

Micro-séparations du zinc par l'o-oxyquinoléine

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

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **19 (1937)**

PDF erstellt am: **15.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-741879>

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.

d'acide chlorhydrique (1:200), sans neutraliser, pour nous rendre compte de l'influence de cette faible acidité. Les résultats ont été bons.

Remarque: Ceci est confirmé par le travail de H. Gôto, Journ. Chem. Soc. Japan, 55, 1156 (1934). Cf.: Ch. Abstracts, 29, 1029 (1935) d'après lequel on obtient une précipitation complète du cobalt à partir d'un pH de 4,41, donc en solution faiblement acide.

Il est bien entendu que si la solution est fortement acide il est préférable d'évaporer à sec, de reprendre par l'eau bidistillée, d'ajouter éventuellement 1 goutte d'acide chlorhydrique (1:200) et de procéder ensuite par la méthode habituelle.

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

Ch. Cimerman et P. Wenger. — *Micro-séparations du zinc par l'o-oxyquinoléine*¹.

*Zinc: d'avec calcium, strontium, baryum, aluminium,
chrome et plomb.*

I. *Micro-séparation du Zinc d'avec Ca⁺⁺, Sr⁺⁺, Ba⁺⁺.*

Le cation Zinc peut être séparé quantitativement d'avec les cations Ca⁺⁺, Sr⁺⁺, Ba⁺⁺ en introduisant les modifications suivantes à la méthode indiquée pour le Zinc seul²:

1) Le volume de la solution doit être de 20 cc.

2) Il faut laisser déposer le précipité de l'o-oxyquinoléate de Zinc pendant 15 minutes au lieu de 10, en refroidissant l'erenmeyer pendant les dernières cinq minutes dans de l'eau froide.

¹ Suite à la note: Ch. CIMERMAN et P. WENGER, I. *Micro-séparation du zinc au moyen de l'o-oxyquinoléine en milieu acétique*. II. *Micro-dosage volumétrique du zinc en milieu alcalin*. C. R. des séances de la Société de Physique et d'Histoire naturelle de Genève, vol. 54, p. 98 (1937).

² Ch. CIMERMAN et P. WENGER, *Micro-dosage volumétrique du Zinc*. C. R. des séances de la Société de Physique et d'Histoire naturelle de Genève, vol. 53, p. 116 (1936).

II. *Micro-séparation du Zinc d'avec Al⁺⁺⁺.*

La méthode indiquée pour le micro-dosage volumétrique du Zinc en milieu alcalin ¹ est également applicable sans modifications en présence d'Aluminium, à condition que la quantité d'Al⁺⁺⁺ présent ne dépasse pas 15-20 mgr ¹. En présence de quantités plus grandes, les résultats pour le zinc sont trop forts.

III. *Micro-séparation du Zinc d'avec Cr⁺⁺⁺.*

Les essais de micro-dosages du zinc par la méthode alcaline en présence de Cr⁺⁺⁺ ont donné des résultats trop faibles.

Par contre, il est possible de séparer le zinc d'avec le chrome par la méthode acétique ², toutefois en observant des conditions spéciales et si la prise d'essai ne contient pas plus de 10-12 mgr de Cr⁺⁺⁺.

Voici le mode opératoire pour cette séparation:

La solution neutre ou légèrement acide, contenant 1-2 mgr de cation Zn⁺⁺ avec le cation Cr⁺⁺⁺ (12 mgr au maximum) est introduite dans un erlenmeyer de 50 cc de capacité. On ajoute, goutte à goutte, une solution de soude caustique à 4% jusqu'à formation d'une légère opalescence, que l'on fait disparaître ensuite au moyen de 2-3 gouttes d'acide acétique à 10%, 6 gouttes d'une solution d'acétate de sodium à 40% et de l'eau bidistillée pour compléter le volume à 5 cc. L'erlenmeyer est chauffé sur un bloc de cuivre ² jusqu'à commencement d'ébullition. Le précipité formé après l'adjonction de l'acétate de sodium passe partiellement en solution à chaud et la liqueur devient violette. On ajoute, goutte à goutte, au moyen d'une micropipette, un fort excès d'une solution alcoolique à 1% d'o-oxyquinoléine fraîchement préparée (1,5 cc d'une solution de réactif à 1% pour chaque mgr. de zinc, ce

¹ Quantité rapportée à la formule Al₂(SO₄)₃.

² F. PREGL, *Die quantitative organische Mikroanalyse*, S. 74, 3. Aufl. Verlag J. Springer, Berlin, 1930.

qui correspond à un excès d'environ 240% ¹⁾ dans la solution qu'elle soit limpide, trouble ou contenant un précipité. On agite et laisse déposer pendant 10 minutes, en refroidissant pendant les 5 dernières minutes dans de l'eau froide. On filtre au moyen d'une baguette microfiltrante en verre d'Iéna (surface filtrante G. 3) et on poursuit le dosage comme indiqué pour le zinc seul ²⁾.

Le précipité d'o-oxyquinoléate de zinc a un aspect tout à fait normal.

