

Microdosage électrolytique du zinc et son application au laiton

WENGER, Paul Eugène Etienne, CIMERMAN, Chevel, TSCHANUN, Gustave Bernard

Abstract

Le microdosage électrolytique du zinc est fait dans l'appareil pour la microélectrolyse de Pregl en utilisant une solution d'un zincate à l'électrolyse à froid (5–6 V, 0,2–0,8 A) pendant 20 minutes et en employant préalablement une cathode recouverte de cuivre. On lave la cathode à l'eau, à l'alcool et à l'éther, ensuite elle est séchée et pesée. Les variations des valeurs théoriques s'élèvent à 0,009 mg sur quantités de 0,501 à 3,009 mg de zinc. On applique la même méthode pour le microdosage du cuivre et du zinc à l'alliage de deux métaux.

Reference

WENGER, Paul Eugène Etienne, CIMERMAN, Chevel, TSCHANUN, Gustave Bernard.
Microdosage électrolytique du zinc et son application au laiton. *Mikrochimica acta*, 1937, vol. 1, no. 1, p. 51-54

DOI : 10.1007/BF01476199

Available at:

<http://archive-ouverte.unige.ch/unige:106335>

Disclaimer: layout of this document may differ from the published version.



UNIVERSITÉ
DE GENÈVE

MIKROCHIMICA ACTA

ORGAN FÜR REINE UND ANGEWANDTE MIKROCHEMIE

UNTER MITWIRKUNG VON

E. ABDERHALDEN-HALLE · E. ABEL-WIEN · F. ALTEN-BERLIN · A. J. BAILEY-ST. PAUL · R. BERG-KÖNIGSBERG · M. BERGMANN-NEW YORK · E. BEUTEL-WIEN · G. BLIK-UPSALA · J. H. DE BOER-EINDHOVEN · M. BOETIUS-DRESDEN · P. BOGDAN-JASSY · E. B. CALEY-PRINCETON · B. L. CLARKE-NEW YORK · N. D. COSTEANU-ORNAUTI · O. DAFERT-WIEN · P. W. DANCKWORTT-HANNOVER · G. DENIGÈS-BORDEAUX · H. J. DEUTICKE-BONN · W. DIRMAIR-MÜNCHEN · Z. DISCHE-WIEN · E. DITTLER-WIEN · E. EPSTEIN-WIEN · J. ERDŐS-BUDAPEST · H. V. EULER-STOCKHOLM · F. FALTS-WIEN · A. FISCHER-KOPENHAGEN · H. FISCHER-BERLIN · O. H. FISKE-CAMBRIDGE-BOSTON · A. FRANKE-WIEN · CL. FROMAGEOT-LYON · L. FUOHS-WIEN · M. FURTER-ZÜRICH · O. FÜRTH-WIEN · A. GLAZUNOV-PRIBRAM · E. GLEDITSCH-BLINDERN-OSLO · W. O. DE GRAAFF-UTRECHT · R. GRENGG-WIEN · PH. GROSS-ISTANBUL · L. HACKSPILL-PARIS · F. L. HAHN-QUITO · M. HAITINGER-WIEN · L. T. HALLET-ROCHESTER · F. HAUROWITZ-PRAG · PH. B. HAWK-NEW YORK · F. HECHT-WIEN · K. HÖFLER-WIEN · H. HOLTER-KOPENHAGEN · L. VAN ITALLIE-LEIDEN · H. JANSCH-WIEN · G. JOACHIMOGLU-ATHEN · P. KARRER-ZÜRICH · J. P. KENDALL-EDINBURG · A. KLEMENC-WIEN · J. KNOP-BRÜNN · A. S. KOMAROWSKY-ODESSA · P. KRUMHOLZ-WIEN · H. LEITMEYER-WIEN · E. LINDERSTRÖM-LANG-KOPENHAGEN · G. G. LONGINESCU-BUCURESTI · G. LUNDE-STAVANGER · E. L. MALJAROFF-MOSKAU · H. MARK-WIEN · A. MARTINI-ROSARIO · G. W. MASON-ITHACA · A. MATRHOFFER-WIEN · J. MEYER-BRESLAU · G. V. MIKÓ-DREBECEN · P. V. MUBALT-BERN · K. NOSAKA-TOKIO · F. PANETH-LONDON · W. PAULI-WIEN · F. RAPPAPORT-WIEN · P. RÂY-CALCUTTA · L. ROSENTHALER-BERN · O. RUFF-BRESLAU · L. RUZICKA-ZÜRICH · K. SAKAGUCHI-TOKIO · T. SASAKI-TOKIO · G. SCHENCK-MÜNCHEN · H. SCHMALFUSS-HAMBURG · A. SCHÖBERL-WÜRZBURG · E. SCHULEK-BUDAPEST · J. SCHWABOLD-MÜNCHEN · D. D. V. SLYKE-NEW YORK · S. P. L. SÖRENSEN-KOPENHAGEN · E. SPÄTH-WIEN · E. STARKENSTEIN-PRAG · L. W. STAPLES-OREGON · A. J. STEINHAUER-LEIDEN · A. STOCK-BERLIN · R. STREBINGER-WIEN · L. V. SZEBELLÉDY-BUDAPEST · A. SZENT-GYÖRGYI-SZEGED · H. TAUBER-NEW YORK · TH. A. THOMSON-DUNEDIN · V. M. TRIKOJUS-SIDNEY · KW. F. TSENG-SHANGHAI · S. E. VIBBL-KOPENHAGEN · F. VIBBÖK-WIEN · E. WALDSCHMIDT-LEITZ-PRAG · E. M. P. WIDMARK-LUND · J. H. YOE-VIRGINIA · F. ZARIBNICKY-WIEN · R. ZEYNEK-PRAG · C. ZENGBELIS-ATHEN

