

# Application Bulletin

D'intérêt pour: Métallurgie, traitements de surface

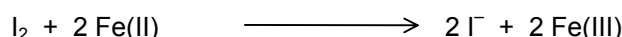
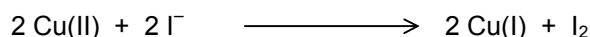
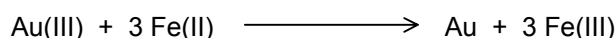
A 10

## Titration potentiométrique simultanée de l'or et du cuivre dans les bains galvaniques et/ou alliages

### Résumé

Ce bulletin décrit la détermination simultanée de l'or et du cuivre par titrage potentiométrique utilisant une solution de Fe(II) en tant que réactif de titrage. Fe(II) réduit Au(III) directement au métal libre, alors que Cu(II) ne réagit pas. Par addition d'ions fluorure, Fe(III) est complexé et un changement des potentiels d'oxydo-réduction a lieu. On ajoute ensuite du iodure de potassium, afin de réduire Cu(II) à Cu(I) et l'iode libéré est alors titré avec la solution de Fe(II) utilisant une Titrode Pt.

### Réactions chimiques:



### Appareils et accessoires

- Titrimètre SET/MET 702, Titrimètre DMS 716, Titrimètre GP 736, Titrimètre GPD 751 ou Titrimètre DMP 785 ou Titroprocesseur 726 avec Dosimate 685 ou Dosino 700
- Agitateur magnétique 2.728.0040
- Unité interchangeable de 10 mL 6.3014.213 (avec robinet plat en PCTFE/PTFE)
- Titrode Pt 6.0431.100 avec câble d'électrode 6.2104.020
- Éventuellement imprimante avec câble d'imprimante

### Réactifs

- Réactif de titrage: solution de Fe(II),  $c(\text{Fe}^{2+}) = 0,1 \text{ mol/L}$ :  
Ajouter 5 mL d'HCl concentré à 20 g de  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  dans un ballon gradué de 500 mL. Dissoudre dans de l'eau distillée et compléter à la marque.  
La détermination du titre se fait contre la solution Cu(II) citée ci-dessous.
- Solution de Cu(II),  $c(\text{Cu}^{2+}) = 0,05 \text{ mol/L}$ :  
Dans un ballon gradué de 500 mL, 6,242 g de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  sont dissous dans de l'eau distillée. Ajouter 2,5 mL d' $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentré et compléter à la marque avec de l'eau distillée.

- Tampon d'acétate pH = 4,64:  
50 g d'acétate de sodium et 3 mL d'acide acétique concentré sont dissous dans de l'eau distillée et complétés à 250 mL.
- Solution de fluorure de potassium:  
100 g de fluorure de potassium sont dissous dans de l'eau distillée et complétés à 500 mL. La solution doit être conservée dans une bouteille en plastique.
- Solution d'iodure de potassium:  
3,32 g d'iodure de potassium sont dissous dans de l'eau distillée et complétés à 100 mL. La solution doit être conservée dans une bouteille brune.
- HCl concentré et HNO<sub>3</sub> concentré

---

### Préparation de l'échantillon

Dans un bécher en verre de 100 mL, ajouter avec précaution 10 mL d'HCl concentré à 10 mL de l'échantillon de bain et chauffer (Attention! HCN s'échappe, travailler sous une hotte!). Évaporer ensuite jusqu'à ce qu'environ la moitié de la solution subsiste, puis ajouter de l'HNO<sub>3</sub> concentré goutte à goutte (0,5 mL au maximum) jusqu'à ce que tout l'or précipité soit de nouveau en solution. Évaporer de nouveau jusqu'à ce qu'environ la moitié du volume subsiste, laisser refroidir et, dans un ballon gradué de 50 mL, compléter à la marque avec de l'eau distillée.

---

### Analyse

#### Détermination de l'or

10,0 mL de la solution d'échantillon préparée (correspondant à 2 mL de l'échantillon original) sont placés dans un bécher en verre avec 30 mL du tampon d'acétate et titrés avec la solution de Fe(II).

#### Détermination du cuivre

Cette dernière est réalisée directement après la détermination de l'or. Ajouter 5 mL de la solution de fluorure de potassium ainsi que 10 mL de la solution d'iodure de potassium. Titrer ensuite avec la solution de Fe(II).

---

### Calcul

1 mL de  $c(\text{Fe}^{2+}) = 0,1 \text{ mol/L}$  correspond à 6,566 mg Au ou 6,355 mg Cu

$$\text{g/L Au} = \text{EP1} * \text{C01} * \text{C02} / \text{C00}$$

$$\text{g/L Cu} = \text{EP1} * \text{C01} * \text{C03} / \text{C00}$$

EP1 = consommation du réactif de titrage en mL

C00 = 2 (volume d'échantillon utilisé en mL échantillon original)

C01 = titre du réactif de titrage

C02 = 6,566 (poids équivalent Au en mg/mL)

C03 = 6,355 (poids équivalent Cu en mg/mL)

### Remarque

La méthode convient également à la détermination de ces deux métaux dans les alliages, après digestion. Il faut, dans ce cas-là, faire attention à ce que HNO<sub>3</sub> soit évaporé aussi complètement que possible (ce dernier pourrait autrement interférer lors de la détermination).

