

Application Bulletin

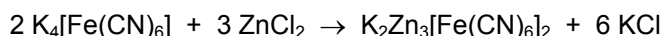
D'intérêt pour: Laboratoires d'analyses générales, Industrie métallurgique

A 1, 10

Détermination du zinc par titrage potentiométrique avec de l'hexacyanoferrate(II) de potassium

Résumé

Le zinc, compris par exemple dans les alliages de métaux légers en tant que composant, peut être analysé par un titrage par précipitation avec indication potentiométrique du point final. Une détermination du zinc, à côté du cadmium est également possible.



Appareillage et accessoires

- Titrino ou Titando avec Dosino ou Dosimat
- Agitateur magnétique pivotant
- Unité interchangeable
- Titrode Pt 6.0431.100 avec câble d'électrode 6.2104.020
- Vase de titrage thermostatisable, composé du couvercle de récipient 6.1414.010 et du vase de titrage avec chemise thermostatique 6.1418.250

Réactifs

- Réactif de titrage, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ $c = 0.05 \text{ mol/L}$:
Dissoudre 21.12 g de $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ dans de l'eau distillée et compléter à 1 L.
- Acide sulfurique: H_2SO_4 conc. p.A.
- Standard Zn:
Dissoudre 22.0 g de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ dans de l'eau distillée, ajouter 1 mL de H_2SO_4 conc. et compléter à 1 L avec de l'eau distillée.
1 mL = 5.0 mg Zn

Analyse

Placer, dans un bécher, 5 mL d'échantillon resp. de solution standard et environ 50 mL d'eau distillée. Ajouter précautionneusement 5 mL de H_2SO_4 et chauffer le mélange à environ 65 ... 70 °C. Titrer ensuite avec $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ dans le mode MET du titreur (paramètres, voir en annexe).

Calculs

1 mL $K_4[Fe(CN)_6]$ $c = 0.05$ mol/L = 4.904 mg Zn

g/L Zn = EP1 * C01 / C00

C00 = Prise d'échantillon en mL

C01 = 4.904

Remarques

- La température ne devrait jamais descendre au dessous de 60 °C pendant le titrage.
 - La standardisation du titre doit se faire à l'aide d'un standard de zinc, car le rapport stoechiométrique n'est pas tout à fait correct.
 - La cadmium réagit également avec $K_4[Fe(CN)_6]$. La précipitation est cependant plus lente que celle du zinc, et ne peut pas être indiquée de manière potentiométrique; c'est la raison pour laquelle, il est possible de déterminer le Zn à côté du Cd.
-

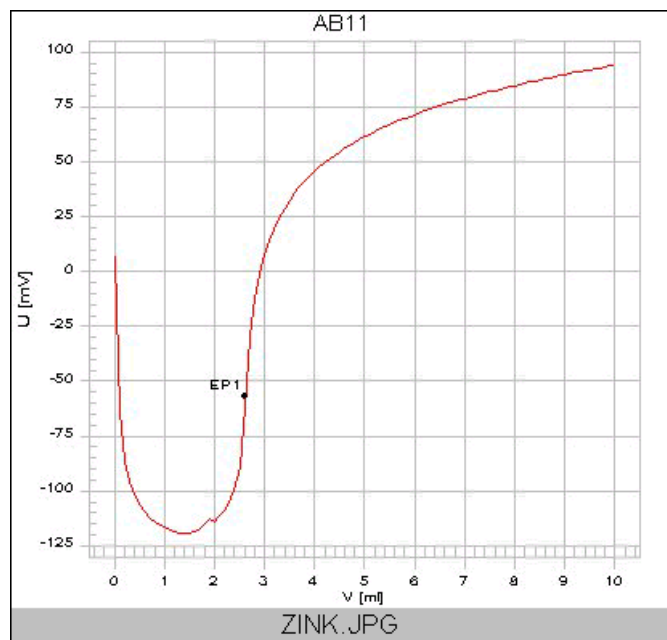
Littérature

- Vojlosnikova, M.T. / Kozlovkij, M.T. / Songina, A.O.
Eine amperometrische Methode zur Bestimmung sehr kleiner Zinkmengen
Zavodsk. Laborat. 23, (1957) 273-276 (Russ)
Ref:Fresenius, Z.Anal.Chem. 159, (1957) 59
- Agasjan, P.K.
Zur Bestimmung von Zink und Cadmium nebeneinander
Zavodsk. Laborat. 24, (1958) 532-534 (Russ)
Ref:Fresenius, Z.Anal.Chem. 167, (1959) 281
- Kao, S.S. / Chuang, W.T.
Simultantitration von Zink und Cadmium mit Hexacyanoferrat(II) - Lösung nach der Dead-Stop-Methode
Acta Chim. Sinica 24, (1958) 25-29 (Chin)
Ref:Fresenius, Z.Anal.Chem. 167, (1959) 282
- Malur, J. / Treptow, H.
Untersuchung über die Grenzen der potentiometrischen Simultanbestimmung von Zink und Cadmium
Fresenius, Z.Anal.Chem. 183, (1961) 426 - 432

