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

Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève

**Band:** 16 (1934)

**Artikel:** Sur l'emploi du réactif antipyrineiodure dans l'analyse à la touche

**Autor:** Gutzeit, G. / Weibel, R.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-741487

## 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: 27.11.2025** 

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

grammes de l'Observatoire de Genève est à jour pour les deux types  $A_0$  et  $F_0^{-1}$ .

Les résultats sont les suivants:

	α	β	Υ	$\lambda_{m{c}}$	$\lambda_e$
$^{\prime}\mathbf{A}_{0}$	1,973	8,83 mm	2,97 mm	4427 Å	4630 Å
$\mathbf{F}_{0}$	2,476	13,06 mm	3,76 mm	4524 Å	4656  Å

La longueur d'onde effective est celle donnée par une théorie complète, mais pas encore entièrement soumise au contrôle de l'expérience <sup>2</sup>.

On trouve, conformément à la théorie incomplète précédente, des longueurs d'onde effectives plus grandes que les longueurs d'onde centrales. La variation est du même sens, mais beaucoup plus considérable pour la longueur d'onde centrale que pour la longueur d'onde effective.

Observatoire de Genève.

G. Gutzeit et R. Weibel. — Sur l'emploi du réactif antipyrineiodure dans l'analyse à la touche.

On connaît depuis longtemps les combinaisons insolubles que forment les bases organiques azotées en présence d'un iodure alcalin, avec les cations au minimum des éléments qui terminent la quinzième colonne du système périodique de Bohr et leurs voisins, soit As…, Sb…, Bi…, Sn… On a utilisé de telles précipitations tout particulièrement pour la recherche des alcaloïdes, et inversément pour l'identification et même le dosage du bismuth (Cf. E. Léger, Z. anal. Chem., 28, 347 [1889];

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> P. Rossier, Relation entre les abscisses des extrémités d'un spectrogramme stellaire (2<sup>me</sup> note). C. R. Soc. de Phys., 1932, II = Publ. Obs. Genève, fasc. 20.

Relation entre les abscisses des extrémités despectrogrammes d'étoiles  $F_0$ . C. R. Soc. de Phys., 1934, I = Publ. Obs. Genève, fasc. 25.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> P. Rossier, Sur l'utilisation du prisme-objectif pour la détermination des longueurs d'onde effectives. Archives, 1934 = Publ. Obs. Genève, fasc. 25.

C. R. Soc. phys. Genève, Vol. 51, 1934.

J. Aubry, J. Pharm. et Chem., 25, 15 [1922]; F. Feigl et F. Neuber, Z. anal. Chem., 62, 369 [1923]; A. Girard et E. Fourneau, C. R., 181, 610 [1925]; Dankworth et Pfau, Arch. d. Pharm. u. Ber. d. Pharm. Ges., 263, 502 [1925]; G. Gutzeit, Helv. Chim. Acta, XII, 4 et 5 [1929]). D'autre part, quelques-unes de ces réactions étant relativement sensibles pour les ions de l'antimoine, elles ont été proposées pour déceler ces derniers, tout particulièrement dans l'analyse biologique. Tel est le cas, par exemple, d'un mélange d'antipyrine et d'iodure potassique, qui a été recommandé par Caille et Viel (C. R., 176, 1759 [1923]) et reprise dernièrement par Duquenois (C. R., 197, 339 [1933]). Ce réactif présente, en outre, sur les autres bases similaires, l'avantage d'être stable en solution aqueuse. La combinaison formée peut être considérée comme un complexe de superposition (d'addition) entre l'iodure du cation trivalent et une molécule de la base, généralement avec liaison d'une molécule d'acide iodhydrique, soit Me<sup>III</sup>I<sub>3</sub>(Bs)HI.

Il nous a paru intéressant d'examiner les possibilités que pouvait offrir l'application du réactif de Caille et Viel dans l'analyse à la touche. Dans ce but, nous avons étudié d'une façon systématique le comportement des autres ions du même groupe analytique (sulfures acides) vis-à-vis de ce réactif <sup>1</sup>. La teneur en iodure de celui-ci présente l'inconvénient de provoquer par oxydation, en présence des sels au maximum, une libération d'iode, dont la couleur brune couvre les réactions propres du cation recherché, ou donne l'illusion de la formation d'un complexe. Pour éviter cet effet perturbant, nous avons utilisé comme agent de réduction une solution 35% d'aldéhyde formique (formol), ce qui nous a permis d'écarter cet inconvénient.

