Microdosage électrolytique du zinc et son application au laiton

Autor(en): **Wenger, P. / Cimerman, Ch. / Tschanun, G.**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **18 (1936)**

PDF erstellt am: **25.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-743108

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.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

provoquer la formation d'« empois ». Mais tant qu'il n'y a pas dégradation chimique, ces transformations n'aboutissent jamais à une véritable dissolution.

Il en résulte encore que les modifications physiques des solutions d'amidon, désignées par le terme de « vieillissement » ou « maturation » résultent de deux phénomènes: *a)* la diffusion lente de l'amylose et d'autres substances des réseaux spongieux de l'amylopectine et *b)* la cristallisation de l'amylopectine et de l'amylose; à des températures peu élevées et à l'abri d'actions bactériennes, d'autres réactions secondaires, comme par exemple des phénomènes d'hydrolyse, n'entrent pas en ligne de compte.

Séance du 2 juillet 1936.

P. Wenger, Ch. Cimerman et G. Tschanun. — *Microdosage électrolytique du zinc et son application au laiton.*

Première partie.

Microdosage du zinc.

On utilise l'appareil pour la microélectrolyse de Pregl [1].

La solution neutre ou légèrement acide (2-3 cc), contenant 0,5-3 mgr de cation zinc, est introduite dans un tube à essais de 15 mm de diamètre et de 110 mm de long. On verse, goutte à goutte, sans excès, une solution de soude caustique à 10% jusqu'à redissolution de l'hydroxyde de zinc formé tout d'abord. On ajoute de l'eau distillée de façon à ce que le niveau du liquide atteigne celui du haut du treillis cylindrique de la cathode de platine.

La cathode cuivrée et l'anode, mises en place, on électrolyse à froid 20 minutes (5-6 volts; 0,2-0,8 ampères). Pendant l'électrolyse la solution s'échauffe. Après les premières 10 minutes, on rince avec de l'eau distillée les parois du tube et le bas du réfrigérant; le niveau du liquide dépasse alors de

[1] F. Pregl, *Die quantitative organische Mikroanalyse*, S. 185, 3. Auflage. Verlag J. Springer, Berlin, 1930.

2-3 mm le treillis de la cathode. Pendant les dernières cinq minutes, on refroidit la solution en plaçant sous le tube un petit becher rempli d'eau. On retire les électrodes, on lave la cathode à l'eau, à l'alcool et à l'éther; on rougit l'extrémité de la tige de la cathode dans la pointe d'une flamme de gaz, afin d'éliminer les traces de mercure du godet dans laquelle elle trempait; on sèche la cathode au-dessus d'une flamme de Bunsen; on laisse déposer 5 minutes sur un bloc de nickel à côté de la balance et on pèse ensuite.

Cuivrage de la cathode. — La cathode doit être recouverte préalablement de cuivre ou d'argent à cause de l'adhérence du zinc sur le platine [1].

Mode opératoire: On introduit dans un tube à électrolyse, analogue à celui décrit plus haut, 4 cc d'une solution de sulfate de cuivre contenant environ 4 gr $CuSO_4.5H_2O$ par litre, 2 gouttes d'acide sulfurique conc., 2 gouttes d'acide nitrique conc. et une quantité d'eau telle que le niveau du liquide dépasse de 2-3 mm celui de la solution qu'on aura à analyser. On électrolyse à chaud pendant 2-3 minutes (3-4 volts). On retire la cathode et on la traite comme indiqué pour le dosage du zinc.

Voici, à titre de renseignements, quelques résultats tirés de nombreuses analyses faites par cette méthode:

TABLEAU I.

Essai n°	Quantité de zinc théorique en mgr	Quantité de zinc trouvé en mgr	Différence en mgr
1	3,009	3,01	+ 0,001
2	3,009	3,00	— 0,009
3	2,006	2,00	— 0,006
4	2,006	2,01	+ 0,004
5	1,003	1,00	— 0,003
6	1,003	1,01	+ 0,007
7	0,501	0,51	+ 0,009
8	0,501	0,50	— 0,001

Comme l'indique ce tableau les résultats sont précis.

