

E.N.S.S.I.B

Ecole Nationale Supérieure en Sciences de l'Information et des Bibliothèques

DPSSIB

Diplôme Professionnel en Sciences de l'Information et des Bibliothèques

Rapport de recherche bibliographique

Récupération des métaux par formulation des complexes stables et distillables

OUENADIO Florent

Sous la direction de Michel PROST et Gabriel SHEHADEH
Laboratoire de Génie Energétique
INSA-Lyon

1996

1996
DPS
BIB
7



E.N.S.S.I.B
Ecole Nationale Supérieure en Sciences de l'Information et des Bibliothèques

DPSSIB
Diplôme Professionnel en Sciences de l'Information et des Bibliothèques

Rapport de recherche bibliographique

Récupération des métaux par formulation des complexes stables et distillables



OUENADIO Florent

Sous la direction de Michel PROST et Gabriel SHEHADEH
Laboratoire de Génie Energétique
INSA-Lyon

1996

1996
DPS
BIB
7

Tables des matières

Résumé	
PREMIERE PARTIE	
I- RECHERCHE DOCUMENTAIRE	5
1- Recherche préliminaire	5
1.1- Plan général et outils pour la recherche manuelle	5
1.2- Répertoires utiles	6
1.3- Informations	7
1.4- Recherche bibliographique dans le chemical abstract	7
1.5- Recherche bibliographique dans le beilstein	8
2- Recherche informatisée	10
2.1- Banques de données locales : CD-ROM	10
2.1.1- Choix des CD-ROM	10
2.1.2- Présentation	10
2.1.3- Interrogation	10
2.2- Banques de données en ligne	11
2.2.1- Choix des bases	11
2.2.2- Description des bases	12
2.2.3- Strategie d'interrogation	12
2.2.4- Résultats	13
3- Recherche sur internet	15
3.1- Présentation	15
3.2- Interrogation	15
4- Comparaison	15
4.1-Comparaison sur les méthodes de recherche.....	16
4.2- Comparaison sur l'interrogation des bases de données	16
DEUXIEME PARTIE	
II- Synthèse.....	18
TROISIEME PARTIE	
III- Bibliographie.....	21

RESUME

Différents secteurs industriels génèrent par an des milliers de tonnes de catalyseurs usés contenant jusqu'à 35% de métaux de valeur, tels que : le Co, Ni, Mo, V, W, Ti...associés souvent à des impuretés dans leur milieu de rejet (boues, eaux usées...).

La récupération de ces éléments contribue d'une part à leur revalorisation et d'autre part à la protection de l'environnement.

Dans ce rapport nous présentons une bibliographie sur la récupération à partir de ligands organiques ou agents chélatants, séquestrants de ces éléments, formant ainsi des complexes stables et facilement distillables.

Mots-clés

Métaux lourds ; complexes stables ; complexes volatiles ; ligands organiques ; agent chélatant ; agents séquestrants.

ABSTRACT

Different industry area genere from year a thousand ton of catalyst , contains about 35 per cent of valuable metals, such as Co, Ni, Mo, V, W...Often associated to impurity in her background (sludge, waste water...).

Recovery of those elements contribute to reworth them and environment protection.

This report introduce a bibliography of recover using organic ligand or chelating, sequestering agent which produce with those element stable and easily distillable complex.

Keyword

Heavy metals ; stable complex ; volatile complex ; chelating agent, organic ligands, sequestering agent

PREMIERE PARTIE

I- RECHERCHE DOCUMENTAIRE

1- Recherche préliminaire

Toute recherche bibliographique nécessite une bonne compréhension du sujet, à savoir le domaine dans lequel il se situe. Cette étape indispensable permet de repérer les outils à utiliser, de définir la méthodologie de recherche.

Dans notre cas, il est question de trouver des références sur les complexes stables et distillables formés à partir des ligands organiques et des métaux précieux. Le sujet concerne la chimie des complexes organométalliques sur tous ses aspects à savoir la synthèse, la caractérisation, et l'analyse. Ce qui nous conduit à adopter un plan général de recherche manuelle.

1.1- Plan général et outils pour la recherche manuelle

Nous présentons dans cette partie quelques répertoires utiles et les informations que l'on peut tirer de ces derniers.

En raison de l'importance attachée au chemical abstract et au beilstein, un bref résumé du premier sera présenté, nous dresserons ensuite le tableau sur la manière d'utiliser le deuxième répertoire.

1.2- Répertoires utiles

DICTIONNAIRES, ENCYCLOPEDIES, TRAITES

- Handbook of chemistry and physics
- Merck Index
- Dictionary of organic compounds
- Guide de la chimie
- Gmellins
- Kirk Othmer
- Pascal
- Grignard
- Sax
- etc...

BIBLIOGRAPHIE : les ' Reviews '

- Chemicals reviews, etc...

REVUES SECONDAIRES

- Chemicals abstracts, Beilstein.

INFORMATIONS ACTUALISEES

- Science citation index
- Currents contents
- Documentation mécanisée
- etc...

