

# Application Bulletin

D'intérêt pour:	Chimie analytique générale, métallurgie, galvanoplastie, fer, bain de décapage, Fe <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , acier	P 1, 10
-----------------	---	---------

## Détermination de Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, acide total et libre dans un bain de décapage (sidérurgie)

### Résumé

Les bains de décapage acides sont utilisés pour éliminer des oxydes et pour nettoyer la surface de différents types d'acier. Afin de maintenir le bain dans une condition optimale, il est nécessaire de maintenir les rapports Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup> et acide libre/acide total dans certaines limites. Des substances auxiliaires telles que le peroxyde d'hydrogène sont ajoutées afin d'agir sur le rapport Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup> dans le but d'obtenir une activité constante du bain.

La qualité du produit fini dépend directement de la composition correcte du bain de décapage. Lorsque ces paramètres restent dans une gamme optimale, le résultat sera de meilleure qualité, et les frais seront moindres parce que moins de réactifs seront nécessaires.

Ce bulletin décrit la surveillance d'un bain de décapage dans la sidérurgie. ProcessLab offre une solution évaluant automatiquement les paramètres du bain souhaités (acide libre, acide total, Fe<sup>2+</sup> et Fe<sup>3+</sup>). Grâce à la flexibilité de ProcessLab, la détermination de peroxyde d'hydrogène peut facilement être intégrée.

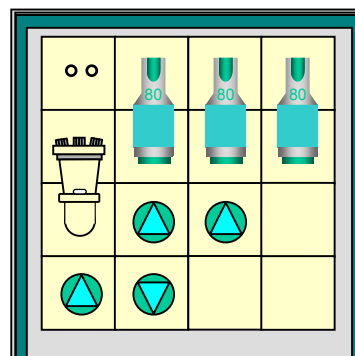
### Caractéristiques/informations générales

- Tous les quatre paramètres en un seul système
- Analyse à une seule touche (one-button analysis)
- Facile à opérer par du personnel semi-qualifié
- Rétroaction directe des résultats mesurés au système de contrôle de processus
- Peut s'utiliser pour différents bains, sans frais supplémentaires
- Des paramètres supplémentaires peuvent être mesurés à un coût minimal (p.ex. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)
- La méthode peut aussi être utilisée au laboratoire

### Matériel utilisé

- 1 x 2.875.0010; Unité de base ProcessLab 875, charnières à gauche, 1 Metrohm Dosing & Measuring Controller (y compris IPC, I/O contrôleur et écran TFT/terminal avec clavier)
- 2 x 6.7201.000; Amplificateur de mesure
- 3 x 2.800.0010; Dosino 800
- 2 x 6.3032.220; Burette 20 mL
- 1 x 6.3032.210; Burette 10 mL
- 2 x 6.7205.030; Pompe péristaltique 320 mL/min
- 2 x 6.7205.020; Pompe péristaltique 120 mL/min
- 1 x 6.0259.100; Unitrode
- 1 x 6.0451.100; Électrode combiné à anneau en Pt
- 1 x 6.7202.100; Entrée numérique 4 DI 24 V DC
- 2 x 6.7202.200; Sortie numérique 4 DO 24 V DC
- 1 x 6.7202.400; Sortie analogique 2 AO 4...20 mA

### Configuration de la partie humide



### Vue du système



---

## Réactifs

- $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$  (Dosino 2)
- $c(\text{KF}) = 3 \text{ mol/L}$  (pompe péristaltique; 120 mL/min)
- $c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2) = 0.1 \text{ mol/L}$  (Dosino 3)
- Eau déminéralisée (pompe péristaltique; 320 mL/min)

---

## Étalonnage et stockage des capteurs

- Le bon fonctionnement des électrodes doit être contrôlé régulièrement
- L'Unitrode est stockée dans 3 mol/L KCl (250 mL; 6.2308.020) lorsqu'elle n'est pas utilisée
- L'électrode rédox (à anneau en Pt) peut être stockée dans de l'eau déminéralisée lorsqu'elle n'est pas utilisée

---

## Théorie

### Informations générales

Un bain fraîchement préparé aura pratiquement la même teneur en acide libre et total. Durant le cycle de vie, la quantité de l'acide libre décroît. Les analyses décrites ici permettent de décider si le bain doit être remonté.