[1] A. HOLLARD et L. BERTIAUX, *Analyse des métaux par électrolyse*, p. 56. Edit. Dunod, Paris, 1930.
K. NEUMANN-SPALLART, Mikrochemie, *2*, 157 (1924).

Remarques: 1. Les pesées ayant été faites au 0,01 mgr les résultats trouvés sont donnés avec deux décimales seulement.

2. Les dosages pour l'établissement de cette méthode ont été faits avec une solution de sulfate de zinc ($ZnSO_4.7H_2O$) puriss. de Merck, dont le titre a été établi par la méthode classique au pyrophosphate de zinc [1].

Deuxième partie.

Microdosage du laiton (Cu-Zn).

On attaque à chaud dans un Phillips 0,4-0,5 gr d'alliage au moyen de 2 cc d'acide nitrique à 50%, on dilue avec de l'eau et l'on fait un volume de 100 cc.

A. *Electrolyse du cuivre* (d'après la méthode de A. Benedetti-Pichler [2] modifiée par nous). — On introduit 1-2 cc de la solution d'alliage dans le tube à électrolyse, on additionne 1-2 gouttes d'acide sulfurique conc. et on électrolyse à chaud pendant 25 minutes (3-4 volts, 0,1-0,7 ampères). Après les premières 10 minutes, on rince les parois du tube avec 0,5-1 cc d'eau; pendant les 5 dernières minutes on refroidit la solution comme indiqué pour le zinc. Au bout de 25 minutes, on soulève les électrodes, on les lave dans le tube avec environ 3 cc d'eau et on traite la cathode ensuite comme pour le zinc.

B. *Electrolyse du zinc.* — Avant de procéder à l'électrolyse, on cuivre la cathode comme indiqué (après l'électrolyse du cuivre il n'y a guère que le quart de la surface cuivrée). La solution obtenue après le dosage du cuivre est additionnée de quelques gouttes d'une solution de soude caustique à 50%; vers la fin, d'une même solution à 10% jusqu'à dissolution de l'hydroxyde de zinc. On procède alors à l'électrolyse comme dans la première partie.

[1] F. P. TREADWELL, *Manuel de Chimie analytique*, tome II; *Analyse quantitative*, 4me édit. fr., p. 134 (1935).

[2] A. BENEDETTI-PICHLER, Z. anal. Ch., *62*, 321 (1923).

Voici à titre de renseignements quelques résultats d'analyses d'un laiton fourni par la maison Dr Hoepfner Gebr., Hambourg (Cu 71,60%; Zn = 28,40%).

TABLEAU II.

Essai n°	Cu théor. en mgr	Cu trouvé en mgr	% Cu théor.	% Cu trouvé	Zn théor. en mgr	Zn trouvé en mgr	% Zn théor.	% Zn trouvé
1	2,729	2,72	71,60	71,36	1,082	1,09	28,40	28,59
2	4,094	4,11	71,60	71,88	1,624	1,64	28,40	28,68
3	5,458	5,47	71,60	71,75	2,165	2,16	28,40	28,33

Comme on peut le voir les résultats sont précis.

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

Ch. Cimerman et P. Wenger. — *Microdosage volumétrique du zinc.*

Principe de la méthode:

On précipite le cation zinc au moyen d'une solution alcoolique d'o-oxyquinoléine comme $Zn(C_9H_6ON)_2.2H_2O$. Le précipité, filtré et lavé, est dissous dans de l'acide chlorhydrique. On ajoute dans la solution acide un excès d'une liqueur: bromate de potassium + bromure de potassium. Le brome libéré selon l'équation:

$$KBrO_3 + 5KBr + 6HCl = 3Br_2 + 6KCl + 3H_2O$$

forme avec l'o-oxyquinoléine un dérivé dibromé (5,7-dibromo-8-oxyquinoléine).

$$C_9H_7ON + 2Br_2 = C_9H_5ONBr_2 + 2HBr$$

Après la bromuration, on ajoute une solution d'iodure de potassium. L'excès de brome déplace l'iode.

$$2KJ + 2Br = 2KBr + J_2$$