LES BREVETS

RESUMES PERTINENTS

Informations triées

REFERENCES

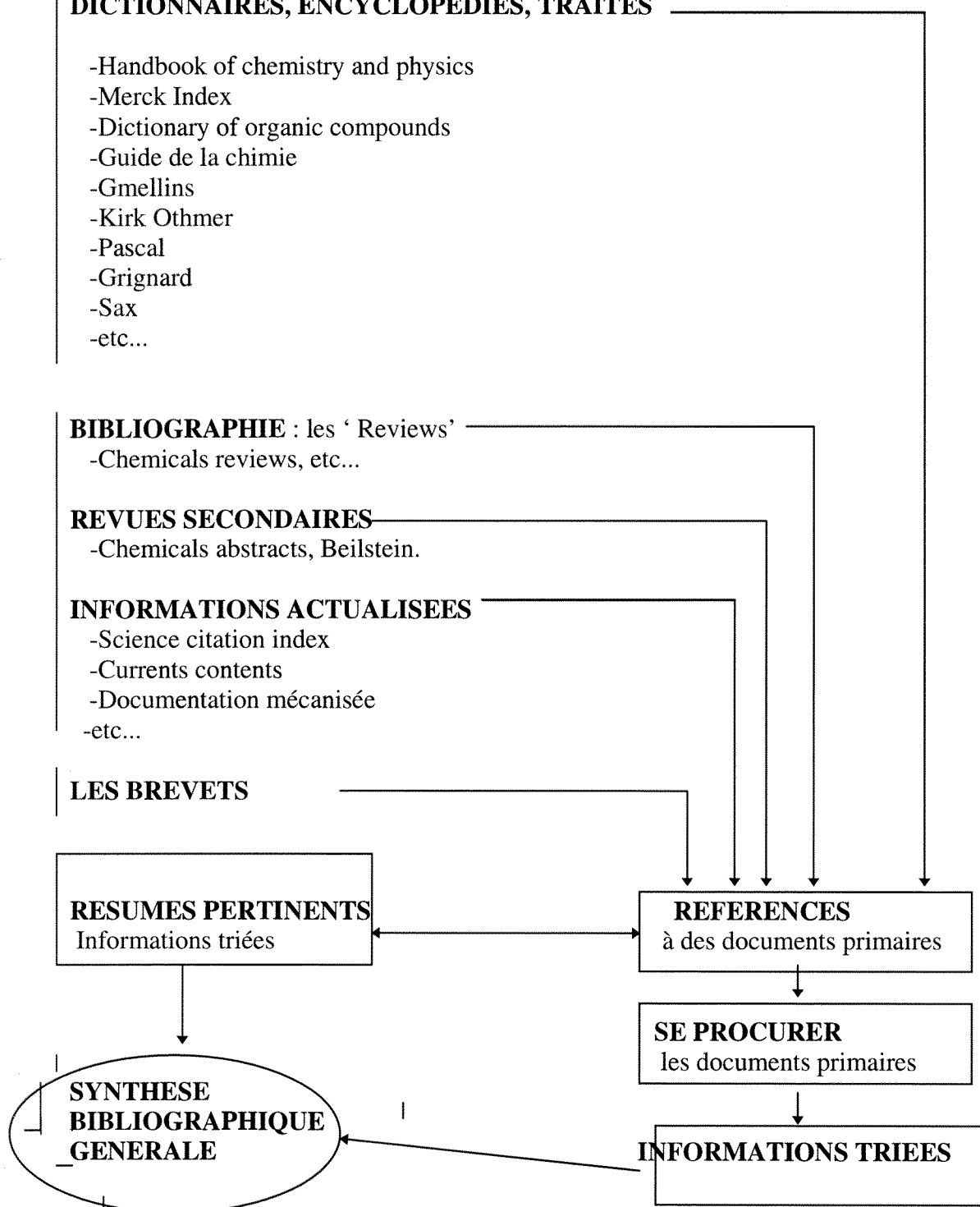
à des documents primaires

SE PROCURER

les documents primaires

INFORMATIONS TRIÉES

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE GENERALE



1.3- Informations

Permet de commencer à cerner la question

- Encyclopedie générales : Universalis,
- Mc Graw Hill encyclopedia of science and technology
- Van Nostrand's scientific encyclopedia

Permet d'avoir les premières données et références fondamentales

- C.R.C. Handbook of chemistry and physics
- The Merck Index : an encyclopedia of chemical and drugs
- le guide de la chimie internationale
- Thorpe's dictionary of applied chemistry
- The encyclopedia of chemistry
- Dictionnaire de la chimie et de ses applications
- Dictionary of organic compounds
- Dictionary of organometallic compounds
- The condensed chemical dictionary

Permet de connaître des données physiques importantes

- Solubilities of organic and inorganic compounds
- Azeotropic data
- The infrared spectra handbook of pollutants

1.4- Recherche bibliographique dans les chemical abstracts

Le chemical abstract¹ est un périodique qui est publié depuis 1907 et recense des résumés d'articles de revues, thèses, comptes rendus de congrès, rapport techniques, brevets, ouvrages de la chimie du monde entier. Il est regroupé autour de plusieurs index (index guide, registry handbook, chemical substance index, general subject index, formula index, author index, patent index, index of ring systems...), pour faciliter la consultation.

La recherche se fait par le repérage des résumés après un travail préliminaire d'identification en consultant les index sujets ou substances quinquennaux ou décennaux les plus récents. La nomenclature est fixe, et l'on dispose généralement de 5 à 10 ans pour se faire une idée sur l'importance, la pertinence des résumés sur le sujet.

