
Application Bulletin

D'intérêt pour: Métaux, traitements de surface

A 10

Détermination titrimétrique des acides borique et tétrafluoroborique libres dans les bains d'électrodéposition du nickel

Résumé

Ce bulletin décrit le titrage potentiométrique simultané de l'acide borique libre et de l'acide tétrafluoroborique libre dans les bains d'électrodéposition du nickel. Après addition de mannitol, on titre les complexes de mannitol formés avec de la soude caustique. La détermination est effectuée directement dans l'échantillon de bain; les ions de nickel et d'autres métaux n'interfèrent pas.

Appareils et accessoires

- Titrino SET/MET 702, Titrino DMS 716, Titrino GP 736, Titrino GPD 751 ou Titrino DMP 785 ou Titroprocesseur 796 avec Dosino 700 ou Dosimate 685
- Agitateur magnétique 2.728.0040
- Unité interchangeable 6.3014.223
- LL électrode de verre pH combinée 6.0222.100 avec câble d'électrode 6.2104.020

Réactifs

- Réactif de titrage: soude caustique, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ (ou plus diluée)
- Solution de D-mannitol, $w(\text{mannitol}) = 10\%$ dans de l'eau distillée

Analyse

Pipetter un volume défini de l'échantillon dans un bécher en plastique, ajouter 30 mL d'eau distillée et 10 mL de $w(\text{mannitol}) = 10\%$ et titrer avec $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$.

Calcul

On obtient deux points d'équivalence. Le premier correspond à la teneur en HBF_4 et la différence entre le deuxième et le premier point d'équivalence à la teneur en H_3BO_3 .

1 mL de $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ correspond à 8,781 mg HBF_4 ou 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 = consommation du réactif de titrage jusqu'au premier EP en mL

EP2 = consommation du réactif de titrage jusqu'au deuxième EP en mL

C00 = volume d'échantillon en mL

C01 = 8,781

C02 = 6,183

Figures

```
'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
=====
```

Fig. 1: Réglage des paramètres et formules de calcul pour la détermination des acides borique et tétrafluoroborique libres.

```

'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
=====
    
```

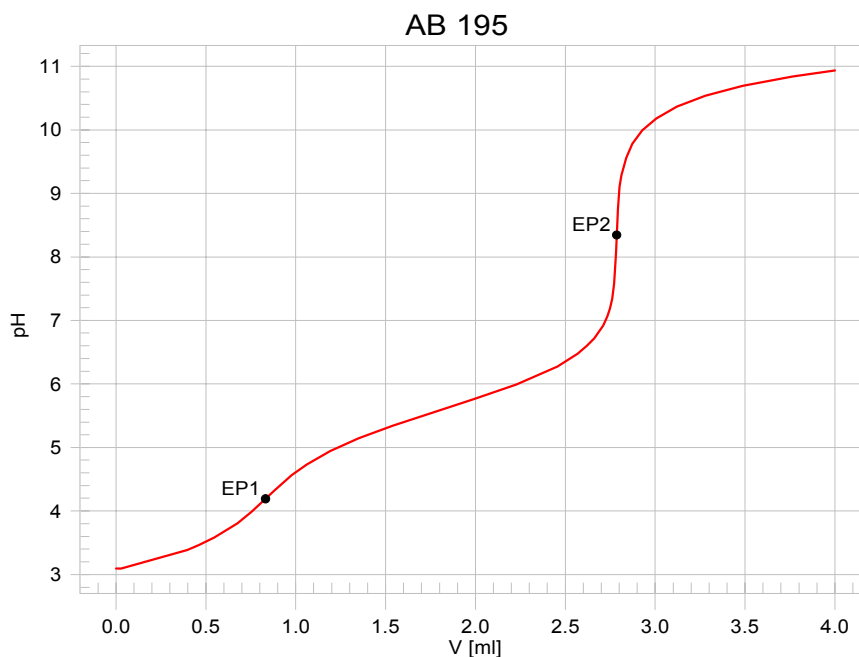


Fig. 2: Bloc des résultats et courbe de titrage pour la détermination des acides borique et tétrafluoroborique libres dans un bain d'électrodéposition du nickel.

Littérature

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