

## **ВИЗНАЧЕННЯ ДОМІШОК ЗАЛІЗА В НІКЕЛЕВОМУ ЕЛЕКТРОЛІТІ**

У поліграфічній промисловості нікелеві електроліти використовують при виготовленні друкарських форм. Нікелеві покриття захищають від корозії та передчасного зношення предмети, а також використовуються як декоративні покриття. Захисне нікелювання цинкових кліше проводять для підвищення їх тиражостійкості. Наприклад, цинкові кліше без захисного покриття витримують тираж від 15 000 до 25 000 відбитків, а при їх покритті нікелем тиражостійкість підвищується до 125 000 [2]. Нікелеві електроліти застосовують також при виготовленні біметалічних офсетних друкарських форм, де нікелем покривають переважно пробільні елементи. Врешті, нікелеві електроліти застосовуються для виготовлення гальванічних стереотипів на пластмасовій основі.

До складу нікелевих електролітів входять солі нікелю, переважно сірчаноокислі солі, борна або оцтова кислота разом з оцто-

вокислим натрієм як буферні добавки і сіль хлористого натрію для підвищення електропровідності й активації поверхні анодів.

Нікелеві електроліти дуже чутливі до різних випадкових домішок, які шкідливо впливають на процес гальванопокриття, а також на якість продукції. Особливо шкідливими у розчині є іони металів заліза, цинку, міді, свинцю та деякі органічні речовини [2]. Джерелом забруднення електролітів є в першу чергу аноди, крім того, водопровідна вода, різні солі та предмети, що випадково потрапляють в електроліт.

Ми поставили перед собою завдання застосувати прискорений метод визначення домішок заліза в нікелевому електроліті. Присутні в електроліті іони тривалентного заліза гідролізують при сприятливих умовах (рН 3—4) і утворюють осад гідроксиду заліза, який негативно впливає на електроосадження металічного нікелю. Гідролітичне осадження іонів двовалентного заліза відбувається при більших величинах рН, а саме при рН 5,5—6,0. Іони двовалентного заліза можуть також розряджатись на катоді разом з нікелем і утворювати сплав, в якому вміст заліза доходить навіть до 2—3% [2]. Утворений сплав дуже блискучий, крихкий і часто відстає від поверхні покритого предмета. Стає очевидним, що домішки заліза в електроліті шкідливі й тому необхідно систематично визначати їх кількість. За технічними умовами вміст заліза в нікелевому електроліті не повинен перевищувати 0,1 г/л. Якщо ця кількість більша, тоді проводять хімічне очищення електроліту.

Для визначення кількості заліза ми використали один із методів об'ємного аналізу — комплексонометричне титрування. Треба підкреслити, що основні складники та різні домішки в гальванічних електролітах визначаються цим методом дуже успішно. Як робочий розчин ми використовували розчин трилону Б, який з іонами тривалентного заліза утворює дуже стійкий комплекс, величина константи нестійкості якого дорівнює  $8 \cdot 10^{-26}$ . При комплексонометричному титруванні точку еквівалентності ми фіксували за допомогою сульфосаліцилової кислоти [7]. Це 2-окси-5-сульфобензойна кислота, яка з іонами тривалентного заліза утворює ряд комплексних сполук залежно від кислотності досліджуваного розчину [5]. Наше титрування проводили при рН 1,5—2 і в такому середовищі залізо утворює моноссульфосаліцилат буро-рожевого забарвлення.

Тепер залізо у нікелевому електроліті визначають здебільшого полярографічним [3], хроматометричним [6], перманганатометричним [4] і колориметричним [4] методами.

Комплексонометричний метод ґрунтується на виділенні з електроліту заліза у вигляді гідроксиду, розчиненні його в соляній кислоті та титруванні іонів заліза розчином трилону Б у присутності сульфосаліцилової кислоти.

Необхідні реактиви: азотна кислота (густ. 1,4); 1 н. розчин соляної кислоти; концентрований розчин аміаку; 0,1 н. розчин трилону Б, виготовлений з фіксаналу; 25%-ний розчин хлориду амонію; 10%-ний розчин сульфосаліцилової кислоти.