Voici les résultats de nos essais d'orientation effectués sur papier-filtre (les ions étant en solution nettement chlorhydrique):

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Réactif selon la formule de Caillet et Viel (l. c.):

<sup>1</sup> gr antipyrine 2 gr iodure de potassium 30 ccm eau distillée

Groupe des sulfures insolubles dans les polysulfures alcalins

Hg.. libère l'iode et donne ainsi une tache brune, dont la formation peut être évitée par traitement préalable au formol. Dans ce cas, il reste un précipité jaune pâle d'iodure mercurique.

Pb⋯ donne une tache jaune clair d'iodure de plomb. Bi... donne le complexe de superposition rouge orangé. Cd... donne un précipité blanc, dû probablement à la forma-

tion de l'iodure.

Cu... libère l'iode et donne ainsi un précipité brun, même en présence de formol.

## Groupe des Sulfosels solubles

As... donne le complexe de superposition orangé. As.... libère l'iode et donne ainsi une tache brune, dont la

formation peut être évitée en traitant par le formol et en attendant quelques minutes avant l'application

du réactif.

Sb... donne le complexe de superposition jaune vif, stable en milieu chlorhydrique concentré.

S ..... libère l'iode, ce qui réduit Sb.... en Sb..., ion donnant le complexe jaune vif (superposition des deux réactions).

donne le complexe de superposition jaune pâle, instable

en milieu chlorhydrique concentré.

Sn.... pas de réaction en milieu nettement chlorhydrique.

 $\mathbf{v}$ ... libère l'iode et donne ainsi une tache brune, dont on peut éviter la formation par traitement préalable au formol.

Se···· donne le complexe de superposition jaune orangé.

[MoVIO3Cl2] libère l'iode et donne ainsi une tache brune, dont on peut éviter la formation par traitement préalable au formol.

Te⋯ libère l'iode et donne ainsi une tache brune, dont on peut éviter la formation par traitement préalable au formol.

 $\mathbf{w}$ ..... pas de réaction.

Sn..

Au… libère l'iode et donne une tache brune, dont on peut éviter la formation par traitement préalable au formol.

Pt... libère l'iode et donne une tache brune, dont on peut éviter la formation par traitement préalable au formol.

Ir···· libère l'iode et donne une tache brune, dont on peut éviter la formation par traitement préalable au formol.

On constatera que les réactions dues à l'oxydation de l'iodure peuvent être évitées (sauf pour le cuivre) si l'on a soin de traiter la solution à examiner, soit sur papier-filtre, soit en godet, avec un excès de formol. Les cations qui forment des complexes de superposition avec le réactif iodure-antipyrine sont donc les suivants: Bi···, As···, Sb···, Sn··, Se····. En outre, le mercure, le plomb et le cadmium donnent des iodures, dont celui du plomb peut gêner par sa coloration propre. Bien qu'il soit possible d'éliminer le bismuth et le cuivre, en réduisant ces ions à l'état métallique par un stannite alcalin, on voit que la réaction étudiée convient plutôt à la recherche de l'antimoine à l'intérieur du sous-groupe des sulfosels solubles, en l'absence toutefois du sélénium. En effet, les conditions de formation des complexes de l'antimoine, de l'arsenic et de l'étain sont suffisamment différents, pour permettre l'identification de l'antimoine en présence des deux autres ions.

Réactions des ions Sb···, Sb···, As····, As····, Sn·· en milieu chlorhydrique.

**Sb**... Donne, même en solution dans l'acide chlorhydrique concentré, le complexe jaune vif, la limite de perceptibilité étant de  $2,5~\gamma$  (limite de dilution 1/20.000) aussi bien sur papier-filtre qu'en godet.

Sb.... Donne, même en solution dans l'acide chlorhydrique concentré, un précipité jaune brun, qui provient de la libération d'iode dont la couleur brune se superpose à la réaction du cation Sb..., produite par réduction de l'ion Sb.... au moyen de l'iodure du réactif r. En traitant la liqueur à essayer par le formol, avant d'effectuer la réaction, on évite, pour la plus grande part, la libération gênante de l'iode. Dans ce cas, la limite de perceptibilité est de 5  $\gamma$ , la limite de dilution de 1/10.000, aussi bien en godet que sur papier-filtre  $^1$ .

