Zeitschrift: Archives des sciences physiques et naturelles
Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève
Band: 18 (1936)

Artikel: Microdosage volumétrique du zinc
Autor: Cimerman, Ch. / Wenger, P.
DOI: https://doi.org/10.5169/seals-743109

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: 12.07.2025

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

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.

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

Ce dernier est titré au moyen d'une solution de thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur.

$$J_2 + 2Na_2S_2O_3 = Na_2S_4O_6 + 2NaJ$$

$$1 \text{ cc de } KBrO_3 \frac{N}{20} \rightarrow 0{,}4086 \text{ mgr Zn} .$$

Ce dosage volumétrique indiqué par R. Berg [1] en 1926, a été depuis largement utilisé par plusieurs auteurs [2] pour l'analyse de divers éléments.

Après une étude systématique des différents facteurs jouant un rôle dans le dosage de petites quantités de zinc (de l'ordre de mgr ou de fraction de mgr), soit:

1. La quantité de zinc,
2. Le volume,
3. Le P_h,
4. La concentration et la quantité de réactif (o-oxyquinoléine),
5. Le liquide de lavage,
6. La technique de filtration et de dissolution du précipité,
7. La concentration et la quantité d'acide chlorhydrique pour la dissolution du précipité,
8. La concentration et la quantité de la solution de bromate-bromure de potassium,
9. La concentration de la solution de thiosulfate de sodium,
10. La technique de titrage,

nous avons établi la micro-méthode suivante:

Mode opératoire: La solution neutre ou légèrement acide (2-3 cc), contenant 0,2-2 mgr de cation zinc, est introduite dans un erlenmeyer de 50 cc de capacité. On ajoute 2 gouttes d'indicateur universel de Merck, 2 gouttes d'acide acétique à 10% et quelques gouttes d'une solution d'acétate de sodium à 40% jusqu'à ce que l'indicateur montre le P_h 5-6. On chauffe

[1] R. Berg, Pharm. Ztg., *71*, 1542 (1926); J. f. prakt. Chem., *115*, 178 (1927); Z. anal. Ch., *71*, 171 (1927).

[2] Die chem. Analyse, B. 34; R. Berg, *Das O-Oxychinolin*, Verlag F. Enke, Stuttgart, 1935.

sur une plaque jusqu'à commencement d'ébullition et l'on ajoute, goutte à goutte, au moyen d'une micropipette graduée, un léger excès d'une solution alcoolique à 1% d'o-oxyquinoléine fraîchement préparée (une quantité de réactif même double de la quantité théorique ne gêne pas). On agite et on laisse déposer 10 minutes. On filtre au moyen d'une baguette microfiltrante en verre d'Jena (surface filtrante G_3; longueur de la baguette 11 cm) [1] en aspirant doucement avec la trompe. On lave 4-5 fois avec de l'eau chaude, employant chaque fois 2 cc. On rince la baguette avec de l'acide chlorhydrique 2N et on souffle dans la tige pour expulser le liquide restant dans la coupe. Dans le but d'éviter toute introduction d'impuretés à l'intérieur de la baguette filtrante, on fixe sur la baguette avant l'insufflation un petit tube en verre garni d'ouate, au moyen d'un caoutchouc. On transporte la baguette dans un petit becher et on la rince encore une fois avec de l'acide chlorhydrique 2N, on aspire l'acide et on l'expulse ensuite dans l'erlenmeyer. L'opération est répétée 3-4 fois afin d'assurer un lavage complet de la baguette filtrante. On dissout finalement le précipité de zinc dans l'erlenmeyer au moyen de quelques cc d'acide chlorhydrique 2N. On emploie, en tout, pour le lavage de la baguette et la dissolution du précipité à peu près 10 cc. On ajoute une goutte d'une solution alcoolique de rouge de méthyle à 0,2%, on couvre l'erlenmeyer avec un verre de montre percé et on laisse couler lentement, goutte à goutte, par le trou, au moyen d'une micro-burette, un léger excès (20-35%) de la liqueur bromate-bromure de potassium $\frac{N}{20}$, en agitant de temps en temps. Le verre de montre a pour but d'éviter les pertes possibles de brome. Le changement de coloration de la solution se produisant déjà un peu avant le point d'équivalence, on ajoute à partir du virage au vert net 0,3-0,4 cc de la solution de bromate, en plus l'excès de 20-35% de la quantité totale ajoutée. On lave le bout de la burette avec un peu d'eau. Après la bromuration, on place sur

[1] Cette baguette est décrite sous modèle A dans notre travail: « Contribution à l'étude microanalytique du potassium ». Mikrochemie, *20*, 26 (1936).

le verre de montre percé un verre de montre plein, on agite 20-30 secondes et on additionne 1 cc d'une solution d'iodure de potassium à 2% fraîchement préparée. On agite 20-30 secondes et on titre l'iode libéré au moyen de la solution de thiosulfate de sodium $\frac{N}{20}$ jusqu'à éclaircissement et faible coloration jaune. On introduit alors 3 gouttes d'une solution d'amidon à 1% et on finit le dosage au moyen de la solution de thiosulfate de sodium $\frac{N}{100}$. Le virage est très net et brusque.

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

TABLEAU.

Essai n°	cc de sol. titrée de zinc	Quantité de zinc théorique en mgr	cc de sol. $KBrO_3 + KBr \frac{N}{20}$	cc de sol. $Na_2S_2O_3 \frac{N}{20}$	cc de sol. $Na_2S_2O_3 \frac{N}{100}$	Quantité de zinc trouvé, en mgr	Différ. en mgr
1	1	$2{,}017_3$	6,14	1,16	0,29	$2{,}011_1$	— 0,006
2	1	$2{,}017_3$	6,74	1,78	0,09	$2{,}019_3$	+ 0,002
3	0,5	$1{,}008_6$	3,00	0,49	0,23	$1{,}006_8$	— 0,002
4	0,5	$1{,}008_6$	3,37	0,86	0,16	$1{,}012_5$	+ 0,004
5	0,1	$0{,}201_7$	0,60	0,06	0,22	$0{,}202_6$	+ 0,001
6	0,1	$0{,}201_7$	0,60	0,09	0,11	$0{,}199_4$	— 0,002

Comme l'indique ce tableau, les résultats sont précis.

Remarques: 1. 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].

2. La teneur des solutions de $Na_2S_2O_3$ $\frac{N}{20}$ et $\frac{N}{100}$ a été établie au moyen de biiodate de potassium.

3. La solution de $KBrO_3$-KBr $\frac{N}{20}$ a été préparée par dilution à partir d'une solution $\frac{N}{10}$ de Merck, le titre étant établi par les solutions de $Na_2S_2O_3$ titrées.

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

[1] F.-P. TREADWELL, *Manuel de Chimie analytique*, tome II; *Analyse quantitative*, 4me édit. fr., p. 134 (1925).