# ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

ВИЛУЧЕННЯ ІОНІВ НІКЕЛЮ З ВІДПРАЦЬОВАНОГО РОЗЧИНУ ХІМІЧНОГО НІКЕЛЮВАННЯ

**МЕТА РОБОТИ** – вивчити запропонований метод вилучення іонів нікелю з відпрацьованих розчинів хімічного нікелювання.

**ЗАВДАННЯ** – визначити вміст іонів нікелю у відпрацьованому розчині хімічного нікелювання; зробити розрахунки, необхідні для ефективного каталітичного відновлення іонів нікелю; провести відновлення іонів нікелю у відпрацьованому розчині хімічного нікелювання; визначити масу осадженого порошку нікелю та повноту вилучення іонів нікелю з відпрацьованого розчину хімічного нікелювання.

**Реактиви, матеріали й обладнання, потрібні**

**для виконання роботи:**

1. Відпрацьований розчин хімічного нікелювання.
2. Розчин трилону Б *(0,1н).*
3. Аміачний буферний розчин (7 г амоній хлориду розчинити в 20 мл води, додати 57 мл концентрованого водного розчину аміаку (**обережно**!), довести дистильованою водою до об’єму 100 мл).
4. Готовий концентрований розчин натрій гідроксиду (40 %).
5. Розчин магній сульфату концентрації 0,1н.
6. Натрій гіпофосфіт.
7. Мурексид.
8. Еріохром чорний.
9. Піпетки на 5 і 10 мл.
10. Гумова груша.
11. Мірний циліндр на 100 мл.
12. Конічна колба для титрування на 200 мл.
13. Мірна колба на 1 л.
14. Конічна колба на 1 л.
15. Бюретка для титрування на штативі.
16. Електроплитка.
17. Термостійка колба на 500 мл.
18. Термометр.
19. Металічний нікель*.*
20. Напильник.
21. Алюмінієва дротина.

**1. ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ ПРОЦЕСУ**

Хімічне нікелювання – досить розповсюджений у промисловості процес нанесення декоративних і захисних покрить із металевого нікелю на інші металеві або неметалеві поверхні. Основна перевага цього процесу – можливість створення високоякісних нікелевих покрить на пластмасі, кераміці та інших діелектричних матеріалах, до яких неможливо застосувати електрохімічні способи осадження нікелю з розчинів електролітів нікелювання.

Під час хімічного нікелювання навіть неелектропровідна поверхня хімічно активується, після чого металевий нікель, який утворюється внаслідок хімічного відновлення у приповерхневому шарі, осідає на неї й утворює щільний металевий шар. Підбираючи склади розчинів для хімічного нікелювання, умови проведення процесу, можна осадити високоякісні блискучі покриття, що імітують металеві деталі, мають гарний зовнішній вигляд і захищають поверхню пластикової, керамічної або іншої деталі від механічних ушкоджень.

У результаті хімічного нікелювання пластичних мас, металів, діелектриків утворюються значні об’єми відпрацьованих технологічних розчинів, які містять порівняно велику кількість іонів нікелю – не менше 5 г/л. Відомо, що іони нікелю належать до токсичних речовин першого класу небезпеки, а тому зливати відпрацьовані технологічні розчини в каналізаційну мережу категорично заборонено. Їх знешкоджують шляхом вилучення іонів нікелю. Для цього рекомендують використовувати розчин кальцій гідроксиду. Результат його взаємодії з відпрацьованими розчинами хімічного нікелювання – утворення нерозчинного у воді нікель гідроксиду. Якщо такий процес здійснюють на станціях нейтралізації промислових підприємств, то утворюються складні суміші, що містять гідроксиди багатьох металів. З погляду необхідності знешкодження токсичних розчинів такий процес відповідає сучасним вимогам. Але значний недолік такого способу – його марнотратність, тобто повна втрата великої кількості кольорових металів, зокрема, нікелю.

На кафедрі фізичної хімії Чернівецького національного університету імені Юрія Федьковича розроблено спосіб хімічного каталітичного вилучення іонів нікелю з відпрацьованих розчинів хімічного нікелювання, який дозволяє ефективно утилізувати нікель з розчину. Суть методу полягає в каталітичному хімічному відновленні іонів нікелю до металевого нікелю:

NiCl2 + 2NaH2PO2 + 2H2O → Ni↓ + 2NaH2PO3 + H2↑ + 2HCl. (1)

Відновником у цьому процесі слугує натрій гіпофосфіт, який застосовують в електроліті для хімічного нікелювання. Та кількість натрій гіпофосфіту, що є в розчині хімічного нікелювання, може бути достатньою для повного відновлення іонів нікелю з відпрацьованого електроліту. Але для успішного проведення процесу вилучення іонів нікелю, необхідно створити такі умови, під час яких електроліт нікелювання стане нестабільним. Цього можна досягти шляхом підлужнення розчину до рН=7,0÷8,0.

