

КОЛЛОИДНАЯ ХИМИЯ

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления подготовки 18.03.01*

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2021**

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
Санкт-Петербургский горный университет

Кафедра физической химии

КОЛЛОИДНАЯ ХИМИЯ

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 18.03.01*

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2021

УДК 544 (073)

КОЛЛОИДНАЯ ХИМИЯ: Методические указания к лабораторным работам / Санкт-Петербургский горный университет. Сост.: *О.В. Черемисина, Т.Е. Литвинова, Ю.А. Машукова*. СПб, 2021. 48 с.

Изложены общие требования к выполнению лабораторных работ, сведения о лабораторном практикуме, указан порядок выполнения лабораторного практикума, даны рекомендации по обработке результатов эксперимента для самостоятельной работы студентов по дисциплине «Коллоидная химия».

Предназначены для студентов бакалавриата направления 18.03.01 «Химическая технология» профилей «Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов» и «Химическая технология неорганических веществ».

Научный редактор проф. *О.В. Черемисина*

Рецензент д.х.н. *Н.Г. Суходолов* (Санкт-Петербургский государственный университет)

© Санкт-Петербургский
горный университет 2021

КОЛЛОИДНАЯ ХИМИЯ

***Методические указания к лабораторным работам
для студентов бакалавриата направления 18.03.01***

Сост. *О.В. Черемисина, Т.Е. Литвинова, Ю.А. Машукова*

Печатается с оригинал-макета, подготовленного кафедрой
физической химии

Ответственный за выпуск *О.В. Черемисина*

Лицензия ИД № 06517 от 09.01.2002

Подписано к печати 18.06.2021. Формат 60×84/16.
Усл. печ. л. 2,8. Усл.кр.-отт. 2,8. Уч.-изд.л. 2,5. Тираж 75 экз. Заказ 621.

Санкт-Петербургский горный университет
РИЦ Санкт-Петербургского горного университета
Адрес университета и РИЦ: 199106 Санкт-Петербург, 21-я линия, 2

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	4
Лабораторная работа № 1. Определение размеров частиц дисперсных систем турбидиметрическим методом.....	6
Лабораторная работа № 2. Исследование поверхности раздела фаз раствор ПАВ - воздух.....	10
Лабораторная работа № 3. Исследование молекулярной адсорбции растворенного вещества из растворов на активированном угле.....	20
Лабораторная работа № 4. Исследование обменной адсорбции ионов.....	26
Лабораторная работа № 5. Получение лиофобных золь.....	32
Лабораторная работа № 6. Определение порога коагуляции.....	35
Лабораторная работа № 7. Изучение коагуляции гидрозоля железа.....	41
Лабораторная работа № 8. Определение критической концентрации мицеллообразования.....	45
Библиографический список.....	49

ВВЕДЕНИЕ

Лабораторные работы проводятся с целью закрепления теоретического материала, который излагается на лекциях и самостоятельно прорабатывается студентами по учебникам и учебным пособиям. В ходе лабораторного практикума студенту ставится задача освоить приемы и методы ведения физико-химического эксперимента, приобрести навыки работы с аппаратурой, научиться основным способам обработки экспериментальных данных и оценки погрешностей полученных результатов.

Методические указания в сжатой форме знакомят студентов с основными теоретическими положениями, относящимися к данной лабораторной работе или группе лабораторных работ со схожей тематикой, основным оборудованием и приемами работы на нем, правилами оформления лабораторных протоколов, обработкой результатов эксперимента.

Перед выполнением лабораторной работы студенты должны получить к ней допуск. Для допуска требуется знание теоретических основ выполняемой работы в пределах данных методических указаний, хода ее выполнения, порядка записи и обработки результатов измерений и вычисления погрешностей, наличие протокола ведения эксперимента, содержащего необходимые исходные данные и таблицы для записи экспериментальных данных образец протокола приводится в описании каждой лабораторной работы.

Для выполнения экспериментов после получения допуска студент получает от преподавателя индивидуальное задание. Полученные результаты эксперимента должны быть сразу занесены в протокол. Он должен быть выполнен по возможности аккуратно, в протокол необходимо занести используемое оборудование, реактивы, все экспериментальные данные, концентрации использованных растворов и др. В конце работы экспериментальные данные предъявляются преподавателю. Протокол является неотъемлемой частью отчета и должен быть подписан преподавателем с указанием даты выполнения работы. Исправления, подтирки, корректор в протоколе не допускаются. Новые измерения должны заноситься ниже прежних и опять подписываться преподавателем. Отчет без подписанно-

го протокола на проверку не принимается, а лабораторная работа выполняется вновь.

Отчет по лабораторной работе вместе с протоколом сдается преподавателю не позднее начала следующей лабораторной работы. Отчет должен быть оформлен в соответствии с индивидуальным заданием согласно методическим указаниям к конкретной работе.

