

Sur une nouvelle réaction spécifique des cation de l'antimoine (note préliminaire)

Autor(en): **Gutzeit, G. / Weibel, R. / Duckert, R.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **16 (1934)**

PDF erstellt am: **21.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-741493>

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.

G. Gutzeit, R. Weibel et R. Duckert. — *Sur une nouvelle réaction spécifique des cations de l'antimoine* (Note préliminaire).

Au cours d'un travail ayant pour but la recherche de réactifs spécifiques de l'antimoine, nous avons préparé des dérivés hydroxylés du benzène, parmi lesquels le 1, 2, 4, trioxybenzène (oxyhydroquinone), dont l'un des produits de condensation-oxydation s'est révélé un réactif coloré remarquablement spécifique des ions de l'antimoine. La constitution exacte du nouveau dérivé n'est pas encore établie, ni celle du composé formé. Toutefois, il nous paraît intéressant de signaler dès à présent les premiers résultats obtenus.

Le produit est une poudre brun-rouge donnant une solution aqueuse brunâtre, rose par transparence, avec fluorescence verte lorsque la dilution est suffisante. Cette solution est peu sensible à l'oxydation par l'air, mais passe au violet par l'effet des oxydants plus énergiques. En solution dans la soude caustique, on obtient une liqueur rouge framboise, stable à l'air. En milieu acide dilué, la coloration est jaune-brunâtre.

Préparation du réactif. — Durant la préparation de l'oxyhydroquinone¹, on doit obtenir le dérivé triacétylé du trioxybenzène 1, 2, 4. Au cours de la saponification de ce produit, l'alcool méthylique servant de dissolvant se colore en rouge sombre. Nous supposons que ce colorant donne, par condensation et par oxydation, le réactif caractéristique de l'antimoine. Pour préparer celui-ci, on saponifie le triacétyl trioxybenzène 1, 2, 4 en solution dans l'alcool méthylique par l'acide sulfurique, et à l'ébullition. Après refroidissement, on neutralise l'acide sulfurique par le carbonate de sodium, la solution devant toutefois rester acide (acide acétique dû à la saponification). On précipite les sels inorganiques et une partie du trioxybenzène par l'éther diéthylique, et on filtre. La liqueur est distillée à fond au bain-marie. Le résidu sirupeux, rouge sombre, est repris

¹ J. BÖESEKEN et BRACKMANN, Rec. Trav. Chim. Pays-Bas, 34, p. 277 (1915); J. THIELE, Ber, 31, 1247 (1898).

par l'eau. On filtre les produits bruns insolubles. La liqueur rougeâtre est traitée par un excès de chlorure de sodium, ce qui élimine la plus grande partie des impuretés (salage). On concentre les solutions au bain-marie, et on filtre le dépôt, qui constitue le réactif (d'ailleurs impur).

Nous avons examiné les réactions du produit de condensation avec les ions Sb^{+++} , Sb^{++++} , As^{+++} , As^{++++} , Sn^{++} , Sn^{+++} , Mo^{++++} , Bi^{+++} , Pb^{++} , Cu^{++} , Hg^{++} , Pd^{++} , Rh^{+++} , Ru^{+++} , Ir^{++++} , Pt^{++++} , Se^{++} , Te^{++} , W^{++++} , V^{+++} , Ni^{++} , Co^{++} , Mn^{++} , Cr^{+++} , Cr^{++++} , Fe^{++} , Fe^{+++} , UO_2^{++} , Ti^{++} , Zr^{+++} , Ce^{+++} , Al^{+++} , Mg^{++} , Be^{++} . Parmi ceux-ci, le réactif donne, avec l'antimoine trivalent, une coloration et un précipité rouge, qui se forme après un instant. L'étain provoque une coloration brune, le bismuth, le titane et le molybdène des précipités brun-rouge. Toutefois, si l'on travaille en milieu suffisamment acide, les ions de l'étain et du bismuth ne gênent plus. En outre, il est facile de masquer les réactions du titane et du molybdène, respectivement au moyen d'acide phosphorique et d'un oxalate alcalin.

La réaction peut se faire à la touche, en godet ou sur papier-filtre. Dans ce dernier cas, il convient d'être en l'absence de substances oxydantes ou de réduire celles-ci au préalable.

Le cation antimonique (Sb^{++++}) donne, sur papier-filtre, une tache brun violacé. En réduisant préalablement avec du formol on obtient la réaction rouge caractéristique de l'ion Sb^{+++} . En godet, on observe d'abord une coloration brun violacé, qui disparaît peu à peu. La présence d'un précipité (brun-rouge) est caractéristique de l'ion antimonique dans ce cas.

Technique. — La solution doit être en milieu chlorhydrique (1:3 vol., soit environ 11% HCl). Dans ce but, il est bon d'évaporer à sec, et de reprendre par un tel acide. Mettre une goutte de la liqueur à examiner dans un godet, puis ajouter quelques gouttes du réactif en solution aqueuse à 1%. Un précipité rouge et une coloration rose vif de la liqueur indiquent la présence de l'antimoine (Sb^{+++}). Si la solution contient des oxydants, on obtient d'abord une coloration violette, qui disparaît peu à peu, et qui, par suite, ne gêne pas.

Limite de perceptibilité: 6,3 γ Sb \cdots (dans 0,05 ccm),
Limite de dilution: 1/8000,
en présence de plus de 200 parties d'étain et d'arsenic.

Sur papier-filtre, la réaction se fait dans le même ordre. La sensibilité est plus grande. Toutefois, la spécificité diminue, si l'on se trouve en présence d'oxydants.

Limite de perceptibilité: 4 γ Sb (dans 0,05 ccm),
Limite de dilution: 1/12000,
en présence de plus de 200 parties d'étain et d'arsenic.

Le titane donnant un précipité brun, il faut, s'il y a lieu, masquer ce ion par addition dans la liqueur d'une goutte d'acide phosphorique sirupeux. Il en est de même du molybdène, qu'il convient de transformer en un complexe stable par quelques gouttes d'une solution à 10% d'oxalate d'ammonium.

Nous avons effectué une série d'analyses de contrôle, en présence des ions des groupes 1, 2, 3, dans lesquelles nous avons pu déceler sans erreur la présence ou l'absence d'antimoine au moyen du réactif indiqué.

La présente étude a été faite dans le Laboratoire de Recherches de M. le professeur P. Wenger, et appartient à une suite de travaux sur les réactifs spécifiques des ions et les complexes internes, effectués sous la direction de MM. Wenger et Gutzeit.

(Genève, Laboratoire de Chimie analytique
de l'Université.)

P. Wenger, G. Gutzeit et Th. Hiller. — *Sur un procédé d'attaque électrolytique des minéraux opaques, et sur son application à la technique des « empreintes » de surfaces polies.*

Au cours de précédents travaux, l'un de nous a appliqué la technique métallographique des empreintes aux minéraux en surface polie¹. Toutefois, dans des cas assez nombreux, l'attaque purement chimique est insuffisante ou n'a pas lieu. Aussi avons-

¹ G. GUTZEIT, M. GYSIN et R. GALOPIN, C. R. Soc. Phys. et Hist. natur. Genève, vol. L, n° 2 (1933), p. 192.

G. GUTZEIT et R. GALOPIN, C. R. Soc. Phys. Hist. natur. Genève, 1933, séance du 3 mai.