

# Sur le microdosage du cobalt au moyen de l'acide anthranilique II.

Autor(en): **Wenger, P. / Cimerman, Ch. / Corbaz, A.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **19 (1937)**

PDF erstellt am: **15.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-741877>

## **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.

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*<sup>1</sup>.

I. *Technique de Pregl.*

II. *Technique d'Emich.*

Dans notre première note<sup>1</sup> nous avons donné une micro-méthode gravimétrique pour le dosage du cobalt au moyen de la technique du filtre-becher de E. Schwarz-Bergkampf<sup>2</sup>.

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.

<sup>1</sup> Première note: Compte rendu des séances de la Société de Physique et d'Histoire naturelle de Genève, vol. 54, p. 96 (1937).

<sup>2</sup> E. SCHWARZ-BERGMAMPF, Zeitschrift anal. Chemie, 69, 321 (1926).

I. TECHNIQUE DE PREGL<sup>1</sup>.

On introduit dans une éprouvette de verre d'Iéna (dimensions: hauteur = 10-15 cm; diamètre 37 mm<sup>2</sup>), 5 cm<sup>3</sup> de solution neutre ou très légèrement acide, à l'exclusion cependant de l'acide acétique et contenant 2 à 6 mgr de cation cobalt<sup>++</sup>. 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<sup>3</sup> en excès (115 à 200%, ce qui correspond à 0,5-0,69 cm<sup>3</sup> de réactif à 2% pour chaque mgr de cobalt<sup>++</sup>)<sup>4</sup>. 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 cm<sup>3</sup> d'une solution d'anthranilate de sodium à 0,2%, puis dix fois avec de l'alcool en employant chaque fois 1 cm<sup>3</sup>. 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<sup>5</sup>. 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 12cm<sup>3</sup> 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

<sup>1</sup> F. PREGL, *Die quantitative organische Mikroanalyse*, S. 136, 3. Auflage. Verlag J. Springer, Berlin, 1930.

<sup>2</sup> 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.

<sup>3</sup> Préparation du réactif, voir première note.

<sup>4</sup> Le volume total de la solution peut également être de 10 cm<sup>3</sup>, mais dans ces conditions il faut augmenter l'excès de réactif jusqu'à 300%.

<sup>5</sup> F. PREGL, *loc. cit.*, p. 158.

place dans un bloc pour dessiccation. (*Regenerierungsblock*)<sup>1</sup>. 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 dessiccation 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 20<sup>me</sup> minute.

## II. TECHNIQUE D'EMICH<sup>2</sup>.

2 cm<sup>3</sup> de solution neutre ou très légèrement acide, à l'exclusion de l'acide acétique, contenant 1 à 4 mgr de cation cobalt<sup>++</sup>, 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<sup>3</sup> maintenu à 170°; la solution de réactif à 2% est ajoutée goutte à goutte en excès (115%, c'est-à-dire 0,5 cm<sup>3</sup> pour chaque mgr de cobalt<sup>++</sup>). 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<sup>4</sup> en aspirant doucement avec la trompe; le précipité est lavé deux fois avec 1 cm<sup>3</sup> d'une solution d'anthranilate de sodium à 0,2% et deux fois avec l'alcool en employant chaque fois 1 cm<sup>3</sup>. On sèche le becher avec la baguette dans l'étuve de Benedetti-Pichler<sup>5</sup>, 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

<sup>1</sup> F. PREGI, *loc. cit.*, p. 76.

<sup>2</sup> F. EMICH, *Lehrbuch der Mikrochemie*, 2<sup>me</sup> éd., 84 (1926).

<sup>3</sup> F. PREGI, *loc. cit.*, p. 74.

<sup>4</sup> F. EMICH, *Mikrochemisches Praktikum*, 65 (1931).

<sup>5</sup> 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 25<sup>me</sup> 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°	Cm <sup>3</sup> de solution titrée de cobalt	Volume total en cm <sup>3</sup>	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  $\pm 0,33\%$  (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  $\text{Co}^{++}$  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).