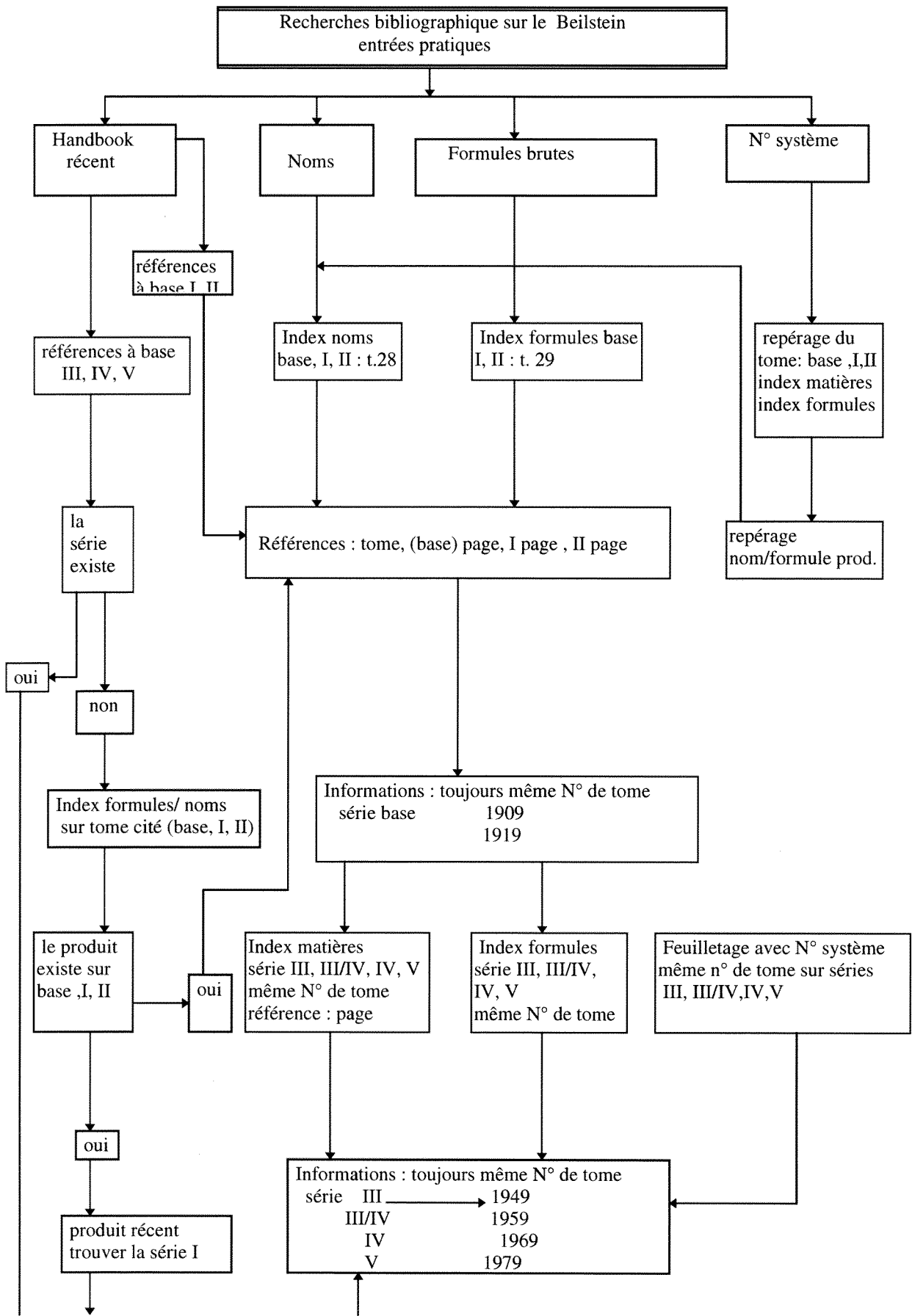
¹ Voir exemple de recherche dans le chemical abstract dans Documentation en chimie : guide pratique/ M. Demiaz.- Paris : Masson ; 1990.

1.5- ¹ Recherche bibliographique sur le beilstein

Contrairement au système du chemical abstract, la méthode du beilstein permet de s'affranchir des index. Elle est très rapide si le système est parfaitement connu. Les composés sont classés en trois classes et sous-classes numérotés. Chaque sous-classe contient une famille de produits très voisins. Le produit est étudié suivant le plan :

- structure de la molécule
- état naturel et extraction
- préparation et fabrication
- propriété physiques seul ou en mélange
- propriétés chimiques et biochimiques
- emploi
- méthodes d'analyse
- sels et composés d'addition

¹ Voir même ouvrage que pour la recherche dans le chemical abstract.



Cette méthode traditionnelle s'avère efficace quand le sujet se limite à retrouver la formule d'un composé et ses propriétés par exemple. Mais, cela n'a pas été le cas pour notre sujet de recherche. Car, nous recherchions des composés répondant à un certain nombre de propriétés. Or, ces dernières ne constituent pas des points d'accès dans les indexes. Il fallait donc rechercher à partir des termes génériques (complexes ou métaux) pour trouver des composés répondant aux critères imposés. Cela exige beaucoup de temps (voir tableau comparatif).

2- Recherche informatisée

2.1- Banques de données locales : CD-ROM

Le CD-ROM est un support de très grande capacité (650 Mo soit environ 300000 pages dactylographiées). L'utilisateur ne peut ni effacer ni inscrire le disque. Le CD-ROM présente l'avantage d'offrir un accès plus convivial à l'information : écran guidé, cheminement hypertexte, application multimédia (par exemple : séquence sonore, illustration graphique venant compléter l'information textuelle).

Le CD-ROM se présente comme support éditorial pour la diffusion de la documentation technique et logiciel.

2.1.1- Choix des CD-ROM

Comme dans le cas de la recherche manuelle, le domaine dans lequel se situe le sujet est important dans le choix des CD-ROM. Dans notre cas nous avons choisi les cd-roms Pascal et Docthèse.

2.1.2- Présentation

Pascal

- couverture : 1987-
- couverture géographique : internationale
- mise à jour trimestrielle
- langue : français, anglais

Produit par l'INIST du CNRS, la base Pascal constitue un ensemble unique de 9 millions de références qui sont multidisciplinaires ; couvrant l'essentiel de la littérature mondiale en sciences, technologie, médecine. Elle s'accroît chaque année de 500000 références issues de l'analyse de 8500 titres de périodique internationaux, d'actes de congrès, Thèse, rapport...