Відбирають 100 мл нікелевого електроліту в склянку на 300 мл, розбавляють 100 мл води, додають 5—10 краплин азотної кислоти й кип'ячать декілька хвилин для окислення заліза. Після цього до розчину доливають 25 мл розчину хлориду амонію й осаджують іони заліза концентрованим розчином аміаку до того часу, коли розчин при перемішуванні набере темно-синього забарвлення. Для коагуляції гідроксиду заліза розчин продовжують нагрівати близько 5 хв і потім фільтрують через беззольний фільтр з білою стрічкою. Осад промивають гарячою водою з домішками розчину хлориду амонію, непотрібний фільтрат виливають, а осад на фільтрі розчиняють у гарячій розведеній азотній кислоті (1 : 2) і зливають у чистий стакан. В одержаному розчині проводять переосадження. Зібраний на фільтрі осад знову промивають гарячою водою й розчиняють його в гарячій розведеній соляній кислоті. Фільтрат збирають у конічну колбу на 250 мл, доливають 100 мл води та нейтралізують розчином аміаку до рН 1,5—2. Потім розчин у колбі нагрівають до 50°, доливають 1 мл 10%-ного розчину сульфосаліцилової кислоти та титрують 0,1 н. розчином трилону Б до знебарвлення.

Кількість заліза в 1 л електроліту обчислюють за формулою

$$Fe = V \cdot T_n \cdot 1000, \text{ г/л,}$$

де  $V$  — об'єм 0,1 н. розчину трилону Б, витраченого на титрування (мл);  $T$  — титр 0,1 н. розчину трилону Б за залізом (теоретичний титр 0,00279 г/мл);  $n$  — об'єм електроліту, взятого для аналізу (мл).

Для оцінки результатів аналізу ми паралельно визначали кількість заліза в цьому ж електроліті колориметричним методом (1).

Результати аналізів наводимо нижче:

| Комплексонометричний метод,<br>Fe, г/л | Колориметричний метод,<br>Fe, г/л |
|--|-----------------------------------|
| 0,0279                                 | 0,0273                            |
| 0,0265                                 | 0,0271                            |
| 0,0279                                 | 0,0273                            |
| 0,0265                                 | 0,0268                            |
| 0,0279                                 | 0,0273                            |
| 0,0265                                 | 0,0271                            |

Середні величини відповідно 0,0272; 0,0271. Різниця між результатами аналізу 0,0001 г/л Fe. Цей метод дає можливість визначати малі кількості заліза точно, швидко, без складної апаратури й може бути застосований в лабораторіях поліграфічних підприємств.

#### ЛІТЕРАТУРА

1. Алексеев В. Н. Количественный анализ. М., Госхимиздат, 1963.
2. Гиндлин В. К. Гальванотехника в полиграфии. М., «Книга», 1965.
3. Киселева Н. А. Химический анализ полиграфических материалов. М., «Искусство», 1958.
4. Круглова Е. Г., Вячеславов П. М. Контроль гальванических ванн и покрытий. М.—Л., Машгиз, 1961.

5. Краткая химическая энциклопедия. Т. IV. М., «Советская энциклопедия», 1965.

6. Никандрова Л. И. [и др.]. Анализ электролитов и растворов (для гальванических и химических покрытий). Л., Госхимиздат, 1963.

7. Borchert Otto. Маßanalytische Schnellmethoden für Beizen und galvanische Elektrolyte, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie. Leipzig, 1966.

*J. I. KURNYTSKY, I. M. YAKUMYK, M. D. VELYKA*

### **IRON IMPURITY DETERMINATION IN NICKEL ELECTROLYTE**

#### **S u m m a r y**

There was accomplished iron impurity determination in nickel electrolyte. It was established, that the iron, separated from electrolyte in shape of hydroxyde, can be titrated, after solution in hydrochloric acid, with 0,1 n trilon B solution at pH 1.5—2 in the presence of sulfosalicylic acid as indicator.

---