Преподаватель проверяет отчет и может вернуть его для исправления ошибок либо для переделки лабораторной работы. Возврат отчета на исправление допускается не более двух раз и только в течение месяца со дня выполнения работы. По истечении этого срока, если отчет не принят, работа подлежит переделке с новым персональным заданием. Принятый отчет подлежит защите. На защите требуется знание теоретического и практического материала по защищаемой лабораторной работе.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Цель работы

Определение размеров дисперсных частиц, не подчиняющихся закону Рэлея.

Сущность работы

Экспериментально измеряют кажущуюся оптическую плотность дисперсной системы при различных длинах волн (в достаточно узком интервале λ) и строят график в координатах $\lg D - \lg \lambda$. Затем рассчитывают средний (наиболее вероятный) радиус частиц исследуемой дисперсной системы.

Оборудование и реактивы

Фотоэлектроколориметр; кюветы стеклянные толщиной 1 см – 2 шт.; салфетки; электрическая плитка или колбонагреватель; круглая колба объемом 250 мл – 1 шт.; колба мерная объемом 200 мл – 1 шт.; пипетка мерная объемом 10 мл – 2 шт.; пипетка мерная объемом 1 мл – 2 шт.; стакан химический вместимостью 50 мл – 4 шт.; мерная пипетка объемом 10 мл – 1 шт.; хлорид железа (III) – раствор, концентрацией 2 %; гексацианоферрат (II) калия – раствор концентрацией 20 %; сульфат кобальта – раствор концентрацией 0,1 %; сульфат меди (II) – раствор концентрацией 10 %

Выполнение работы

I Получение золя

Золь гидроксида железа (III)

1. В колбу с 250 мл кипящей воды мерной пипеткой прилить 10 мл раствора с массовой долей хлорида железа 2 %.
2. Образовавшийся золь, красно-коричневого цвета, охладить до комнатной температуры.

Золь гексацианоферрата (II) кобальта (II).

1. В мерную колбу объемом 200 мл при помощи мерной пипетки поместить 1 мл раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ концентрацией 20 %
2. Довести дистиллированной водой до метки.
3. Колбу плотно закрыть пробкой.
4. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз.

5. Раствор перелить в круглую колбу объемом 250 мл.
6. При помощи мерной пипетки вместимостью 10 мл медленно прибавить 10 мл раствора сульфата кобальта концентрацией 0,1 %.

Образуется золь гексацианоферрата (II) кобальта (II) зеленого цвета.

Золь гексацианоферрата (II) меди (II)

1. В мерную колбу объемом 200 мл при помощи мерной пипетки поместить 1 мл раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ концентрацией 20 %
2. Довести дистиллированной водой до метки.
3. Колбу плотно закрыть пробкой.
4. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз.
5. Раствор перелить в круглую колбу объемом 250 мл.
6. Добавить при перемешивании 1 мл раствора сульфата меди (II) концентрацией 10 %

Образуется золь гексацианоферрата (II) меди (II) красного цвета.

II Проведение измерений

1. В кювету толщиной 1 см налить до метки дистиллированную воду и насухо протереть стенки кюветы кусочком фильтровальной бумаги.
2. Кювету с водой (раствор сравнения) поместить в среднее отделение кюветодержателя.
3. В другую кювету толщиной 1 см налить до метки пробу золя и насухо протереть стенки кюветы кусочком фильтровальной бумаги.
4. Кювету с золем поместить в ближнее отделение кюветодержателя.
5. Кюветодержатель поместить в кюветное отделение прибора.
6. Измерить оптическую плотность раствора при различных длинах волн в диапазоне от 350 до 600 нм с шагом 50 нм, следуя инструкции к пользованию прибором. Результаты измерений занести в таблицу.

Содержание протокола лабораторной работы

Таблица зависимости кажущейся оптической плотности от длины волны (таблица 1)

Таблица 1

Зависимость кажущейся оптической плотности от длины волны

λ , нм	350	400	450	500	550	600
D						

Обработка результатов эксперимента

1. Заполнить таблицу:

Таблица 2

Расчётные данные			
λ , нм	D	$\lg\lambda$	$\lg D$
350			
400			
450			
500			
550			
600			

2. Построить график в координатах $\lg\lambda - \lg D$ (рисунок 1)

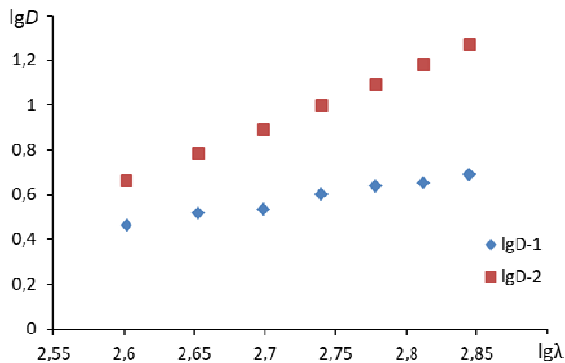


Рис. 1. Зависимость кажущейся оптической плотности от длины волны

3. Построить линию тренда (рисунок 2) (формат линии тренда: аппроксимация – линейная, показывать уравнение на диаграмме, поместить на диаграмму величину достоверности аппроксимации R^2)

