

## Analyse potentiométrique des bains acides pour l'électrodéposition de plomb et de plomb/étain

D'intérêt pour:  
Métaux, traitements de surface  
A 10

### Résumé

Ce Bulletin décrit la détermination potentiométrique du plomb, de l'étain(II) et de l'acide fluoroborique libre.

### Appareils et accessoires

- Titrino ou Titrande avec Dosino ou Dosimat
- Agitateur magnétique
- Unités interchangeables (pour NaOH éventuellement avec flacon à réactif en PE 6.1608.040)
- Électrode ionique spécifique au cuivre (Cu-EIS) 6.0502.140
- Électrode de référence Ag/AgCl à double jonction 6.0726.107 [remplie de  $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ ]
- Profitrode 6.0255.100, électrode de verre pH combinée à double jonction avec diaphragme rodé séparable
- Titrode Pt 6.0431.100
- Câbles d'électrode 6.2104.020 et 6.2106.020

### 1. Détermination du plomb

#### Réactifs

- $c(\text{Na}_2\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/L}$
- Solution tampon  $\text{pH} = 10$ ;  
Mettre en solution 54 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  et 350 mL de  $w(\text{NH}_3) = 25\%$  dans de l'eau distillée et compléter à 1 L.
- $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{EDTA}$ ,  $c = 0,1 \text{ mol/L}$  (Merck no. 105217)

#### Analyse

Pipetter une partie de l'échantillon de bain, contenant environ 100 mg de Pb dans un bécher et compléter à environ 50 mL avec de l'eau distillée. Ajouter 5 mL de  $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2\text{EDTA}$  et 5 mL de solution tampon de  $\text{pH} = 10$  et laisser réagir pendant 30 s sous agitation. Titrer finalement dans le mode MET du titreur avec  $c(\text{Na}_2\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/L}$  contre la Cu-EIS. Travailler avec un volume de départ d'environ 50% de la consommation de réactif de titrage attendue. Le paramètre «pause» est fixé à 30 s.

#### Calculs

$$1 \text{ mL } c(\text{Na}_2\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/L} = 20,72 \text{ mg Pb}$$

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

$$\text{C00} = \text{prise d'échantillon en mL}$$

$$\text{C01} = 20,72$$

### 2. Détermination de l'étain(II)

#### Réactifs

- Solution d'iode,  $c(\text{I}_2) = 0,05 \text{ mol/L}$  (0,1 N);  
Mettre en solution 25 g d'iodure de potassium dans 40 mL d'eau distillée. Ajouter 12,7 g d'iode et mettre en solution complètement par agitation de la solution. Compléter finalement à 1 L avec de l'eau distillée. Détermination du titre à l'aide de par exemple As(III).
- $w(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 30\%$

#### Analyse

Dans un bécher, mélanger environ 50 mL d'eau distillée et 20 mL d' $\text{H}_2\text{SO}_4$  et dégazer avec de l'azote. Après addition de 2,0 mL d'échantillon de bain, titrer immédiatement (sous azote) avec  $c(\text{I}_2) = 0,05 \text{ mol/L}$  (Titrode Pt).

#### Calculs

$$1 \text{ mL } c(\text{I}_2) = 0,05 \text{ mol/L} = 5,9345 \text{ mg Sn(II)}$$

$$\text{g/L Sn(II)} = \text{EP1} * \text{C01} / \text{C00}$$

$$\text{C00} = 2,0 \text{ (prise d'échantillon en mL)}$$

$$\text{C01} = 5,9345$$

### 3. Détermination de l'acide fluoro-borique libre

#### Réactifs

- Soude caustique,  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$

#### Analyse

Diluer 10,0 mL d'échantillon de bain, dans un bécher avec environ 50 mL d'eau distillée et titrer (pas trop rapidement) avec  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ . Le saut de potentiel plat à  $\text{pH} \approx 3,2$  est pris en compte pour l'évaluation (électrode de verre pH combinée).

#### Calculs

$1 \text{ mL } c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L} = 87,81 \text{ mg HBF}_4$   
 $\text{g/L HBF}_4 \text{ libre} = \text{EP1} * \text{C01} / \text{C00}$

$\text{C00} = 10,0$  (prise d'échantillon en mL)

$\text{C01} = 87,81$

#### Littérature

- Metrohm Application Bulletin No. 101  
Titrages complexométriques avec la Cu-EIS  
Metrohm SA, Herisau
- Metrohm Application Note T-21  
Sn(II) and sulfuric acid in tin plating bath  
Metrohm SA, Herisau
- Metrohm Application Note T-24  
Metal contents of alkaline plating baths for cadmium, copper, lead or zinc  
Metrohm SA, Herisau
- P. W. Wild  
Moderne Analysen für die Galvanotechnik  
Eugen G. Leuze Verlag, Saulgau, 1972
- T. W. Jelinek  
Prozessbegleitende Analytik in der Galvanotechnik  
Eugen G. Leuze Verlag, Saulgau, 1999  
ISBN 3-87-480-135-7