As... Donne, même en solution dans l'acide chlorhydrique concentré, un précipité jaune orangé. Une oxygénation ménagée

¹ Duquenois (l. c.) préconise cette réaction pour distinguer les ions Sb··· et Sb····. Toutefois on voit, d'après les résultats de nos essais, que tout oxydant en présence d'antimoine trivalent et du réactif donnerait le précipité jaune-brun soi-disant caractéristique de l'ion Sb·····.

permet d'éviter la formation du complexe. Sur papier-filtre, il suffit d'attendre 2-3 minutes. En godet, il convient d'ajouter une goutte d'une solution environ 0,15% d'eau oxygénée, puis une goutte de formol pour réduite l'excès de celle-ci.

**As**.... Libère l'iode contenu dans le réactif sous forme d'iodure. Cet effet perturbant peut être évité par traitement de la solution à examiner avec du formol.

Sn. Donne le complexe jaune déjà mentionné, mais seulement en milieu chlorhydrique dilué. Si la teneur en HCl est supérieure à 13%, il n'y a pas de réaction en godet. Sur papier-filtre, il faut dépasser 17,5% HCl pour éviter la formation du précipité jaune pâle.

Il résulte des considérations ci-dessus, que l'on peut déceler l'antimoine en présence des autres ions du groupe des sulfosels solubles, après dissolution des sulfures dans l'eau régale. Dans ce cas, on se trouve en effet en présence des sels au maximum.

# Technique.

Dissoudre les sulfures dans l'eau régale. Evaporer à sec, reprendre par l'acide chlorhydrique concentré. Porter une goutte de la solution sur papier-filtre, ajouter 5 gouttes de formol 35%. Après 2-3 minutes, ajouter une goutte du réactif iodure-antipyrine. Une tache jaune-brun indique l'antimoine. Dans ces conditions l'arsenic et l'étain ne réagissent pas. L.P. 5 γ, L.D. 1/10.000. La présence de 100 parties d'ions As····· par rapport à une partie d'ions Sb····· ne modifie pas la sensibilité de la réaction. Il en est de même pour l'ion Sn····.

Dans la marche habituelle de l'analyse, on dissout les sulfures d'antimoine et d'étain (précipités à partir des sulfo-sels) dans l'acide chlorhydrique concentré. On se trouve alors en présence des ions Sb···· et Sn···· (le sulfure d'arsenic est insoluble). Dans ces conditions, on porte une goutte de la solution sur papier-filtre, et l'on touche avec une goutte du réactif iodure-antipyrine. Une tache jaune vif décèle l'antimoine. L'étain ne réagit pas, mais sa présence augmente la sensibilité de la réaction jusqu'à L.P. 1  $\gamma$ , L.D. 1/50.000.

Conclusions.

Le réactif iodure-antipyrine, recommandé par Caille et Viel (l. c.) est utilisable dans l'analyse qualitative à la touche, à condition d'oxygéner l'ion As…, et d'éviter les effets oxydants des ions au maximum par un traitement préalable de la solution avec du formol. On peut donc déceler le cation Sb… en présence des autres ions du même sous-groupe, dans la marche de l'analyse qualitative, si l'on a soin de procéder selon nos indications.

La présente étude a été exécutée dans le Laboratoire de recherches de M. le professeur Wenger, et fait partie d'une suite de travaux sur les réactifs spécifiques des ions et les complexes internes, effectués sous la direction de MM. Wenger et Gutzeit.

Genève, février 1934.

Laboratoire de Chimie analytique de l'Université.

D. Zimmet et E. Frommel. — L'action de l'extrait de muscle strié (« Lacarnol ») et d'un hormone désinsulinisé du pancréas (« Padutine ») sur le système nerveux de la grenouille.

Nous avons montré, dans une série de travaux antérieurs, que l'extrait du muscle strié tel qu'il nous est fourni par l'industrie (Lacarnol), jouit de propriétés physiologiques et pharmacodynamiques qui lui sont propres <sup>1</sup>.

Le « Lacarnol » ou la « Padutine » injectés dans la veine du lapin, produit une chute brutale de la pression artérielle; cette chute de la pression systolique et diastolique est de courte durée. Il n'y a pas de parallélisme entre la dose injectée et l'effet hypotenseur, la pression tombe de la même hauteur si l'on injecte 1 centimètre cube ou 5, seule la durée de l'hypotension varie légèrement.

Cet extrait de muscle strié ne produit pas de phénomènes d'accoutumance et ce n'est qu'aux très hautes doses que le

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Ed. Frommel, Hormones cardiaques hypotenseurs. Revue médicale de la Suisse romande, sous presse, 1934.