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

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

**Band:** 17 (1935)

Artikel: Microdosage gravimétrique du potassium en présence de sodium au

moyen de l'acide chloroplatinique (acide platichlorhydrique)

Autor: Wenger, P. / Cimermann, Ch. / Rzymowska, C.J.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-741594

### 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: 20.11.2025** 

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

P. Wenger, Ch. Cimerman et C. J. Rzymowska. — Microdosage gravimétrique du potassium en présence de sodium au moyen de l'acide chloroplatinique (acide platichlorhydrique).

Le but du présent travail est d'établir une microméthode pour le dosage de petites quantités de potassium en présence de plus grandes quantités de sodium.

Parmi le grand nombre de méthodes de dosage du potassium, seul ou en présence de sodium, la méthode à l'acide chloroplatinique proposée par R. Frésénius <sup>1</sup> est considérée comme étant la plus exacte. Elle est basée sur la formation du chloroplatinate de potassium, sel très peu soluble dans l'alcool, contrairement au sel correspondant de sodium. Cette méthode a suscité de nombreux travaux et plusieurs modifications et adaptations ont été proposées.

F. Emich <sup>2</sup> l'utilise comme méthode microchimique tant pour doser le potassium seul qu'en présence de sodium.

En appliquant la méthode proposée par Emich, on arrive à la conclusion qu'elle donne de bons résultats quand le potassium est seul, ou bien, si le rapport de K: Na ne dépasse pas 1: 2. Si les quantités de sodium sont plus grandes, les résultats obtenus sont trop forts.

Il nous a semblé intéressant de reprendre l'étude de la méthode d'Emich en vue de la simplifier et de préciser les conditions du dosage du potassium, afin de pouvoir déterminer cet élément en présence de sodium en quantités plus grandes que le rapport indiqué.

Cette étude constitue la première partie de notre travail.

Dans la seconde partie nous étudions une microméthode dont le principe est basé sur la macrométhode de G. F. Smith et J. L. Gring <sup>3</sup>. Ces auteurs ont établi une méthode de dosage du potassium en présence de sodium en transformant au préalable les chlorures en perchlorates.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> R. Fresenius, Zeitschr. analyt. Ch., 15, 224 (1876); ibid., 16, 63 (1877); ibid., 21, 234 (1882).

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> F. EMICH, Mikrochemisches Praktikum, 1931, p. 129.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> G. F. Smith et J. L. Gring, J. Amer. Chem. Soc., 55, 3957 (1933).

C. R. Soc. phys. Genève, vol. 52, 1935.

### PREMIÈRE PARTIE.

# Etude de la méthode d'Emich simplifiée.

# 1º Dosage du potassium seul.

Mode opératoire établi: 2 cc. de solution de chlorure de potassium renfermant 0,5 mg de potassium sont introduits dans un microbecher en verre d'Iéna. Le liquide est fortement concentré au bain-marie bouillant et après refroidissement additionné d'une solution à 10% d'acide chloroplatinique (quantité double de la quantité théoriquement nécessaire). On poursuit l'évaporation à une température ne dépassant pas 75° à 80°. Nous nous sommes servis dans ce but d'une plaque chauffante, afin d'avoir une température fixe.

L'évaporation se fait presque à sec. Après refroidissement on reprend par 0,5 cc d'alcool absolu. On filtre au moyen d'une baguette microfiltrante en porcelaine <sup>1</sup> en aspirant doucement à la trompe. On lave trois fois à l'alcool absolu en employant chaque fois 0,5 cc. Ensuite le microbecher avec sa baguette filtrante est placé dans une étuve de Benedetti-Pichler <sup>2</sup> chauffée à 160° et il est séché pendant 5 minutes, en faisant passer un faible courant d'air. Après refroidissement le microbecher est essuyé avec une flanelle humide et deux peaux de chamois; on le laisse reposer pendant 15 minutes auprès de la balance sur un bloc de nickel, puis 5 minutes sur le plateau de la balance et on le pèse à la  $20^{\text{me}}$  minute.

Les résultats de ces dosages sont théoriques ou ne s'écartent de la théorie que de 0,002 mg en valeur absolue.

2º Dosage du potassium en présence de sodium.

Mode opératoire établi: 2 cc d'une solution renfermant 0,5 mg de potassium à l'état de chlorure sont additionnés dans un microbecher, de la quantité voulue de chlorure de sodium. La solution est concentrée au bain-marie comme pour le dosage de potassium seul et traitée ensuite par le réactif chloroplati-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> F. Emich, Mikrochemisches Praktikum, 1931, p. 65.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Benedetti-Pichler, Mikrochemie Pregl-Festschrift, 1929, p. 6. F. Emich, Mikrochemisches Praktikum, 1931, p. 66.

nique. La quantité de ce dernier doit être double de la quantité théorique nécessaire pour opérer la transformation des chlorures, calculés comme chlorure de sodium. L'évaporation est poursuivie à la température de 75° à 80°, ce qui a une importance particulière, car toute élévation de température amène la formation du chloroplatinate de sodium déshydraté très peu soluble dans l'alcool. Après l'évaporation presque à sec, reprendre par 1 cc d'alcool. La filtration se fait comme pour le dosage précédent. On lave jusqu'à élimination complète de l'excès d'acide chloroplatinique et du chloroplatinate de sodium. En général 5 cc d'alcool suffisent complètement pour opérer ce lavage. Si l'on est en présence de 4-5 mg de sels, il est prudent d'augmenter légèrement la quantité d'alcool de lavage.