REDIGIERT VON

H. K. BARRENSCHEEN-WIEN · G. BERTRAND-PARIS · H. V. A. BRISCOE-LONDON · H. EPPINGER-WIEN · F. FEIGL-WIEN · F. FISCHLER-MÜNCHEN · J. M. KOLTHOFF-MINNEAPOLIS · J. MATTHEWS-LONDON · C. J. VAN NIEUWENBURG-DELFT · J. K. PARNAS-LEMBERG · R. WASICKY-WIEN · P. WENGER-GENÈVE · H. H. WILLARD-MICHIGAN · H. ZANGGER-ZÜRICH

Sonderabdruck aus Band I, 1. Heft

P. Wenger, Ch. Cimerán et G. Tschann:
Microdosage électrolytique du zinc et son application
au lait



VERLAG VON JULIUS SPRINGER IN WIEN · 1937

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

Microdosage électrolytique du zinc et son application au laiton.¹

Par

P. Wenger, Ch. Cimerman et G. Tschanun.

(Eingegangen am 9. Dezember 1936.)

I. Microdosage du zinc.

On utilise l'appareil pour la microélectrolyse de *Pregl*.²

La solution neutre ou légèrement acide (2 à 3 c. c.), contenant 0,5 à 3 mg. 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 à 6 V; 0,2 à 0,8 A). 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 2 à 3 mm. le treillis de la cathode. Pendant les dernières 5 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.³

¹ Communication a été faite de cette méthode à la séance du 2 juillet 1936 de la Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève.

² *F. Pregl*: Die quantitative organische Mikroanalyse, 3. Aufl., S. 185. Berlin, 1930.

³ *A. Hollard et L. Bertiaux*: Analyse des métaux par électrolyse, p. 56. Paris, 1930. — *K. Neumann-Spallart*: Mikrochem. 2, 157 (1924).

Mode opératoire. On introduit dans un tube à électrolyse, analogue à celui décrit plus haut, 4 c. c. d'une solution de sulfate de cuivre contenant environ 4 g. $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ 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 à 3 mm. celui de la solution qu'on aura à analyser. On électrolyse à chaud pendant 2 à 3 minutes (3 à 4 V). 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 ^o	Quantité de zinc théorique mg.	Quantité de zinc trouvé mg.	Différence mg.
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.

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

2^o 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.¹

II. Microdosage du laiton (Cu-Zn).

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

A. Électrolyse du cuivre

(d'après la méthode de *A. Benedetti-Pichler*² modifiée par nous).

On introduit 1 à 2 c. c. de la solution d'alliage dans le tube à électrolyse, on additionne 1 à 2 gouttes d'acide sulfurique conc. et on électrolyse à chaud pendant 25 minutes (2,5 à 3 V; 0,1 à 0,7 A). Après les premières

¹ *F. P. Treadwell*: Manuel de Chimie analytique, tome II; Analyse quantitative, 4^e édit. fr., p. 134 (1925).

² *A. Benedetti-Pichler*: Ztschr. analyt. Chem. **62**, 321 (1923).

10 minutes, on rince les parois du tube avec 0,5 à 1 c. c. 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 cm. c. d'eau et on traite la cathode ensuite comme pour le Zinc.

B. Électrolyse 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.

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

Tableau II.

Essai N°	Cu théor. mg.	Cu trouvé mg.	Cu théor. %	Cu trouvé %	Zn théor. mg.	Zn trouvé mg.	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.

Résumé.

Le microdosage électrolytique du zinc est fait dans l'appareil pour la microélectrolyse de *Pregl* en utilisant une solution d'un zincate à l'électrolyse à froid (5—6 V, 0,2—0,8 A) pendant 20 minutes et en employant préalablement une cathode recouverte de cuivre.

On lave la cathode à l'eau, à l'alcool et à l'éther, ensuite elle est séchée et pesée. Les variations des valeurs théoriques s'élèvent à 0,009 mg sur quantités de 0,501 à 3,009 mg de zinc.

On applique la même méthode pour le microdosage du cuivre et du zinc à l'alliage de deux métaux.

Zusammenfassung.

Zur elektrolytischen Mikrobestimmung von Zink wird in der *Pregl'schen* Apparatur für Mikroelektrolyse das Zink in Form einer Zinkatlösung der kalten Elektrolyse (5—6 V, 0,2—0,8 A) durch 20 Minuten unterworfen, nachdem vorher die Kathode elektrolytisch verkupfert worden ist. Diese wird mit Wasser, Alkohol, Äther gewaschen, getrocknet und gewogen. Bei

Mengen von 0,501—3,009 mg Zink betragen die Abweichungen vom theoretischen Wert bis zu $\pm 0,009$ mg. In Kupfer-Zink-Legierungen werden in gleicher Weise zuerst das Kupfer, dann das Zink bestimmt.

Summary.

For the electrolytic microchemical determination of zinc, this metal is electrolyzed, in form of a zincate solution, in *Pregls* apparatus for micro-electrolysis in the cold during 20 minutes, (5–6 V, 0,2–0,8 A); the cathode, before use, must be coated with electrolytic copper. The cathode is washed with water, alcohol, and ether, dried and weighed. If the zinc present amounts to 0,501–3,009 mg the results obtained deviate from the theoretical value by $\pm 0,009$ mg. Copper-zinc alloys are analyzed in the same way whereby the copper first, then the zinc, is determined.