
Application Bulletin

Von Interesse für: Metalle, Galvanik

A 10

Titrimetrische Bestimmung der freien Borsäure und Tetrafluoroborsäure in Nickelbädern

Zusammenfassung

Das Bulletin beschreibt die simultane potentiometrische Titration der freien Borsäure und der freien Tetrafluoroborsäure in Nickelbädern. Nach Zusatz von Mannit werden die gebildeten Mannitkomplexe mit Natronlauge titriert. Die Bestimmung erfolgt dabei direkt in der Badprobe; Nickel- und andere Metallionen stören nicht.

Geräte und Zubehör

- SET/MET-Titrino 702, DMS-Titrino 716, GP-Titrino 736, GPD-Titrino 751 oder DMP-Titrino 785 oder Titroprocessor 796 mit Dosino 700 oder Dosimat 685
 - Magnetrührer 2.728.0040
 - Wechseinheit 6.3014.223
 - Kombinierte LL-pH-Glaselektrode 6.0222.100 mit Elektrodenkabel 6.2104.020
-

Reagenzien

- Titriermittel: Natronlauge, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ (oder verdünnter)
 - D-Mannit-Lösung, $w(\text{Mannit}) = 10\%$ in dest. Wasser
-

Analyse

Ein definiertes Probenvolumen wird im Plastikbecher mit 30 mL dest. Wasser sowie 10 mL $w(\text{Mannit}) = 10\%$ versetzt und mit $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ titriert.

Berechnung

Man erhält zwei Äquivalenzpunkte, wobei der erste dem HBF_4 -Gehalt und die Differenz zwischen dem zweiten und ersten Äquivalenzpunkt dem H_3BO_3 -Gehalt entspricht.

1 mL $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ entspricht 8,781 mg HBF_4 bzw. 6,183 mg H_3BO_3

$$\text{g/L HBF}_4 = \text{EP1} * \text{C01} / \text{C00}$$

$$\text{g/L H}_3\text{BO}_3 = (\text{EP2} - \text{EP1}) * \text{C02} / \text{C00}$$

EP1 = Titrimittelverbrauch bis zum ersten EP in mL

EP2 = Titrimittelverbrauch bis zum zweiten EP in mL

C00 = Probenvolumen in mL

C01 = 8,781

C02 = 6,183

Abbildungen

```
'pa
736 GP Titrino           04268   736.0011
date 99-12-17           time 14:56       9
DET pH                  AB 195
parameters
>titration parameters
  meas.pt.density       4
  min.incr.             10.0 µl
  titr.rate             max. ml/min
  signal drift          20 mV/min
  equilibr.time         38 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                4 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        OFF
  pK/HNP:              OFF
>preselections
  req.ident:            OFF
  req.smpl size:       value
  activate pulse:      OFF
=====

'fm
736 GP Titrino           04268   736.0011
date 99-12-17           time 14:56       9
DET pH                  AB 195
>calculations
HBF4=EP1*C01/C00;2;g/l
H3BO3=(EP2-EP1)*C02/C00;2;g/l
C00=                    0.250
C01=                    8.781
C02=                    6.183
=====
```

Abb. 1: Parametereinstellungen und Berechnungsformeln für die Bestimmung der freien Borsäure und Tetrafluoroborsäure.

```

'fr
736 GP Titrino          04268  736.0011
date 99-12-17         time 14:56    9
pHc(init)            3.10    DET pH    AB 195
smp1 size            0.250 ml
EP1                  0.834 ml          4.19
EP2                  2.786 ml          8.34
HBF4                 29.29 g/l
H3BO3                48.28 g/l
stop V reached
=====
    
```

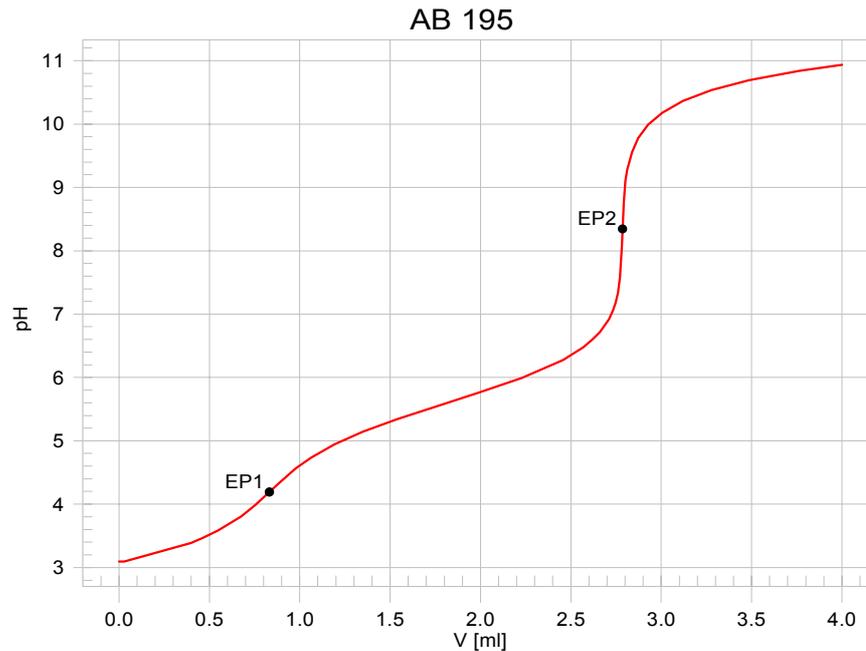


Abb. 2: Resultatblock und Titrationskurve für die Bestimmung der freien Borsäure und Tetrafluoroborsäure in einem Nickelbad.

Literatur

- E. Scholz
Die Analyse von Fluoroboratbädern und anderen Fluoroboratlösungen
Galvanotechnik 66 (1975) 811–819.
- D. Strohm
Automation komplexer Titrationen am Beispiel eines galvanischen Nickelbades
GIT 32 (1988) 369–373.