

Application Note AN-V-196

# Antimony and bismuth in electroless nickel baths

## Stabilizer determination using anodic stripping voltammetry

Lead was commonly used as a stabilizer in electroless nickel plating processes in the past. The regular and precise determination of the stabilizer concentration is essential to keep the plating process running successfully under stable conditions. With the increasing number of restrictions in recent years on the use of lead in consumer products, particularly electronics, alternative stabilizers were developed and introduced. Two of these alternative stabilizers used to replace lead are antimony and bismuth.

Electroless nickel plating is used in various industrial

production processes. The ENIG (electroless nickel, immersion gold) and ENEPIG (electroless nickel, electroless palladium, immersion gold) processes in the production of printed circuit boards are very reliant on the success of this method as electroless nickel plating is the first step in the process.

Differential pulse anodic stripping voltammetry has been established as a straightforward, sensitive, selective, and interference-free method for this application.

## SAMPLE

Electroless nickel plating bath

## EXPERIMENTAL

After diluting the sample in supporting electrolyte, the voltammetric determination of antimony and bismuth is carried out on the 884 Professional VA with the Multi-Mode Electrode pro as working electrode using the parameters listed in **Table 1**. The concentration is determined by two additions of antimony and bismuth standard addition solution.



**Figure 1.** 884 Professional VA.

**Table 1.** Parameters for the determination of Sb<sup>3+</sup> and Bi.

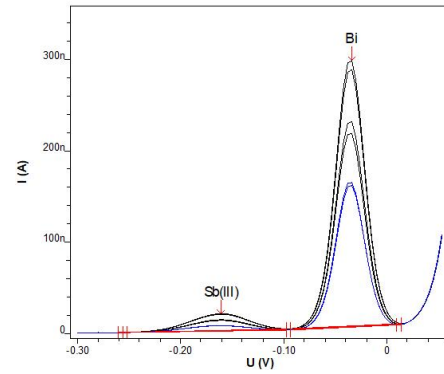
Parameter	Setting
Working electrode	HMDE
Mode	DP – Differential Pulse
Deposition potential	-0.4 V
Deposition time	30 s
Start potential	-0.3 V
End potential	+0.05 V
Peak potential Sb(III)	-0.16 V
Peak potential Bi	-0.04 V

## ELECTRODES

- Working electrode: Multi-Mode Electrode pro with silanized capillaries
- Reference electrode: Ag/AgCl/KCl (3 mol/L) reference electrode with electrolyte vessel. Bridge electrolyte: KCl (3 mol/L)
- Auxiliary electrode: Platinum rod electrode

## RESULTS

The determination of antimony and bismuth in electroless nickel plating baths can be carried out in a simple and straightforward manner. The method is selective and free of interferences. It is suitable for concentrations in the low to mid mg/L range.



**Figure 2.** Determination of antimony and bismuth in electroless nickel bath with two standard additions.

**Table 2.** Results in electroless nickel bath

Analyte	Concentration [mg/L]
Sb(III)	0.4
Bi	4.7

## CONTACT

Metrohm Deutschland  
In den Birken 3  
70794 Filderstadt

[info@metrohm.de](mailto:info@metrohm.de)

## CONFIGURATION



### 884 Professional VA semiautomated für Multi-Mode-Elektrode (MME) mit 2 Dosinos

884 Professional VA semiautomated für Multi-Mode-Elektrode (MME) ist ein komfortabler High-End-Routineanalysator für Spurenbestimmungen mit Voltammetrie und Polarographie mit der Multi-Mode-Elektrode pro oder der scTRACE Gold. Die bewährte Metrohm-Elektrodenteknik in Kombination mit einem leistungsfähigen Potentiostaten/Galvanostaten und der extrem flexiblen **viva**-Software eröffnet neue Perspektiven für die Bestimmung von Schwermetallen. Der Potentiostat mit zertifiziertem Kalibrator justiert sich vor jeder Messung automatisch neu und garantiert höchstmögliche Präzision.

Mit dem Gerät können auch Bestimmungen mit rotierenden Scheibenelektroden durchgeführt werden, zum Beispiel Bestimmungen von organischen Additiven in galvanischen Bädern mit «Cyclic Voltammetric Stripping» (CVS), «Cyclic Pulse Voltammetric Stripping» (CPVS) und Chronopotentiometrie (CP). Der austauschbare Messkopf ermöglicht den schnellen Wechsel zwischen den verschiedenen Applikationen mit unterschiedlichen Elektroden.

Zwei mitgelieferte 800 Dosinos erlauben die automatische Zugabe von Hilfslösungen während der Bestimmung, zum Beispiel Elektrolyt, Puffer oder Standardlösungen.

Zur Steuerung, Datenerfassung und -auswertung wird die Software **viva** benötigt.

Das 884 Professional VA semiautomated für Multi-Mode-Elektrode (MME) wird mit umfangreichem Zubehör und Messkopf für die Multi-Mode-Elektrode pro geliefert. Elektrodensatz und **viva**-Lizenz sind separat zu bestellen.



## VA-Elektrodenausrüstung mit Multi-Mode-Elektrode pro für Professional-VA-Geräte

Kompletter Elektrodensatz für polarographische und voltammetrische Bestimmungen. Enthält Multi-Mode-Elektrode pro, Referenzelektrode, Platin-Hilfselektrode, Messgefäß, Rührer, Elektrolytlösung und weiteres Zubehör zum Aufbau und Betrieb der Multi-Mode-Elektrode.