#### Figures

```
'pa
736 GP Titrino          04268  736.0011
date 15-01-09          time 08:30    7
MET U                  Pb++
parameters
>titration parameters
V step                 0.10 ml
titr.rate              max. ml/min
signal drift          50 mV/min
equilibr.time         26 s
start V:              abs.
start V                3 ml
dos.rate              max. ml/min
pause                 30 s
dos.element:         internal D0
meas.input:          1
temperature           25.0 °C
>stop conditions
stop V:              abs.
stop V                6 ml
stop U                OFF mV
stop EP              9
filling rate         max. ml/min
>statistics
status:              OFF
>evaluation
EPC                  5 mV
EP recognition:      greatest
fix EP1 at U        OFF mV
pK/HNP:             OFF
>preselections
req.ident:           OFF
req.smpl size:       OFF
activate pulse:      ON
=====
```

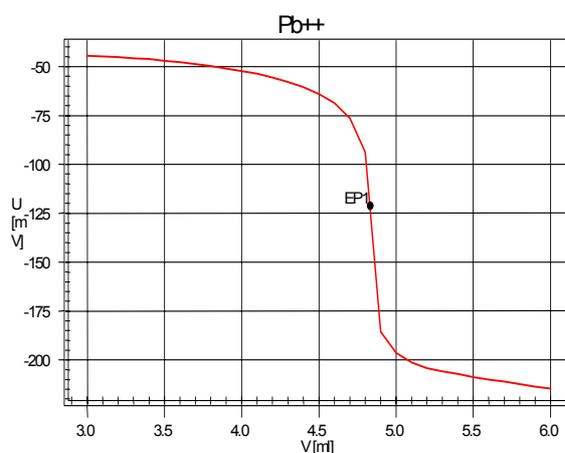


Fig. 1: Rapport de paramètres Titrino, détermination de Pb.

Fig. 2: Courbe de titrage Pb.

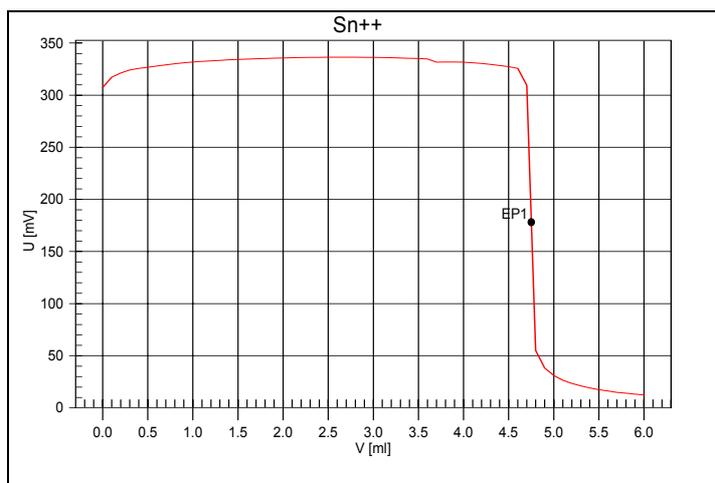


Fig. 3: Courbe de titrage Sn(II).

```
'pa
736 GP Titrino          04268  736.0011
date 15-01-18          time 09:53    10
DET pH                  HBF4
parameters
>titration parameters
  meas.pt.density      4
  min.incr.            10.0 µl
  titr.rate            max. ml/min
  signal.drift         50 mV/min
  equilibr.time        20 s
  start V:             OFF
  pause                0 s
  dos.element:         internal D0
  meas.input:          1
  temperature          25.0 °C
>stop conditions
  stop V:              abs.
  stop V               8 ml
  stop pH              OFF
  stop EP              9
  filling rate         max. ml/min
>statistics
  status:              OFF
>evaluation
  EPC                  5
  EP recognition:      all
  fix EP1 at pH        3.2
  fix EP2 at pH        OFF
  pK/HNP:              OFF
>preselections
  req.ident:           OFF
  req.smpl size:       OFF
  activate pulse:      OFF
=====
```

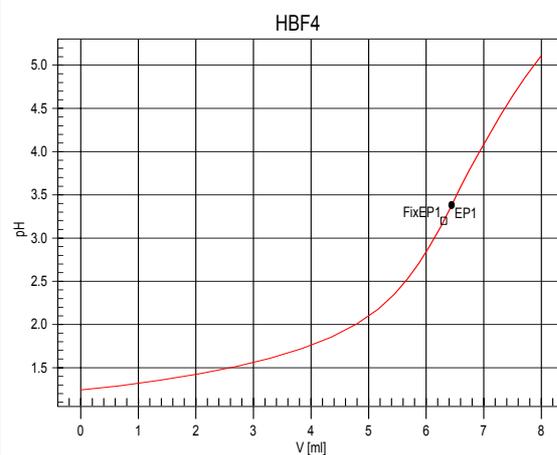


Fig. 4: Rapport de paramètres Titrino, détermination de HBF<sub>4</sub> libre. Fig. 5: Courbe de titrage HBF<sub>4</sub> libre.