### Figures

```
'pa
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 09:47  14
DET U              *****
parameters
>titration parameters
  meas.pt.density      4
  min.incr.            10.0 µl
  titr.rate            max. ml/min
  signal drift        50 mV/min
  equilibr.time       26 s
  start V:            OFF
  pause               0 s
  meas.input:         1
  temperature         22.4 °C
>stop conditions
  stop V:             abs.
  stop V              5 ml
  stop U              OFF mV
  stop EP             9
  filling rate        max. ml/min
>statistic
  status:             OFF
>evaluation
  EPC                 5
  EP recognition:     greatest
  fix-EP1 at U       OFF mV
  pK/HNP:            OFF
>preselections
  req.ident:          OFF
  req.smpl size:      OFF
  activate puls:      OFF
  =====
```

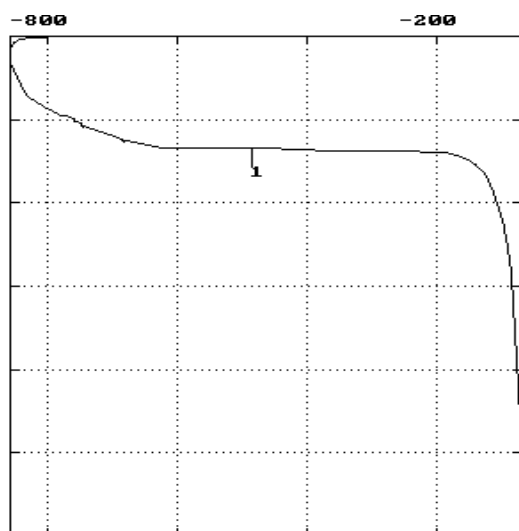
**Fig. 1:** Réglage des paramètres au Titrino DMS 716.

```
'fr
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 09:56  15
U(init)            -661 mV  DET U  *****
simpl size         2 ml
EP1                1.359 ml  -486 mV
Au                 3.461 g/l
stop V reached
=====
```

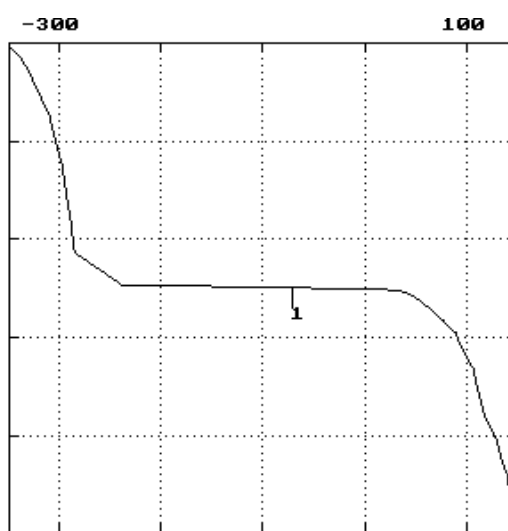
```
'fr
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 11:07  17
U(init)            -348 mV  DET U  *****
simpl size         2 ml
EP1                2.495 ml  -70 mV
Cu                 5.336 g/l
stop V reached
=====
```

```
'cu
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 09:56  15
start V            0.0000 ml  DET U  *****
1.0 ml/div        dU=200.0 mV/div
```

```
'cu
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 11:07  17
start V            0.0000 ml  DET U  *****
1.0 ml/div        dU=100.0 mV/div
```



**Fig. 2:** Bloc des résultats et courbe de titrage d'une détermination d'or.



**Fig. 3:** Bloc des résultats et courbe de titrage d'une détermination de cuivre.

## Littérature

- C. Mahr, B. Seeger  
Titrationsverfahren mittels Redoxverschiebung. I. Die massanalytische Kupferbestimmung mit Fe(II)sulfat  
Fresenius Z. Anal. Chem. 171 (1959) 343–349.
- S. K. Cirkov, V. S. Romanova  
Eine elektrometrische Methode ohne Kompensation zur Goldbestimmung mit Mohr'scher Salzlösung  
Zh. Anal. Khim. 14 (1959) 198–201 (en russe)  
Ref.: Fresenius Z. Anal. Chem. 173 (1960) 233.
- S. Wolf  
Die Bestimmung von Gold und Kupfer in galvanischen Bädern durch potentiometrische Titration  
Galvanotechnik 63 (1962) 302–304.