

# Microdosage du zinc au moyen de l'oxyquinoléine

Autor(en): **Cimerman, Ch. / Frank, D. / Wenger, P.**

Objektyp: **Article**

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

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

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-743091>

## **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.

section polie. Après l'attaque, on plonge le papier dans un bain de  $\text{HNO}_3$  ou  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dilué (1:20). Il apparaît alors une empreinte rouge-violacé, indiquant l'argent. Dans les mêmes conditions, les minerais de Cu (chalcosine, par exemple) donnent une empreinte bleu-violacé. Cette méthode ne convient donc pas pour la recherche de l'argent en présence de cuivre.

*Genève, Laboratoire de Minéralogie de l'Université.*

**Ch. Cimerman, D. Frank et P. Wenger.** — *Microdosage du zinc au moyen de l'o-oxyquinoléine.*

L'o-oxyquinoléine donne avec le cation zinc une précipitation quantitative, en milieu légèrement acétique, tamponné avec de l'acétate de sodium. R. Berg<sup>1</sup> a montré que le précipité séché à 105° a la formule:  $\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2 \cdot 1\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$  et séché à 130°-140°:  $\text{Zn}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$ . Il a établi les macrométhodes, gravimétrique et volumétrique, pour le dosage de cet élément au moyen de ce réactif.

Après étude des différents facteurs jouant un rôle dans ce dosage, soit:

1. La quantité de zinc,
2. Le volume,
3. Le  $\text{P}_h$ ,
4. La concentration et la quantité de réactif,
5. Le liquide de lavage,
6. La température et la durée de séchage,

nous avons établi la micro-méthode gravimétrique suivante, en employant la technique microchimique d'Emich, au moyen de la baguette microfiltrante (Filterstäbchen)<sup>2</sup>:

La solution neutre (1,5 cc), contenant 1-3 mg de cation zinc, est introduite dans un micro-becher de verre Jéna, dont les

<sup>1</sup> R. BERG, Z. anal. Ch., 71, 171 (1927). Die chemische Analyse, B. 34. Das O-Oxychinolin. Verlag F. Enke, Stuttgart, 1935.

<sup>2</sup> F. EMICH, Lehrbuch der Mikrochemie, 2. Aufl., S. 84. Verlag J. F. Bergmann, München, 1926.

dimensions sont: hauteur 55 mm, diamètre 18 mm. On ajoute 1 goutte d'indicateur universel de Merck, 2 gouttes d'acide acétique à 10% et quelques (6-7) gouttes d'une solution d'acétate de sodium à 40% jusqu'à ce que l'indicateur montre le Ph 5-6. On chauffe sur une plaque jusqu'à commencement d'ébullition et l'on ajoute, goutte à goutte, au moyen d'une micro-pipette graduée, un excès de 0,1 à 1 cc d'une solution alcoolique à 1% d'o-oxyquinoléine fraîchement préparée. On agite, on laisse digérer 1-2 minutes au bain-marie bouillant <sup>1</sup> en évitant les soubresauts et on laisse déposer 10 minutes. On filtre au moyen de la baguette microfiltrante en porcelaine, en aspirant doucement avec la trompe, on lave 8 fois avec de l'eau chaude, employant chaque fois 1-2 cc; on sèche le becher avec la baguette dans l'étuve de Benedetti-Pichler <sup>2</sup> à 155°-158° <sup>3</sup> (il faut pour cela que le bloc ait atteint 165°-168°), on aspire doucement avec la trompe, pendant 30 minutes. Après refroidissement de 15 minutes dans le tube, en dehors de l'étuve, on essuie le becher avec une flanelle humide et deux peaux de chamois. On laisse reposer sur un bloc de nickel pendant 15 minutes à côté de la balance, 5 minutes sur un bloc à l'intérieur de la balance, 5 minutes sur le plateau de la balance, on pèse alors à la 25<sup>me</sup> minute.

Voici à titre de renseignements quelques résultats tirés de nombreuses analyses faites par cette méthode (voir tableau page suivante):

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

*Remarque.* — Les mêmes résultats précis ont été obtenus avec la technique micro-chimique de E. Schwarz-Bergkampf au moyen de filtre-becher <sup>4</sup>.

<sup>1</sup> On peut utiliser, soit un bain-marie ordinaire, soit le bain-marie de W. REICH-ROHRWIG, *Mikrochemie*, 12, 189 (1932).

<sup>2</sup> A. BENEDETTI-PICHLER, *Mikrochemie Pregl-Festschrift*, 1929, p. 6. F. EMICH, *Mikrochemisches Praktikum*, 2. Auflage, S. 66. Verlag J. F. Bergmann, München, 1930.

<sup>3</sup> La température de 140° indiquée par R. Berg pour sécher le précipité est trop basse. En séchant à cette température, nous avons obtenu des résultats trop forts, de l'ordre de 1%.

<sup>4</sup> E. SCHWARZ-BER GKAMPF, *Z. anal. Ch.*, 69, 321 (1926).

Essai N°	cc de solution titrée de zinc	Quantité de zinc théorique en mgr	Poids du précipité obtenu en mgr	Quantité de zinc trouvé en mgr	Différence en mgr
1	0,5	1,008 <sup>6</sup>	5,469	1,011	+ 0,003
2	0,5	1,008 <sup>6</sup>	5,452	1,008	—
3	0,5	1,008 <sup>6</sup>	5,447	1,007	— 0,001
4	1	2,017 <sup>3</sup>	10,912	2,017	—
5	1	2,017 <sup>3</sup>	10,900	2,015	— 0,002
6	1	2,017 <sup>3</sup>	10,936	2,022	+ 0,005
7	1,5	3,025 <sup>9</sup>	16,350	3,023	— 0,003
8	1,5	3,025 <sup>9</sup>	16,365	3,026	—
9	1,5	3,025 <sup>9</sup>	16,388	3,030	+ 0,004

*Nettoyage des filtres:* Pour nettoyer les filtres, on dissout le précipité dans l'acide chlorhydrique dilué et chaud, en faisant bouillir quelques instants, on lave à l'eau et on sèche comme pour l'analyse.

Les dosages pour l'établissement de cette méthode ont été faits avec une solution de sulfate de zinc ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) puriss. de Merck, dont le titre a été établi par la méthode classique au pyrophosphate de zinc <sup>1</sup>.

Titre de la solution: 2,0173 mgr/cc.

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

<sup>1</sup> F.-P. TREADWELL, Manuel de Chimie analytique, tome II; Analyse quantitative, 4<sup>me</sup> édit. fr., p. 134 (1925).

