . . .	0,937	0,967	1,08
Hydrocarbures % . . . . .	75,7	86,9	90,0
Phénols % . . . . .	20,3	10,7	4,7
Bases % . . . . .	3,5	2,1	5,5
Hydrocarbures, cc. pour 100 gr jusqu'à 150° . . . . .	5,1	1,8	0
» 200° . . . . .	77,8	17,7	0
» 250° . . . . .	100	34,5	6,5
» 300° . . . . .	—	48,6	37

au bain-marie bouillant pendant 45 minutes. Ensuite, l'éther retenu est chassé par un chauffage sur toile métallique ou par barbotage d'un courant d'air (10 lit.-h.), à froid ou à chaud.

#### Résultats expérimentaux.

a) *Distillation au bain-marie.* — Après 45 minutes de chauffage au bain-marie bouillant, les corps étudiés retiennent encore une quantité d'éther d'autant plus forte que le point d'ébullition est moins élevé. Par ordre de rétention croissante, ces corps se classent de la façon suivante: Hydrocarbures, bases, phénols.

Parmi les *hydrocarbures*, ceux des huiles anthracéniques retiennent moins d'éther que ceux des carbolinéums moyens et légers (rétention respective de 6,7%, 8,3% et 10%). La naphthaline retient 10,2% d'éther et l' $\alpha$ -méthyl-naphtaline 8,9%.

Les *bases* retiennent pratiquement la même quantité d'éther que les huiles neutres des carbolinéums moyens (8,2% pour la quinoléine, 9,4% pour la collidine sym.).

La rétention de l'éther par les *phénols* est considérable. Le phénol retient 35,4% d'éther et le p. crésol 30,2%. L'addition de 20% de phénol à des hydrocarbures purs ou à des huiles neutres extraites de carbolinéums bruts augmente la rétention de l'éther de 68 à 93%. Un carbolinéum brut exerce donc une rétention d'autant plus forte à l'égard de l'éther qu'il est plus riche en phénols.

Il est inutile de poursuivre la distillation au bain-marie plus

longtemps que 45 minutes, la perte d'éther étant faible (1% dans le cas du phénol) au cours des 45 minutes suivantes de chauffage.

La rétention est pratiquement indépendante de la quantité de matière mise en œuvre, elle n'est pas modifiée par la présence de corps poreux.

Les faits que nous rapportons plus haut s'expliquent par l'existence de *combinaisons moléculaires* entre les phénols et l'éther éthylique. Nous avons étudié le système phénol-éther par voie cryoscopique afin de mettre la ou les combinaisons en évidence. Nous n'avons pas pu déceler la combinaison de Weissenberger, 2 mol. phénol pour 1 mol. éther. Par contre, l'existence d'une combinaison cristalline stable à basse température entre une molécule de phénol et une molécule d'éther (point de fusion  $-42,5^{\circ}$  à  $-43^{\circ}$  C.) est très probable.

b) *Distillation au bain-marie puis sur toile métallique.* — Pour chasser l'éther, il est impossible d'appliquer une technique uniforme aux trois solutions d'hydrocarbures, de phénols et de bases.

Pour éliminer la totalité de l'éther, ou du moins pour récupérer les 50 gr de l'huile étudiée, la distillation doit être arrêtée lorsque le thermomètre marque les températures suivantes: phénols  $150^{\circ}$ , bases  $90^{\circ}$ , hydrocarbures des carbolinéums légers et moyens  $82,5^{\circ}$ , hydrocarbures des carbolinéums lourds  $100^{\circ}$ . Dans ces conditions, les phénols sont récupérés à  $+0,5\%$  près, les bases à  $+0,7\%$  près, les hydrocarbures légers et moyens à  $\pm 0,5\%$ . Pour les hydrocarbures lourds, l'erreur qui est de  $+1\%$  à  $82,5^{\circ}$  devient nulle à  $100^{\circ}$ .

Des chiffres analogues sont obtenus en substituant des carbolinéums bruts aux carbolinéums déphénolés et débaséifiés.

### *Conclusions.*

Les solutions éthérées d'hydrocarbures, de phénols et de bases sont traitées de la façon suivante, dans le but d'obtenir le poids exact de chacun des constituants du carbolinéum soluble.

1<sup>o</sup> Distiller l'éther au bain-marie bouillant pendant 45 mi-

nutes puis poursuivre lentement la distillation sur toile métallique jusqu'à 150° pour les phénols, 90° pour les bases et 82,5° pour les hydrocarbures. S'il s'agit d'hydrocarbures lourds d'huiles anthracéniques, pousser la distillation jusqu'à 100°. Dans ces conditions, l'erreur est au maximum de 1% en poids si l'on part de 50 gr d'huile;

2° Pour ce qui concerne les hydrocarbures d'huiles anthracéniques, on peut chasser l'éther qui n'a pas été éliminé au bain-marie en faisant barboter un courant d'air de 10 lit./h. pendant trois quarts d'heure, le ballon étant plongé dans un thermostat à 50°. Cette technique n'est pas applicable aux autres carbolinéums.

*Laboratoire de Chimie agricole, Châtelaine.*

**L.-A. Deshusses et J. Corbaz.** — *Contribution à l'analyse des carbolinéums « solubles ».*

## II. *Fractionnement des constituants huileux par distillation.*

La présente note a pour but, d'une part, de mettre en relief l'influence de quelques facteurs expérimentaux sur le fractionnement des huiles neutres et, d'autre part, de proposer un mode opératoire et un appareillage simples assurant un fractionnement suffisant pour juger de la valeur d'un carbolinéum agricole. Les différentes méthodes qui ont été préconisées à cet effet sont en général assez compliquées et les appareils sont coûteux.

Nous avons fractionné, dans diverses conditions, les deux types de carbolinéums bruts dont nous avons indiqué l'analyse dans la note précédente. Le carbolinéum léger ainsi que le carbolinéum lourd que nous avons étudiés n'ont pas été privés des phénols et des bases étant donné que les essais préliminaires nous ont fourni des résultats analogues, que l'huile contienne ou non des bases et des phénols.

Après quelques tâtonnements, nous avons adopté l'appareillage et les conditions opératoires les plus simples qui s'inspirent des méthodes appliquées dans les grandes raffineries américaines.