Remarque: Oscar Hackl indique dans son article « Das Verhalten von Chrom zu o-Oxychinolin » ²⁾ que le chrome tri- et hexavalent précipite partiellement avec l'o-oxyquinoléine en solution acétique.

Il était donc nécessaire de vérifier si dans les conditions établies pour la séparation Zn-Cr et citées plus haut, le chrome ne donne pas lui-même une précipitation.

Nous avons procédé à une série d'essais : 0,05 gr de $\text{CrCl}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ de Merck sont dissous dans 2 cc d'eau bidistillée. On additionne quelques gouttes d'une solution de soude caustique à 4% pour obtenir une légère opalescence que l'on fait disparaître ensuite avec 2-3 gouttes d'acide acétique à 10%. On ajoute 6 gouttes d'une solution d'acétate de sodium à 40% et de l'eau bidistillée pour compléter le volume à 5 cc. Dans cette solution on procède au dosage comme indiqué pour la séparation Zn-Cr. Or, la quantité de bromate de potassium, retrouvée après opérations, correspond exactement à la quantité introduite; par conséquent, dans nos conditions, il n'y a aucune formation d'o-oxyquinoléate de chrome.

Le comportement du chrome vis-à-vis de l'o-oxyquinoléine dans des conditions différentes reste encore à étudier de plus près.

¹⁾ Les dosages effectués sur une solution titrée de zinc en absence de chrome avec le même excès de réactif et dans les mêmes conditions ont donné de bons résultats, ce qui prouve que cet excès ne gêne pas.

²⁾ O. HACKL, Zeitschrift anal. Chemie, 109, 91 (1937).

IV. *Micro-séparation du Zinc d'avec Pb⁺⁺.*

La micro-séparation du zinc d'avec le plomb peut se faire par les deux méthodes: acétique et alcaline.

a) *Méthode acétique.* — Les modifications suivantes sont à apporter aux conditions indiquées pour le dosage du zinc seul:

- 1) Le volume doit être de 20 cc.
- 2) La baguette filtrante doit être G.4 au lieu de G.3, le précipité étant très fin.
- 3) Le précipité doit déposer 60 minutes au lieu de 10¹.

La prise d'essai ne doit pas contenir plus de 30 mgr Pb⁺⁺.

b) *Méthode alcaline.* — La méthode alcaline¹ est applicable sans modifications.

La prise d'essai ne doit pas contenir plus de 125 mgr Pb⁺⁺.

Voici, à titre de renseignements, quelques résultats tirés de nombreuses analyses pour chacune des séparations indiquées.

TABLEAU.

Es-sais N ^{os}	Quantité de zinc théorique en mgr	Quantité de sel étranger en mgr	Quantité d'ion correspondant en mgr	Quantité de zinc trouvé en mgr	Différence en mgr	Conditions du dosage
1	1,949	1000 CaCl ₂ .6H ₂ O	182,90 Ca ⁺⁺	1,952	+ 0,003	Méthode acétique
2	1,949	500 SrCl ₂ .6H ₂ O	164,29 Sr ⁺⁺	1,955	+ 0,006	Idem
3	1,949	500 BaCl ₂ .2H ₂ O	281,21 Ba ⁺⁺	1,954	+ 0,005	Idem
4	1,949	100 Al ₂ (SO ₄) ₃	15,83 Al ⁺⁺⁺	1,953	+ 0,004	Méthode alcaline
5	1,949	126,3 Al ₂ (SO ₄) ₃	20,00 Al ⁺⁺⁺	1,959	+ 0,010	Idem
6	0,974	50 CrCl ₃ .10H ₂ O	7,68 Cr ⁺⁺⁺	0,972	— 0,002	Méthode acétique
7	1,949	60 CrCl ₃ .10H ₂ O	9,22 Cr ⁺⁺⁺	1,952	+ 0,003	Idem
8	1,949	80 CrCl ₃ .10H ₂ O	12,29 Cr ⁺⁺⁺	1,943	— 0,006	Idem
9	1,949	50 Pb(NO ₃) ₂	31,28 Pb ⁺⁺	1,947	— 0,002	Idem
10	1,949	100 Pb(NO ₃) ₂	62,56 Pb ⁺⁺	1,952	+ 0,003	Méthode alcaline
11	1,949	200 Pb(NO ₃) ₂	125,12 Pb ⁺⁺	1,945	— 0,004	Idem

¹ M. E. STAS dans sa méthode, *Pharmac. Weekbl.*, 68, 93 (1931), cf.: *Zeitschrift anal. Chemie*, 92, 43 (1933), laisse déposer le précipité 24 heures. En suivant son indication, nous avons obtenu des résultats trop forts.

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

Remarques: 1) Pour ces séparations nous avons employé une solution titrée de chlorure de zinc.

2) Les sels étrangers dont nous nous sommes servis pour établir les séparations sont les sels les plus purs de Merck.

N.B. — Nous poursuivons l'étude des séparations du zinc avec d'autres éléments encore, soit en milieu acétique, soit en milieu alcalin.

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