Pour le décapage d'acier, on utilise en principe deux types de bains différents:

### Le bain classique

Le bain classique contient 10...28%  $\text{HNO}_3$  (50%), 3...8% HF et 0.1% de détergents. L'acide nitrique est un oxydant puissant et prépare la surface pour être passivée à l'air.

### Le bain exempt de nitrate

Afin de réduire le risque pour l'environnement (évolution de gaz nitreux), on utilise souvent des bains sans nitrate. Ils sont composés de 3...5% HF, 10...25%  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4$  et 1...5%  $\text{H}_2\text{O}_2$ . En raison de l'oxydant additionnel  $\text{H}_2\text{O}_2$ , il est nécessaire d'analyser ce paramètre également et de remonter le réactif le cas échéant.

---

## Paramètres

### Échantillonnage

L'échantillonnage se fait moyennant la boucle Dosino (Dosino loop – Dosino 1), mais au lieu d'un tuyau de 150 cm, un tuyau Metrohm normal est utilisé. Un échantillon de 1 mL demande un volume de 2 mL, ce qui correspond à un tube d'une longueur de 60 cm environ.

### Acide libre

L'acide libre est nécessaire pour éliminer les couches d'oxyde et les décolorations de l'acier soudé. En plus, une couche de passivation stable est créée prévenant l'oxydation ultérieure du matériel. Le paramètre déterminé correspond à la teneur en acide disponible pour le processus de décapage. Le type ou le mélange d'acide varie en fonction des exigences du processus qui sont différentes d'une usine à l'autre. Le point final de pH 4.2 est souvent utilisé pour déterminer les acides libres.

**Acide total**

Durant le cycle de vie d'un bain de décapage, la teneur en ions de métal augmente constamment. Les sels métalliques formés sont légèrement acides et réagissent également dans l'analyse. Le plus souvent, le point final est réglé à pH 8.6 et utilisé pour le calcul de la teneur en acide total.

 **$\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$** 

La teneur en  $\text{Fe}^{3+}$  est calculée à partir de la différence entre l'acide total et le  $\text{Fe}^{2+}$ . Le rapport  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  donne une indication des propriétés d'oxydation. Si nécessaire, il peut être modifié en ajoutant un oxydant comme  $\text{H}_2\text{O}_2$ . La teneur totale du fer augmente également et permet de déterminer la condition effective du bain.

---

**Analyse****Acide libre**

Après l'échantillonnage, l'échantillon est transféré au récipient et dilué à l'eau. Il est alors nécessaire d'ajouter du KF pour masquer le fer et ainsi empêcher qu'il réagisse dans le titrage. Le titrage est effectué au point final pH 4.2 et fournit la teneur en acide libre.

**Acide total**

Une quantité suffisante de l'échantillon est prise à la pipette et introduite dans le récipient. Après dilution de l'échantillon à l'eau déminéralisée, le titrage est effectué à l'aide de 0.1 mol/L NaOH. Le premier point d'inflexion à pH 4.2 correspond à l'acide libre, le deuxième à pH 8.6 à l'acide total.

 **$\text{Fe}^{2+}$** 

L'échantillon est pipeté dans le récipient de titrage et ensuite dilué avec de l'eau déminéralisée. Le point final résultant en utilisant l'électrode en Pt et le titrant  $\text{Ce}^{4+}$  correspond à la teneur en  $\text{Fe}^{2+}$ .

 **$\text{Fe}^{3+}$** 

La teneur en  $\text{Fe}^{3+}$  est calculée à partir de la différence entre l'acide total et le  $\text{Fe}^{2+}$ .