Figures

```
'pa
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-06      time 10:00  2
MET U              AB11CdZn
parameters
>titration parameters
V step             0.05 ml
titr.rate          max. ml/min
signal drift       50 mV/min
equilibr.time      26 s
start V:           OFF
pause              10 s
dos.element:      internal D0
meas.input:        1
temperature        63.1 °C
>stop conditions
stop V:            abs.
stop V             20 ml
stop U             OFF mV
stop EP            9
filling rate       max. ml/min
>statistics
status:            OFF
>evaluation
EPC                50 mV
EP recognition:    all
fix EP1 at U      OFF mV
pK/HNP:           OFF
>preselections
req.ident:         OFF
req.smpl size:    all
activate pulse:    OFF
```

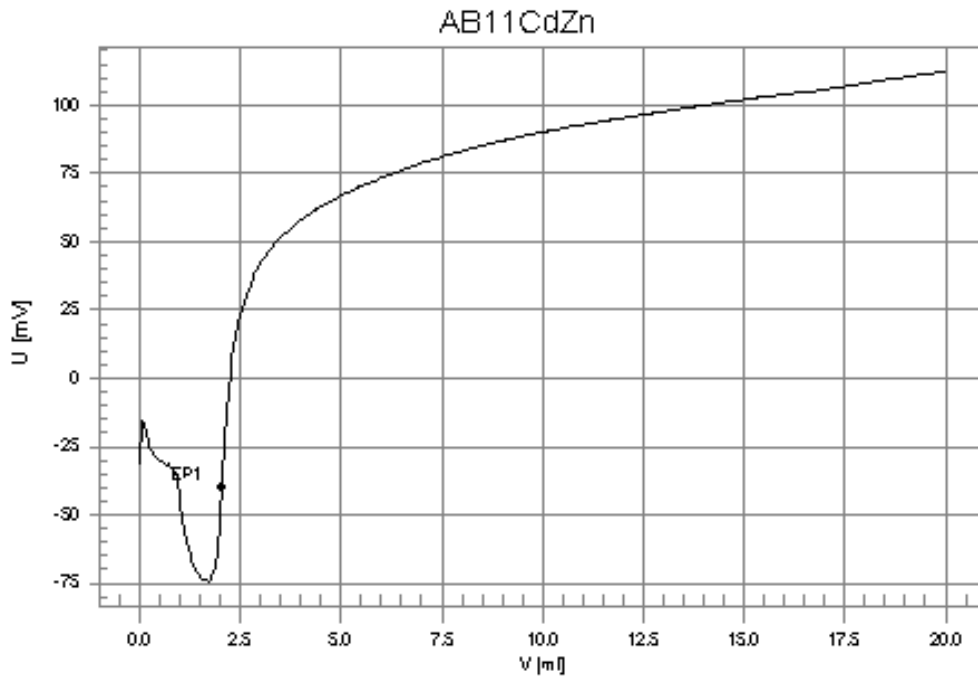
Fig. 1 Rapport des paramètres Titrino



```
'fm
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-03      time 14:09  6
MET U              AB11
>calculations
Zn=EP1*C01/C00;2;g/l
C00=                2.5
C01=                4.904
=====

'fr
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-03      time 14:09  6
U(init)            8 mV MET U  AB11
smpl size          2.5 ml
EP1                2.614 ml    -57 mV
Zn                 5.13 g/l
stop V reached
=====
```

Fig. 2 Courbe de titrage et rapport des résultats, détermination de Zn



```
'fm
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-06     time 10:01  2
MET U             AB11CdZn
>calculations
Zn=EP1*C01/C00;2;g/l
Cd=(EP2-EP1)*C02/C00;2;g/l
C00=              2
C01=              5.62
C02=              4.904
```

```
-----
'fr
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-06     time 10:00  2
U(init)          -29 mV MET U AB11CdZn
smpl size        2 ml
EP1              2.041 ml      -40 mV
Zn               5.74 g/l
Cd               missing EP
```

Fig. 3 Courbe de titrage et rapport des résultats, zinc à côté du cadmium