2.1.3- Interrogation

Grâce aux accès multicritères, on peut effectuer une recherche sans contrainte de temps. Il faut aussi tenir compte de la stratégie de recherche, trois étapes peuvent être utilisées :

- choisir les critères ou les mots-clés.
- prévoir toutes les combinaisons de recherches pour avoir des notices pertinentes.
- savoir utiliser les troncatures.

DocThèse

DocThèse est une base de donnée sur CD-ROM qui recense les thèses de doctorat soutenues en France :

- depuis 1972, pour les lettres (et sciences humaines et sociales) et les Sciences
- depuis 1983, pour les disciplines de santé (à l'exception des thèses de médecine vétérinaire, à partir de 1990).

Il permet la recherche des notices par auteur, mots du titre, discipline, etc. Avec l'avantage d'obtention des informations sur la localisation de la copie d'une thèse particulière (bibliothèque possédant l'exemplaire).

La base est produite par le Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche, en collaboration avec l'Agence Bibliographique de l'Eseignement Supérieur et Chadwyck-Haley France.

Intérrogation

La recherche sur DocThèses s'effectue en interrogeant trois types de champs à savoir :

- mots-clés : qui contient les mots ou les chiffres individuels d'un champ donné. Les champs mots-clés peuvent servir à la recherche, soit en saisissant les mots nécessaires dans la boîte de recherche , soit en sélectionnant un mot dans un index alphabétique.
- phrase discipline : permet de retrouver les thèses par sujet d'étude
- date : permet de retrouver une thèse par l'année de soutenance

La combinaison des critères permet d'obtenir des réponses plus pertinentes.

2.2- Banques de données en ligne

L'interrogation en ligne nécessite une description assez détaillée du sujet de recherche, à savoir:

-bien choisir les mots-clés les plus représentatifs et leurs synonymes (en français comme en anglais).

tenir compte de toutes les formes sous lequel le mot est répertorié (en s'aidant du lexique , thésaurus...

- prendre les mots dans tous les sens
- s'intéresser à l'effet et à ses conséquences, à un mot et à son contraire, à un mot et son environnement logique...
- développer les sigles, se méfier des abréviations, envisager tous les cas possibles.
- pour que la recherche soit assez sélective on pourra exclure les problèmes spécifiques liés aux types de document (Thèses, brevet...).

La connaissance de quelques auteurs ayant publiés sur le sujet est un atout pour la recherche. Enfin, il faut se donner une limite dans le temps.

2.2.1- Choix des bases

On a choisi des banques en tenant compte de plusieurs critères :

- sa richesse, son ancienneté, sa couverture géographique
- la nature des documents analysés, le délai d'entrée et des mises à jour des données.
- la structuration du vocabulaire, la fiabilité de l'indexation

Bases interrogées : pascal (14) ; compendex (6) ; NTIS (4). L'interrogation a été fait sur le serveur ESA.

2.2.2- Description des bases

Base 14 Pascal

- couverture : 1973-1996
- mise à jour mensuelle
- nature : référence bibliographique

C'est une base de données bibliographique multidisciplinaire, qui couvre l'essentiel de la littérature mondiale en science, technologie, médecine. Produit par l'INIST (voir commentaire sur le cd-rom Pascal).

Base 6 NTIS

- couverture : 1964-
- mise à jour bimensuelle
- nature : référence bibliographique

C'est une base bibliographique multidisciplinaire (chimie, médecine, biologie...) , qui couvre tous les rapports techniques de recherche provenant de 300 agences fédérales du gouvernement américain (NASA, Département of defense...). Elle est produite par L'US Department of commerce. National technical information service (NTIS).

Base 4 Compendex plus

- couverture : 1970-
- mise à jour : mensuelle
- nature : Référence bibliographique

C'est une base de données qui couvre l'essentiel des périodiques et publications d'organisations et sociétés d'ingénierie dans le domaine des sciences de l'ingénieur (chimie, informatique, biologie, mécanique...) et le génie civil. Elle est la réunion (sans redondance) de Compendex et EI Engineering meetings. Produite par Engineering information.

2.2.3-Strategie d'interrogation

Pour des raisons liées au coût de l'interrogation la recherche doit être préparée avant la connection.

Pour ce faire, Il convient :

- de connaître à l'avance les bases à interroger
- d'élaborer les équations de recherche à partir des fiches techniques des bases, des lexiques ou du thésaurus, ce qui permet de choisir de façon univoque un terme sans avoir à établir des équivalences, la synonymie)

Enfin, élaborer une strategie de retrait telle que :

- on obtient beaucoup de références (éliminer d'abord les doublons dans le cas d'une interrogation simultanée de plusieurs bases)
- on regarde quelques références
- on essaie de trouver de nouvelles idées pour affiner, étendre, améliorer la recherche.

2.2.4- Résultats

On a effectué l'interrogation simultanée (one search) sur trois bases (14,6,4).

b 4,6,14

base 4 : Compendex*plus : 1969-96, 19

base 6 : NTIS : 1964-96, 08

base 14 : Pascal : 1973-96

? s organic ? (1w) ligand ? ?

1 268 organic ? (1w) ligand ? ? 268 réponses pour organic ligand

? s recovery ?

2 107345 recovery ? 107345 pour recovery

? s heavy (w) metal ? ?

3 10827 heavy(w) metal ? ? 10827 pour heavy metal

? c1*2*3

4 1 1*2*3

On remarque que le croisement des trois questions précédentes donne une seule référence (que l'on peut visualiser par la commande type/s/1). Le silence est important, il faut donc modifier la formulation de la question.

? ds

SET ITEMS DESCRIPTION

1 268 organic ? (1w) ligand ? ?

2 107345 recovery ?

3 10827 heavy(w) metal ? ?

4 1 1*2*3

? s ligand ? ?

