

249. Note technique.

Les rayons infrarouges, moyen de séchage en chimie analytique

par D. Monnier et Z. Besso.

(19 VII 49)

I. Introduction.

Nous inspirant d'un article de *M. Bouchardy* et *A. Mirimanoff*¹⁾, nous avons installé au laboratoire une étuve à rayons infrarouges. Nous pensons qu'il est utile de renseigner nos collègues sur les résultats obtenus.

Ce procédé de séchage présente les avantages suivants:

1. Il est beaucoup plus rapide que celui effectué dans une étuve ordinaire, à la condition toutefois que la matière traitée se présente en couche mince. Dix minutes suffisent, dans la plupart des cas, pour une prise semi-micro et 15 à 20 minutes pour une prise macro.

2. La durée de séchage peut être encore sensiblement diminuée, si l'on opère dans le vide ou dans un courant d'air sec.

3. Un certain nombre de réactifs utilisés en analyse et de précipités obtenus en gravimétrie, ne peuvent être séchés dans les conditions ordinaires par suite de leur instabilité à la chaleur. Dans bien des cas, le séchage est possible aux rayons infrarouges, sans décomposition ni sublimation.

II. Séchage de réactifs instables à la chaleur.

Parmi les sels ammoniacaux, le nitrate, le chlorure et le sulfate, exposés aux rayons infrarouges, en couches de 1 à 2 mm au maximum, sont séchés en 15 minutes s'ils sont placés à 50 cm des lampes (à la même distance, un récipient d'eau prend une température de 56 à 58°). On n'observe pas de sublimation. Le poids constant obtenu, nous avons ajouté de l'eau au sel. On retrouve le poids initial après 40 minutes de séchage. Nous nous sommes assuré que les sels n'avaient pas subi de décomposition, par dosage de l'azote au micro-*Kjeldahl*. Le phosphate d'ammonium est plus difficile à sécher, on obtient néanmoins le poids constant après 40 minutes. L'oxalate d'ammonium perd sa molécule d'eau de cristallisation et l'on parvient rapidement au poids constant; par contre, l'acétate, le carbonate et le fluorure d'ammonium sont décomposés ou subliment. Un séchage dans ces conditions est donc impossible.

L'iode de potassium peut être séché en 10 minutes s'il est placé à 40 cm des lampes (température de l'eau: 62°). Il en est de même du ferricyanure de potassium et du thiocyanate d'ammonium. Pour ce dernier, un dosage au nitrate d'argent nous a montré que la substance n'avait pas subi de décomposition.

III. Séchage de précipités instables à la chaleur.

Les précipités obtenus en gravimétrie sont parfois sensibles à la chaleur, particulièrement quant on fait appel aux réactifs organiques.

¹⁾ Helv. Pharm. acta **23**, 189 (1948).

Il est alors nécessaire de procéder à une destruction ou à une calcination, opération souvent longue et délicate. L'emploi des rayons infrarouges permet, dans certains cas, d'éviter ce traitement. Le précipité est directement pesé après séchage. Ce dernier peut se faire sur *Gooch* ou sur papier filtre. L'emploi du *Gooch* exige un temps de séchage plus long, parfois même on ne peut obtenir le poids constant que si l'on fait appel au vide. Le séchage sur papier filtre, au contraire, est très rapide et donne d'excellents résultats.

Nous proposons le mode opératoire suivant: on place sur les plateaux de la balance analytique ordinaire deux papiers filtres identiques et on établit l'équilibre en découpant de petits fragments. Le précipité en question est recueilli sur l'un des filtres. Les deux papiers sont traités de la même façon en ce qui concerne le lavage et le séchage. La différence de poids sera obtenue en plaçant à nouveau les deux papiers sur les deux plateaux. En procédant de cette manière, l'analyse gravimétrique est le plus rapide. C'est ainsi que nous avons pu faire le dosage total du zinc par l'oxinate en 35 minutes. Le xanthogénate de cuivre peut être séché, sans décomposition (température de l'eau: 50°). Les résultats analytiques sont satisfaisants si l'on admet la formule $[S(OC_2H_5)CS]_2Cu$. Le xanthogénate d'antimoine, moins stable, est plus difficile à sécher; il faut le placer à une distance des lampes telle que la température de l'eau soit de 52° au maximum, et ne pas prolonger inutilement l'opération afin d'éviter un début de décomposition. La transformation des phosphates doubles PO_4NH_4Zn et PO_4NH_4Mg en pyrophosphates par calcination étant assez longue, nous sommes parvenus à obtenir les orthophosphates anhydres par dessiccation aux rayons infrarouges en 10 minutes.

Nous donnons dans le tableau suivant quelques-uns des résultats obtenus au cours de ces travaux.

Précipités	Temp. de l'eau*)	Durée de séchage	Prise	Valeur trouvée
PO_4NH_4Zn	60°	15 min.	20,20 mg Zn	20,23
PO_4NH_4Zn	60°	20 min.	90,97 mg Zn	90,2
$PO_4NH_4Mg, 6 H_2O$	56°	15 min.	50,0 mg Mg	50,2
Oxinate de zinc	75°	15 min.	20,2 mg Zn	20,4
Cu-Xanthogénate	58°	10 min.	4,91 mg Cu	4,90
Sb-Xanthogénate	50°	5 min.	10,0 mg Sb	10,1

*) Température que prend l'eau exposée dans les mêmes conditions aux rayons infrarouges.

RÉSUMÉ.

Nous avons séché aux rayons infrarouges des réactifs et des précipités instables à la chaleur. Nous constatons que beaucoup de ces composés ne sont pas altérés dans ces conditions. L'emploi de ce mode de séchage permet donc de diminuer la durée des dosages gravimétriques.

Laboratoire de chimie analytique et de microchimie de l'Université, Genève.