Le séchage et la pesée du précipité se font exactement de la même manière que dans le cas de potassium seul.

On se sert du facteur empirique pour calculer les résultats des dosages (c'est-à-dire 0,1603).

En considérant les chiffres obtenus dans 250 dosages, on arrive à la conclusion que l'alcool absolu donne de bons résultats tant que le rapport K: Na ne dépasse pas 1: 2. Si les quantités de sodium sont plus grandes, les résultats sont progressivement plus forts.

L'alcool à 70° donne des résultats trop faibles.

Le lavage avec l'alcool à 90° et à 95° permet d'obtenir les chiffres les plus concordants, très proches de la théorie. Nous préconisons donc ce lavage dans le cas de la présence du sodium.

A titre d'essais nous avons exécuté quelques dosages dans lesquels le rapport de K: Na était de 1: 50 en se servant d'alcool à 90° pour laver le précipité. Les résultats obtenus sont un peu forts (+ 0,014 mg en moyenne).

### DEUXIÈME PARTIE.

La méthode de G. F. Smith et J. L. Gring <sup>1</sup> apparaît comme le résultat de toute une série de travaux faits par Smith et ses collaborateurs.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Loc. cit.

En dosant de petites quantités de potassium en présence de grandes quantités de sodium, les auteurs font passer les chlorures en perchlorates. Après évaporation à sec et élimination complète de l'excès d'acide perchlorique, le résidu est repris par 95 cc d'alcool à 95° et additionné d'acide chloroplatinique en faible excès pour transformer le perchlorate de potassium en chloroplatinate, la majeure partie de perchlorate de sodium restant comme tel.

Les essais faits avec la méthode originale ayant donné d'excellents résultats, nous avons voulu appliquer à cette méthode la technique microchimique d'Emich en réduisant la quantité de potassium à 0,5 mg.

Mais, en employant le microbecher dont la capacité est fort réduite, il fallait réduire également la quantité d'alcool employé (5 à 6 cc) donc changer complètement les conditions de précipitation. Les résultats obtenus étaient loin d'être satisfaisants.

Nous nous proposons de revenir encore à l'étude de cette méthode.

Etablissement d'une microméthode en suivant le principe de G. F. Smith et J. L. Gring.

Nous avons obtenu de très bons résultats en opérant la transformation du perchlorate de potassium en chloroplatinate, non pas en milieu alcoolique, mais en milieu aqueux.

Mode opératoire. La prise de 0,5 mg de potassium à l'état de chlorure dissous dans 2 cc d'eau est additionnée dans un microbecher d'une quantité voulue de chlorure de sodium et d'acide perchlorique (d. 1,67) double de la quantité nécessaire pour la transformation des chlorures présents en perchlorates.

On évapore à sec au bain-marie bouillant ou sur une plaque chauffante à la température de 100°. Le résidu est chauffé avec précaution au-dessus d'une flamme de gaz jusqu'à disparition des vapeurs blanches de l'acide perchlorique. Après refroidissement, le résidu est repris par quelques gouttes d'eau distillée, réévaporée à sec et chauffé encore une fois au-dessus d'une flamme.

Le résidu refroidi est traité par 2-3 gouttes d'eau distillée — quantité suffisante pour la dissolution — puis on ajoute la

quantité calculée (double de la quantité théorique nécessaire pour le potassium présent) d'acide chloroplatinique à 10%.

Etant donné le petit volume du liquide, l'évaporation à la température de 75° à 80° se fait très rapidement. Le résidu refroidi est repris par 0,5 cc d'alcool à 95°, filtré et lavé comme il a été indiqué pour la méthode précédente. Pour laver le précipité on emploie l'alcool à 95° (8 fois 0,5 cc) en terminant par l'alcool absolu (2 fois 0,5 cc). On élimine l'alcool en chauffant pendant 5 minutes à l'étuve à la température de 110°-120° et on sèche au four électrique à 345°-350° pendant 15 minutes.

Après refroidissement à 30°-40° (4 à 5 minutes en dehors du four) le becher est essuyé et pesé de la manière habituelle. Pour le calcul de l'analyse on se sert du facteur empirique. Les résultats obtenus sont très satisfaisants, ce qui est prouvé par une série d'essais faits en présence d'un excès de sodium variant de 1 à 10. Le rapport de K: Na de 1:50 a donné lui-même de bons résultats.

### Conclusions.

1º La méthode classique donne de bons résultats lorsqu'on dose le potassium seul ou en présence d'une quantité de sodium ne dépassant pas deux fois le poids de potassium.

Grâce aux conditions précisées par nous (par exemple le degré d'alcool de lavage) on arrive à doser de petites quantités de potassium de l'ordre de 0,5 mg en présence de quantités dix fois plus grandes de sodium.

2º Il a été établi une microméthode, inspirée par la macrométhode de G. F. Smith et J. L. Gring, pour le dosage de potassium en présence de sodium en passant par le stade de perchlorate.

Nous continuons ce travail, en vue d'une application aux analyses biologiques.

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