5 9020 ligand ? ?

? c2*3*5

6 9 2*3*5

On obtient une nette amélioration de la réponse que précédemment.

Etant donnée que l'on travaille simultanément sur trois bases, l'on doit s'assurer que les références ne se repètent pas (doublons). Pour ce faire, il convient de les éliminer par la commande rd.

? rd 6

9 items processed

...sorting...

7 9 6

Il n'y a pas de doublons dans ce cas.

Toujours dans le soucis d'éliminer le silence, on va restreindre la combinaison à deux questions (2 et 3)

? ds

SET ITEMS DESCRIPTION

1 268 organic ? (1w) ligand ? ?

2 107345 recover ?

3 10827 heavy (w) metal ? ?

4 1 1*2*3

5 9020 ligand ? ?

6 9 2*3*5

7 9 6 (rd)

? c2*3

8 749 2*3

On remarque une augmentation du nombre de réponses avec la diminution de critères.

Pour affiner la réponse, on va préciser le milieu dans lequel est récupéré ces métaux

? s sludges

9 4058 sludges

? 8*9

10 14 8*9

? rd 10 (vérification des doublons)

14 items processed

...sorting...

11 14 10 (pas de doublons)

On a limité dans le temps la question 8 et 3 et l'on a repris l'interrogation comme pour la question (8).

?1 _8/90-96

12 344 8/90-96

? 1_s3/ti

13 2981 3/ti

? c13*2

14 173 13*2*

? rd 14

100 items processed

173 items processed

...sorting...

15 166 14 (rd)

Pour la question 14, on note l'existence de 7 doublons.

Les termes de la question (1) peuvent être remplacés par le terme "chelator" (synonyme).

? s chelator ? ?

16 192 chelator ? ?

? c2*3*16

17 3 2*3*16

Type 17/s/1-3 (visualisation des résultats)

Ici, la réponse est nettement meilleure qu' en utilisant les termes de la question (1).

En plus, les réponses sont pertinentes.

Après cette interrogation, on note la nécessité d'une bonne préparation pour l'utilisateur, et l'importance d'une fiabilité d'indexation de la base. On ne trouve pas toujours ce que l'on veut, car le taux de bruit est important, mais avec un peu de stratégie élaborée avant et pendant l'interrogation, on arrive à soutirer quelque chose dans ce flux d'information.

3- Recherche sur internet

3.1- Présentation d'internet

C'est le plus grand réseau informatique au monde issu de l'interconnection des réseaux, depuis les réseaux d'entreprise (RLE) aux réseaux informels (universités, administrations...) Internet procure à ses utilisateurs une très grande variété de services (qu'il est impossible d'énumérer ici). Mais nous avons retenus deux services qui ont été utiles pour notre travail à savoir :

- le courrier électronique (que nous n'aborderons pas)
- la recherche documentaire

3.2- Interrogation sur internet

De nombreux ordinateurs disposent de fichiers d'information libres d'accès. Ces fichiers peuvent comprendre des textes, des catalogues de cartes postales, du son , des images. Ainsi, quand on effectue une recherche sur un sujet précis, les outils de recherche ou de "navigation " (Archie, Gopher, Wais, WWW) feront le tour des bases de données pour chercher des fichiers correspondant à la description fait du sujet (termes de recherche). Pour effectuer une recherche exhaustive sur un sujet, comme dans une bibliothèque traditionnelle, on commence par des recherches simples par termes, en fonction des résultats obtenus on oriente les recherches vers d'autres aspects.

Le fait que les informations présentent des liens entrent elles (cas de l'hypertexte dans le world wide web), internet paraît comme une source d'information précieuse.

Etant donnée la multitude des bases consultées, le nombre de réponses reçues est relativement élevé, ce qui pose souvent le problème de pertinence de l'information recherchée (pas de possibilité de combinaison de termes, car la machine effectue la recherche par termes séparés dans l'équation). Le taux de pertinence dans certains cas reste faible. Enfin, on note également la difficulté d'obtenir les références bibliographiques surtout dans notre cas.

4- Comparaison

4.1- Comparaison des méthodes de recherches

Avantages

Recherche manuelle

- Utilisation pour recherche préliminaire
- Détermination des mots-clés (thésaurus)
- Consultation facile sans contrainte technique et de temps

Inconvénients

- Accès lents et moins aisés

Recherche automatisée

- Accès rapide et facile
- Possibilités de combiner plusieurs critères
- Consultation des documents extérieurs sans se déplacer

- Contraintes techniques liées aux matériels et réseaux

-Pas de possibilités de combiner plusieurs critères

-Existence de bruit et de silence dans une base de données

-Consultation sur place

4.2- Comparaison de l'interrogation des bases de données

Bases en ligne

Bases locales (cd-rom)

Avantages:

-consultation des références plus récentes

-formulation des questions plus aisé

-faciliter de la mise en place de poste de travail

-pas de commandes et de syntaxe structurées

-sans préoccupation de coût

Inconvénients:

-maintenance des réseaux et développement de la base
-contrainte du temps: le coût
-commandes spécifiques

-abonnement périodique
-références non récentes

DEUXIEME PARTIE

II- SYNTHÈSE

Approche de formulation

La sélection des références s'est fait selon deux cas de formulation :

Cas n°1



Cas n°2



L : représente le ligand organique

n : le nombre de ligands engagés dans le complexes

M_i : le métal lourd à extraire (il peut être sous forme d'ion libre ou engagé dans une liaison)

A : anion ou contre ion.

