

ВИЗНАЧЕННЯ НІКЕЛЮ В ГАЛЬВАНІЧНОМУ ЕЛЕКТРОЛІТІ В ПРИСУТНОСТІ ЗАЛІЗА, МІДІ, КАЛЬЦІЮ ТА МАГНІЮ

У поліграфії, як і в інших галузях народного господарства, методи хімічного контролю займають важливе місце. Останнім часом орієнтуються на такі методи, які б не вимагали багато часу, складної апаратури, давали точні результати і тим самим задовольняли потреби виробництва.

На кафедрі поліграфічних матеріалів УПІ ім. Ів. Федорова розробляються та удосконалюються хімічні методи аналізу різних матеріалів, в тому числі друкарських сплавів і гальванічних електродів.

Метою нашої роботи є дослідження можливостей використання комплексонометричного методу для визначення нікелю в гальванічному електроліті в присутності домішок заліза, міді, кальцію та магнію.

Нікелеві електроліти застосовуються в поліграфії для спеціальної обробки цинкових кліше, щоб підвищити їх тиражестійкість, а також для виготовлення гальванічних стереотипів на пластмасовій основі.

При визначенні нікелю ми використовували індикатор мурексид [7]. Для зберігання інтенсивності дії індикатора протягом довгого часу, виготовляли мурексид у сухому вигляді: 1 г мурексиду і 500 г хлориду натрію [8].

У радянській і зарубіжній літературі описані методи комплексонометричного визначення різних речовин, а також окремих елементів в поліграфічних матеріалах. Наприклад, зустрічаємо методи визначення магнію в цинкових сплавах [2], олова в друкарських сплавах [6], цинку в сплаві-гарті [5], тривалентного хрому в гальванічному електроліті [1, 4] та інші. Комплексонометричне визначення нікелю описує Н. А. Кисельова [2]. Цей цікавий метод

грунтується на утворенні в слабкокислом середовищі комплексу нікелю з трилоном Б, надлишок якого визначають потенціометричним титруванням, розчином хлорного заліза. Серед інших методів визначення нікелю слід згадати про вагове визначення за допомогою розчину диметилглюксиму [2, 3], об'ємне визначення — титруванням розчину нікелю лужним розчином диметилглюксиму [2] і електролітичне визначення — виділенням нікелю на платинових електродах [2, 3].

Гальванічний електроліт, в якому визначали нікель, за технічними умовами був такого складу: $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ — 120 г/л, NaCl — 50 г/л, CH_3COONa — 50 г/л, CH_3COOH — 1 г/л.

В електроліті наявні домішки заліза, міді, кальцію та магнію. Середовище розчину: $\text{pH}=5$.

Титрування вели 0,1 н. розчином трилону Б, який виготовляли з фіксоналу. Домішки в електроліті заліза і міді маскували 20%-ним розчином триетаноламіну, а домішки кальцію і магнію за допомогою фториду натрію [8]. Для створення відповідного середовища ($\text{pH}=10$) використовували амонійну буферну суміш такого складу: 54 г хлориду амонію, 350 мл концентрованого розчину аміаку і решта води до об'єму 1 л [8].

Хід аналізу. За допомогою піпетки переносимо 10 мл нікелевого електроліту в мірну колбу і водою доповнюємо до об'єму 100 мл. Відбираємо піпеткою 10 мл цього розчину в конічну колбу на 300 мл, туди доливаємо приблизно 100 мл води і 3—5 краплин концентрованого розчину азотної кислоти. Розчин в колбі кип'ятимо декілька хвилин для окислення двовалентного заліза до тривалентного. Після охолодження розчину до кімнатної температури доливаємо в колбу 20 мл 20%-ного розчину триетаноламіну і додаємо 1 г фториду натрію. Далі додаємо 20 мл амонійної буферної суміші і на кінець шпателька невелику кількість індикатора-мурексиду у сухому стані. Розчин нагріваємо приблизно до 40°C , титруємо 0,1 н. розчином трилону Б до появи червоно-фіолетового забарвлення. З огляду на те, що іони нікелю з трилоном Б утворюють комплекс повільно, то кінець титрування проводимо з зупинками в декілька секунд.

Один мілілітр 0,1 н. розчину трилону Б відповідає 0,01403 г $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Для перевірки правильності і точності результатів аналізу, одержаних запропонованою методикою, ми проводили паралельно визначення нікелю в цьому ж електроліті ваговим методом [2, 3].

Результати аналізу наводимо нижче:

Ваговий метод, $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ г/л	Комплексонометричний метод $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ г/л
120,3	120,7
121,1	120,7
120,3	119,3
120,3	120,7
121,1	120,7
121,4	119,3
Середня величина 120,75	120,23

Відхилення середньої величини комплексометричного методу від середньої величини вагового методу дорівнює 0,52 г/л $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Пропонований метод точний, займає дуже мало часу і може бути з успіхом застосований в лабораторіях поліграфічних підприємств.

ЛІТЕРАТУРА

1. Жендарева О. Г., Мухина З. С. Анализ гальванических ванн. Изд. 2-е. М., «Химия», 1970.
2. Киселева Н. А. Химический анализ полиграфических материалов. М., «Искусство», 1958.
3. Круглова Е. Г., Вячеславов Г. М. Контроль гальванических ванн и покрытий. М.—Л., Машгиз, 1961.
4. Курницький І. І. Комплексометричне визначення тривалентного хрому в хромовому електроліті. — «Поліграфія і видавнича справа», 1970, вип. 8.
5. Курницький І. І. Комплексометричне визначення цинку в сплаві-гарті. — «Поліграфія і видавнича справа», 1970, вип. 6.
6. Щепкина Т., Елисеєва Н. Ускоренный метод определения олова в сплавах. — «Полиграфия», 1970, № 9.
7. Пршибил Р. Комплексоны в химическом анализе. М., ИЛ, 1960.
8. Borchert Otto. Maßanalytische Schnellmethoden für Beizen und galvanische Elektrolyte. — VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig, 1966.

I. I. KURNYTSKY, N. O. YTERMAN, R. S. CHACHOON

DETERMINATION OF NICKEL IN GALVANIC ELECTROLYTE IN THE PRESENCE IRON, CUPRUM, CALCIUM AND MAGNESIUM

Summary

There was nickel in galvanic electrolyte determined. It was established that in buffer medium with pH-10 nickel can be titrated with 0,1, solution of trilone B in the presence of murexide as indicator. Iron and cuprum were masked with triethanolamine, of calcium and magnesium with sodium fluoride. Accuracy of determination equals to gravimetric method.