Ще одна особливість цього способу – процес відновлення іонів нікелю повинен відбуватися не на поверхні ємності, а в об’ємі розчину. Щоб цього досягти, до розчину додають каталізатор – порошок нікелю. В таких умовах іони нікелю досить швидко відновлюються до металу, що осідає на поверхні частинок нікелю, внесених до розчину.

**2. МЕТОДИКА ВИКОНАННЯ РОБОТИ**

За наявності фіксаналу трилону Б потрібно **кількісно** перенести його до мірної колби об’ємом 1 л, розчинити в дистильованій воді та довести розчин до риски. В результаті буде виготовлено 0,1 н розчин трилону Б.

За відсутності фіксаналу трилону Б для приготування розчину використовують розфасований реактив.

Для цього потрібно:

1. Розрахувати молекулярну масу трилону Б.
2. Розрахувати масу трилону Б, необхідного для приготування 200 мл 0,1 н розчину.
3. Відважити розраховану масу трилону Б на технічних терезах і перенести речовину до мірної колби на 200 мл.
4. Розчинити трилон Б у дистильованій воді та довести об’єм розчину до 200 мл.
5. Взяти фіксанал магній сульфату і **кількісно** перенести його до мірної колби об’ємом 1 л, розчинити в дистильованій воді та довести розчин до риски. В результаті буде виготовлено 0,1 н розчин магній сульфату.
6. Визначити точну концентрацію розчину трилону Б за допомогою приготовленого стандартного розчину магній сульфату. Піпеткою відбирають 10 мл розчину МgSO4, переносять у конічну колбу для титрування, додають 50 мл дистильованої води, 5 мл аміачного буферного розчину (NH4OH + NH4Сl, рН = 9,2) й **трохи** сухого індикатору еріохрому чорного. Під час такого змішування розчин повинен набути **неінтенсивного** червоно-фіолетового кольору. Потім розчин титрують приготовленим розчином трилону Б, добре перемішуючи вміст колби. Коли розчин, що титрують, набуде **стійкого** синього кольору, титрування припиняють. Нормальність робочого розчину трилону Б розраховують за формулою:

 (2)

де  – нормальність розчину трилону Б;

 – об’єм розчину трилону Б, що витрачено на титрування;

 –нормальність розчину магній сульфату(0,1 н);

 – об’єм розчину магній сульфату (10 мл).

**3. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ІОНІВ НІКЕЛЮ В РОЗЧИНІ**

Вміст іонів нікелю в розчині визначають за допомогою об’ємного трилонометричного методу, основою якого є комплексометричне титрування розчину іонів нікелю 0,1 н розчином трилону Б в аміачному середовищі в присутності індикатору мурексиду.

1. Відібрати піпеткою 10 мл відпрацьованого електроліту нікелювання та перенести його до конічної колби.
2. Додати в колбу 50 мл дистильованої води, 5 мл аміачного буфера, **трохи** сухого індикатору мурексиду, перемішати й титрувати розчином трилону Б до зміни забарвлення відпрацьованого електроліту з **жовтого** на **фіолетове**.
3. Повторити кроки 1 і 2 ще два рази.
4. Вміст іонів нікелю (в г-екв/л) вирахувати за формулою:

 (3)

де  – середній об’єм розчину трилону Б (мл), витрачений в трьох титруваннях,

 – нормальність розчину трилону Б;

 – об’єм відпрацьованого розчину хімічного нікелювання, взятого для аналізу (мл).

**4. ВИЗНАЧЕННЯ МАСИ НАТРІЙ ГІПОФОСФІТУ, ПОТРІБНОЇ ДЛЯ ПОВНОГО ВІДНОВЛЕННЯ ІОНІВ Ni2+**

Як видно з рівняння (1), іони нікелю та гіпофосфіт іони взаємодіють у молярному співвідношенні 1:2. Для повного і швидкого вилучення іонів нікелю з електроліту рекомендовано взяти таку масу натрій гіпофосфіту, яка б удвічі перевищувала розрахункову.