Le premier cas illustre les complexes qui peuvent être obtenus par échange métallique entre un complexe existant et un métal à extraire. En général le métal M₁ (alcalin ou alcalino-terreux) et M₂ un métal lourd qui forme un complexe plus stable avec L que M₁. Dans le cas n°2 , le ligand complexe le métal quelque soit sa forme (cas des macroligands)

Les propriétés exigées des complexes formés sont :

- une grande stabilité thermique
- facilement distillables
- solubles en milieu organique

- Les méthodes d'analyse retenues sont :
- les méthodes chromatographiques
- échange d'ion
- méthodes spectrométriques

Nous avons rencontrés un grand nombre de références sur la récupération des métaux à partir des ligands organiques. Les ligands recensés sont regroupés autour des familles qui sont représentées dans le tableau ci-dessous.

Il est à noter que les complexes formés par ces ligands avec les métaux lourds ont la propriété d'être volatiles et solubles. Ce qui facilite ainsi leur distillation. Ils présentent en outre une grande stabilité thermique, en moyenne, la température de décomposition atteint 300°C, d'où leur grande utilité dans le dépôt chimique en phase vapeur (CVD = chemical vapor deposition).

Les références sélectionnées sont regroupées sur la base des propriétés des complexes et leurs méthodes d'analyse formés.

Tableau

Ligand	propriétés des complexes formés	méthodes d'analyse
acétylacetone	volatiles et solubles/volatiles	IR, RMN, Chromatographie
alkoxyde	volatiles et solubles, grande stabilité thermique	IR, RMN, Chromatographie
dithiocarbamate	stable et soluble	IR, RMN, Chromatographie
alane	volatile	Chromatographie
acides aminés	stabilité thermique (25 à 300°C)	thermoanalyse
macroligand	soluble et stable	IR, RMN, Chromatographie

TROISIEME PARTIE

III- BIBLIOGRAPHIE

Complexes solubles et volatiles : synthèse et caractérisation

GOEL SC. ; CHIANG MY. & Coll., Preparation of soluble and volatile zinc dialkoxides..., *Inorganic chemistry*, 1990, vol. **29**, pp4646-4652.

MATCHETT MA ; CHIANG MY ; BUHRO WE, Soluble and volatile alkoxides of bismuth : structurally characterized bismuth trialkoxide..., *Inorganic chemistry*, 1990, vol. **29**, n°3, pp. 358-360.

PONCELET O ; HUBERT6PFALZGRAF LG & Coll., Soluble and volatile yttrium and copper alkoxo-acetylacetonato derivatives..., *Inorganic chemistry*, 1990 (à compléter)

SIRIO C ; PONCELET O & Coll, Reaction between copper (II) β -diketonates and metal alkoxides as a route to soluble and volatile copper (II) oxide..., *Polyhedron*, 1992, vol **11.**, n°2, pp177-184.

Complexes volatiles : synthèse et caractérisation

AGGARWAL S.K. ; KINTER M. & Coll. Determination of isotope ratios of chromium, nickel, zinc and copper by gas chromatography- mass spectrometry by using volatile metal chelates, *Analitica chimica acta*, 1991, vol. **224**, n°2, pp. 83-95.

AKATSUKA K. ; ATSUYA I., Direct analysis of solid samples by atomic absorption following preconcentration of trace elements from seawater with 8-hydroxyquinoline, *Fresenius zeitschrift für analytische chemie*, 1987, vol. **329**, n°4, pp. 453-456.

AMANO R ; SHIOKAWA Y., A volatile thalium chelate, (2,2,6,6-tetramethyl-3,5-heptadionato)Tl(I), *Inorganica chimica acta*, 1993, vol. **203**, n°1, pp. 9-10

BARR D. ; EDWARDS A.J. & Coll., A new halide-free route to metallo-organic cadmium complexes : synthesis and characterization, *J. chem. soc.*, 1994, n° **14**, pp. 1627-1628.

BAUM T.H. ; LARSON C.E. & Coll., Ligand-stabilised copper (I) hexafluoro acetylacetonate complexes/ NMR spectroscopy and structure and nature, *J. of organometallic chemistry*, 1992, vol. **425**, n°1-2, pp. 189-200.

BOCHMANN M., WEBB K.J. & Coll., Volatile Cadmium chalcogenato complexes as single source precursors for the MOCVD growth of II-VI films. Precursors for cvd and MOCVD, *European Journal of solid state and inorganic chemistry*, 1992, vol. **29**, n° sup, pp. 155-166.

BOCHMANN M ; WEBB K & Coll., Synthesis, structure and gas-phase decomposition..., *Angewandte chemie*, 1990, vol. **102**, pp. 703-704.

BRADLEY DC ; CHUDZYNSKA & Coll., The preparation and characterization of volatile derivatives of trivalent metals using fluorinated alkoxide ligands..., *Polyhedron*, 1992, vol. **11**, n°3, pp. 375-379.

BRADLEY D.C. ; CHUDZYNSKA H & Coll., The synthesis and characterisation of volatile complexes of fluorinated alkoxides of yttrium..., *Polyhedron*, 1993, vol. **12**, n°15, pp. 1907-1918.

BRADLEY D.C. & Coll. , Ethylenediamine complexes of magnesium : the search for volatile compounds, (à cmopleter), 1993, vol. **30**, n°3, pp. 241-258.

BROOKS K.C., TURNIPSEED S.D. & Coll., Synthesis and characterization of volatile bismuth β -diketonate compounds for metal-organic chemical vapor deposition of film, *Chemistry of materials*, 1992, vol.4, n°4, pp 912-916.

CARDWELL T.J., ; LORMAN T.H., Liquid chromatographic analysis of bromination reaction of metal trifluoroacetylacetonates, *J. of chromatography*, 1989, vol. **479**, n°1, pp. 181-188.

CASTILLO JR. MIR JM, Determination of chromium by using volatile β -diketonate complexes, *Fresenius Zeitschrift für analytischr chemie*, 1987, vol. **328**, n°1-2, pp. 56-60.

CAUHAN R.S. ; KAKKAR L.R., Extractive separation of vanadium and its spectrophotometric determination with acetylacetone after reduction by dithionite, *Fresenius zeitschrift für analytische chemie*, 1990, vol. **336**,n°7, p. 593

CILIBERTO E. ;DI BELLA S. & Coll., Synthesis, structure, and bonding properties of a new volatile..., *Inorganic chemistry*, 1992, vol. **31**, n°9, pp. 1641-1644.

CILIBERTO E. ; DI BELLA & Coll., Synthesis , structure and bonding properties of a new volatile ..., *Inorganic chemistry*, 1992, vol.31, n°9, pp. 1641-1644

DRAKE S.R. ; HURSTHOUSE M.B. & Coll., The synthesis and X-ray structure characterisation of volatile complexes..., *J. chem. soc.*, 1993, n°5, pp. 478-480.

EL-NAGGAR H.A. & Coll., Synergetic solvent of extraction of cobalt (III) by acetylacetone mixed with alcohol, ketone, ether, *J. of radioanalytical and nuclear chemistry*, 1992, vol **157**, n°1, pp. 159-168.

FEDOSEEV E.V. & Coll., Volatile einsteinium hexafluoroacetylacetonate complexes, *J. of radioanalytical and nuclear chemistry*, 1987, vol. **116**, n°1, pp. 183-192

FEDOSEEV E.V. ; AIZENBERG M.I. ; Coll., Synthesis and thermochromatographic investigation of volatile hexafluoroacetylacetonate complexes of Mendeleevium and Fermium, *J. of radioanalytical and nuclear chemistry*, 1990, vol. **146**, n°2, pp. 459-465.

FERBURTEANU M., ANDRUH M., SEGAL E., On the thermal beha0viour of two coordination compounds of Ni(II) and Co(II)., *Thermochimica acta*, 1991, vol. **178**, pp. 241-248.

FISHER R.A. ; BEHM J. & Coll., Transition metal substituted volatile alanes galanes, and indanes : synthesis and structure, *Angewandte chemie, international edition in english*, 1993, vol.32, n°5, pp. 746-748.

FUJIWARA M., ; WAKITA H. & Coll., Preparation of 14-, 18-, and 22-membered tetraazamacrocycles and their complexing ability for copper (II) and nickel (II)...., 1990, vol **63**, n°12, pp. 3443-3449.

GARG ; WALIA S. ; JAIN V.K., Investigation of complexation equilibria and evaluation of thermodynamic parameters of complexes of bivalent metal ions with 2, 4-pentadione...., *Thermochimica acta*, 1991, vol.**185**, n°2, pp.263-269

GOEL SC ; KRAMER KS & Coll., Preparation and x-ray structures of volatile copper(II) alkoxides, *Polyhedron*, 1990, vol. **9**, n°4, pp. 611-613.

GREBENSHCHIKOV NR.. SIDORENKO GV. & Coll., Volatile β -diketonates of neptium (IV) and (VI), *Inorganica chimica acta*, 1988, vol. **145**, n°2, pp. 315-325.

GULUMIAM M. ; CASIMIRO & Coll., Evaluation of a new chelating agent for cadmium : a preliminary report, *Human & experimental toxicology*, 1993, vol.**12**, n°3, pp. 247-251.

HERMANN W.A. ? ANWANDER R. ; DENK M., Complexes of the lanthanides III : volatile neodymium and yttrium alkoxides with new bulky chelating ligands, *Chemische Berichte*, 1992, vol **125**, n°11, pp. 2399-2405.

HERMANN W.A. ; HUBER N.W. & Coll., Monomeric volatile alkoxides of chromium and bismuth, *Chemische Berichte*, 1993, vol.**126**, n°5, pp. 1127-1130.

Hermann W.A. ; Huber N.W. & Coll, Multiple bonds between main-groups elements and transition metals... Metals complexes of Niobium and Tantalum...., *Chemische Berichte*, 1992, vol. **125**, n°1, pp.117-118.

JACOB K. ; THIELE K.H., Contributions à la chimie des composés alkylés des métaux de transition. XLIX : réaction de l'acetylacetonate de cérium (IV) ..., *Zeitschrift für anorganische und allgemeine chemie*, 1986, vol.**543**, pp. 192-198.

JEFFRIES P.M. ; WILSON S.R.& Coll., Synthesis and characterization of volatile monomeric copper(II) fluoroalkoxides, *Inorganic chemistry*, 1992 ; vol. **31**, n°22, pp. 4503-4509.

KAZMIERSKI W.M., Metal chelating aminoacids in the design of peptides and proteins...., *Tetrahedron letters*, 1993, vol. **34**, n°28, p. 4421, pp. 4493-4496.

Kogane T. & Coll. Structure and spectral properties of some bis(β -diketonato) copper (II) diazole complexes-II, *Bull. of the chemical society of Japan*, 1990, vol. **63**, n°4, pp. 1005-1009

LARA-CAZENAVE ; LARA Marie Belen & Coll., Spéciation de métaux lourds (Cadmium, Cuivre, Plomb et Zinc) dans les eaux de ruissellement, *Thèse doct/Université de Pau, PAU.FRA/1994/94 PAUU3010*.

LASSNER J.A. ; LASHER L.B. & Coll., Reclaim spent properly, *Chemical engineering progress*, 1994, vol. **90**, n°8, pp. 95-97.