1. Знаючи нормальну концентрацію іонів нікелю у відпрацьованому розчині(розраховується за формулою (3)), розрахуйте кількість молів іонів нікелю (*Мr(Ni)*) у 20 мл електроліту. **Пам’ятайте, що у (3) розраховується еквівалентна, а не молярна концентрація іонів і перерахуйте отриману еквівалентну концентрацію у молярну.**
2. Розрахуйте молекулярну масу натрій гіпофосфіту (**врахувавши кристалізаційну воду!**).
3. Розрахуйте масу натрій гіпофосфіту (г), яку потрібно відважити для того, щоб отримати кількість речовини, яка дорівнює 2 *Mr(Ni)*.
4. Для швидкого й ефективного вилучення іонів Ni2+ з відпрацьованих розчинів хімічного нікелювання рекомендовано використати масу натрій гіпофосфіту, яка у 2 рази перевищує розраховану, за п.3.

**5. МЕТОДИКА ВІДНОВЛЕННЯ ІОНІВ НІКЕЛЮ**

**У ВІДПРАЦЬОВАНОМУ РОЗЧИНІ ХІМІЧНОГО**

**НІКЕЛЮВАННЯ**

1. Перенесіть 20 мл відпрацьованого розчину хімічного нікелювання в посудину з термостійного скла.
2. Визначте рН розчину за допомогою універсального індикатору.
3. **Обережно** додаючи концентрований розчин NаОН, доведіть рН розчину до 7,0÷8,0.
4. Нагрійте розчин до 80÷85 °С.
5. Приготуйте невелику масу порошкоподібного металевого нікелю, знімаючи з металевої нікелевої деталі порошок нікелю напильником.
6. Засипте порошок нікелю в посудину з термостійкого скла.
7. Перемішайте розчин **алюмінієвим** дротиком і додавайте до нього **невеликими** **порціями** порошок натрій гіпофосфіту. Запобігайте надто бурхливому перебігу процесу і періодично контролюйте рН. За його зменшення, додайте невеличкими порціями концентрований розчин натрій гідроксиду для досягнення рН = 7,0÷8,0. Розчин, у якому відбувається стійке відновлення іонів нікелю, перемішувати не потрібно. Після внесення всього натрій гіпофосфіту належить дочекатися завершення процесу відновлення. Ознаками цього є зникнення зеленого забарвлення розчину і припинення виділення водню.

**6. КОНТРОЛЬ ПОВНОТИ ВИЛУЧЕННЯ ІОНІВ НІКЕЛЮ**

**З РОЗЧИНУ**

1. Охолодіть розчин до кімнатної температури і відфільтруйте порошок нікелю.
2. Відберіть 10 мл розчину й методом трилонометричного титрування визначте вміст іонів нікелю за описаною вище методикою (див. розділ 3).
3. Порівняйте кінцевий вміст іонів нікелю з початковим і зробіть висновок про ступінь їх вилучення з розчину. Ступінь вилучення можна розрахувати як , де  і  – кінцева і початкова концентрація нікелю в розчині, визначена за результатами трилонометрії.
4. Повноту вилучення іонів нікелю з розчину можна оцінити використовуючи спиртовий розчин диметигліоксиму. У пробірку відберіть 1-2 мл охолодженого розчину після завершення процесу вилучення іонів нікелю. Капніть у цей розчин декілька краплин 1 % спиртового розчину диметилгліоксиму. Відсутність малинового забарвлення розчину дозволяє зробити висновок, що вміст іонів нікелю менший 0,01 мг/л і досягнуто «повне» вилучення іонів нікелю з відпрацьованого розчину. Концентрація іонів нікелю 0,01 мг/л відповідає ГДК цих іонів у водах, що використовуються для вирощування риби.

КОНТРОЛЬНІ ПИТАННЯ

1. Хімічне каталітичне вилучення іонів нікелю з відпрацьованого розчину хімічного нікелювання, хід виконання роботи, суть усіх дій і операції.
2. Основні джерела потрапляння сполук важких металів у довкілля і наслідки такого типу забруднення.
3. Небезпека для довкілля та токсичність іонів важких металів.
4. Основи об’ємного трилонометричного методу визначення вмісту іонів нікелю в розчині.
5. Особливості каталітичного відновлення іонів нікелю з відпрацьованих розчинів хімічного нікелювання.
6. Методи оцінювання повноти вилучення іонів нікелю з відпрацьованих розчинів хімічного нікелювання.
7. Основні існуючі промислові методи запобігання потраплянню сполук важких металів у довкілля, їх переваги і недоліки.
8. Нові та перспективні методи вилучення іонів важких металів із відпрацьованих технологічних розчинів.
9. Ваші міркування щодо створення екологічно безпечного процесу хімічного нікелювання поверхні металів і діелектриків.