- MIELE P. & Coll., Synthesis and cristal structure of a volatile molecular precursor of copper..., *European journal of solid state and inorganic chemistry*, 1992, vol. **29**, n°3, pp. 573-583.
- OVCHARENKO V.I. ; PATRINA L.A. & Coll., Nouveau groupe de chelates volatiles de metaux de transitions avec une énaminoacétone..., *Zurnal neorganiceskoj Imii*, 1986, vol. **32**, n°5, pp. 1129-1134.
- NOEVER D.A. ; MATSOS H.C., & Coll., Organic chelation of cadmium using DI-PDMS : a bioconvective test for protective effects, *J. of env. science and health. part. A, Environmental science and engineering*, 1994, vol. 29, n°7, pp 1283-1293
- PAPIERNIK R ; HUBERT-PFALZGRAF LG ; MASSIANA MC, Heavy main group molecular precursors of oxides : volatile and lead (II) alkoxides and oxoalkoxides, *Inorganica chimica acta*, vol. **165**, n°1, pp.1-2
- PURDY AP, GEORGE CF, Volatile copper and barium-copper alkoxides. Crystal structure of a tricoordinate copper (II) complex, *Inorganic chemistry*, 1991, vol. **30**, n°9, pp1969-1970.
- RAM LAKHAN & Coll., Ternary complexes of 3d metal-II ions with acetylacetonate and salicylaldoxime, *Transition chemistry (Weinheim)*, 1990, vol.**15**, n°5, pp. 379-382
- SAVAS T'YANOV A.I. & Coll., *Zurnal neorganiceskoj Himii*, 1987, vol. **32**, n°5, pp. 1184-1186.
- SEKINE T. ; KUBO T. & Coll., Rate of back extraction of tris (acetylacetonato) and tris(trifluoroacetylacetonato)chromium(III) from carbon..., *Bull of chem. soc. of Japan*, 1992, vol. **65**, n°2, pp415-420.
- SHIN HK ; CHI KM & Coll, Chemistry of copper (I) β -diketonates complexes II : synthesis, characterization..., *Inorganic chemistry*, 1992, vol. **102**, n°6, pp703-704.
- SHIN H.K. ; HAMPDEN-SMITH M.J. & Coll., Synthesis of volatile, fluorinated β -ketoiminato copper(I) complexes, *J. chem. soc.. Chem. communications*, 1992, n°3, pp217-219.
- SNEZHKO N. ; MOROZ S.& Coll., Metal chelate of some β -diketonates as volatile precursors, *Materials science & engineering. B, Soild-state materials for advanced technology*, 1993, vol. **18**, n°3, pp. 230-231
- SOLARI E. & Coll., (2,4-pentadionato) vanadium (III) and vanadium (II) complexes : synthesis from the oxovanadium reductive chlorination and their structural characterisation, *Inorganic chemistry*, 1992, vol. **31**, n°1, pp. 141-144.
- SZYMANOWSKI I., Progrès dans le domaine d'extraction des métaux, *Rudy i metale niezelazne*, 1987, vol. 32, n°7, pp. 262-266.
- WILLIAM PAM ; BARAN E.J., Interaction of the vanadyl (IV) cation with phytic acid, *Biological trace element research*, 1993, vol. **36**, n°2, pp. 143-150.

YOSHIDA S. ; KOBASYASHI M. & Coll., *Nippon Kagaku Kaaishi* (1972), 1992, n°5, pp. 509-511.

Méthodes d'analyse

CASTILLO JR. ; LABORDA F. & Coll., Volatile phase introduction of metallic β -diketonates in atomic absorption spectrometry : zinc acetylacetonate, *Mikrochimica acta*, 1986, vol. 3, n°5-6, pp. 407-416.

JASIM F., Simultaneous thermal analysis of zirconium (IV) acetylacetonate in a helium atmosphere, *J. of thermal analysis*, 1991, vol. 37, n°1, pp. 149-153.

KATSUTA S. ; SUZIKI N., Enhancement effect of 3,5-dichlorophenol on the solvent extraction of copper (II) and zinc (II) with acetylacetone and trifluoroacetylacetone, *Talanta : (Oxford)*, 1992, vol. 39, n°7, pp.849-855.

KATSUTA S. ; IMURA H. & Coll., Enhancement effect of pentafluorophenol on the liquid-liquid partition of tris (acetylacetonato) complexes of chromium (III) and cobalt(III), *Chemistry letters*, 1991, n°4, pp. 733-736

MARSHALL EM. GALLAHER TN & Coll., Gas chromatographic separation of zirconium and hafnium, *J. of chromatographic Science*, 1988, vol. 26, n°7, pp. 352-353.

MARTYNOVA T.N. ; NIKULINA L.D. & Coll., Complex thermoanalytical. Studies on volatile rare earth element β -diketonates, *J. of element analysis*, 1990, vol. 36, n°1, pp.203-213.

SAITO N. ; IKUSHIMA Y. ; GOTO T., Liquid/solid extraction of acetylacetone chelates with supercritical carbon dioxide, *Bull of the chem. soc of Japan*, 1990, vol. 63, n°5, pp. 1532-1534.

SATO T., Thermal extraction decomposition of the solvent extracted molybdenum (VI) complexes from hydrochloric acid solution with trioctylamine..., *J. of thermal analysis*, 1991, vol 37, n°6, pp. 11309-1327.

SHENDEL J. ; WEHRY E. L., Laser photofragmentation fluorescence spectrometry of volatile β -diketonate metal chelates, *Analytical chemistry* (Washington), 1988, vol.60, n°17, pp. 1759-1762.

TAO H. ; IMAGAWA T. & Coll. Determination of acetylacetonates of beryllium and chromium by GC/ helium-induced plasma emission spectrometry, *Bunseki Kagaku*, 1987, vol. 36, n°7, 447-450.

TSEROUSKY E. ; ARPADJAN S. & Coll., Chemical modification of volatils elements in organic solvent and extracts..., *Spectrochimica acta. part. B. Atomic spectroscopy*, 1992, vol. 47, n°8.