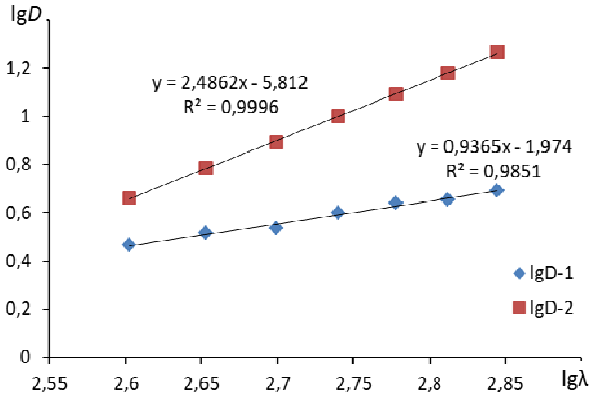


Рис. 2. Построение линии тренда

4. По угловому коэффициенту уравнения линии тренда определить величину n .

5. Определить среднее значение длин волн (по уравнению 1.1):

$$\lambda_{\text{ср}} = \frac{\lambda_{\text{max}} + \lambda_{\text{min}}}{2}. \quad (1.1)$$

6. По уравнению (1.2)

$$z = \frac{8\pi r}{\lambda} = -3,7 * n + 16,2 \quad (1.2)$$

с использованием найденного значения n вычислить параметр z .

7. Рассчитать средний радиус частиц по формуле (1.3):

$$r_{\text{ср}} = \frac{\lambda_{\text{ср}} * z}{8\pi}. \quad (1.3)$$

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ РАЗДЕЛА ФАЗ РАСТВОР ПАВ - ВОЗДУХ

Цель работы

На основании изотермы поверхностного натяжения и изотермы адсорбции определить постоянные уравнения Шишковского, рассчитать предельное значение удельной адсорбции ПАВ, площадь, занимаемую одной молекулой и ее длину.

Сущность работы

С ростом концентрации ПАВ в растворе поверхностное натяжение раствора резко снижается. Наиболее простым способом измерения поверхностного натяжения является капельный метод. Он основан на том, что капля жидкости, висящая на горизонтальной поверхности сталагмометра, отрывается от нее в тот момент, когда ее вес уравновешивается силой, равной произведению поверхностного натяжения на длину окружности основания капли. Чем меньше поверхностное натяжение жидкости, тем мельче капли и больше их число. По числу капель для растворов с разной концентрацией определяют величину поверхностного натяжения.

Оборудование и реактивы

Сталагмометр – 1 шт.; колба коническая или круглая объемом 50 или 100 мл – 4 шт.; стакан химический объемом 100 мл – 1 шт.; стакан химический объемом 250 мл – 1 шт.; мерная пипетка объемом 20 мл – 1 шт.; резиновая груша или шприц – 1 шт.; растворы ПАВ для исследований (наименование и концентрация раствора ПАВ указана на емкости с реактивом).

Выполнение работы

1. Приготовить 5 растворов ПАВ, заданного преподавателем.

1.1. В маркированный химический стакан вместимостью 250 мл отобрать около 200 мл дистиллированной воды.

1.2. Взять 4 нумерованные колбы вместимостью 100 мл.

1.3. В каждую из четырех колб при помощи мерной пипетки из химического стакана вместимостью 250 мл отобрать по 20 мл дистиллированной воды.

1.4. В маркированный химический стакан объемом 100 мл отобрать из бутылки около 50 мл раствора ПАВ, заданного преподавателем.

1.5. В колбу № 1 при помощи мерной пипетки отобрать 20 мл раствора ПАВ и перемешать.

1.6. Из колбы № 1 при помощи мерной пипетки отобрать 20 мл раствора ПАВ, перенести в колбу № 2, перемешать.

1.7. Из колбы № 2 при помощи мерной пипетки отобрать 20 мл раствора ПАВ, перенести в колбу № 3, перемешать.

1.8. Из колбы № 3 при помощи мерной пипетки отобрать 20 мл раствора ПАВ, перенести в колбу № 4, перемешать.

По окончании приготовления растворов должно получиться 5 проб с растворами ПАВ разной концентрации: стакан с исходным раствором и 4 колбы, в которых концентрация ПАВ последовательно уменьшается в 2 раза.

2. Определить водяное число сталагмометра N_p .

2.1. Из маркированного химического стакана вместимостью 250 мл отобрать порцию воды в сталагмометр.

2.2. Дать воде спокойно течь и сосчитать, сколько капель образуется при движении мениска жидкости от верхней риски сталагмометра до нижней. Полученное значение занести в таблицу 1 протокола лабораторной работы.

2.3. Повторить выполнение п.п. 2.1 и 2.2 от 2 до 3 раз.

3. Определить количество капель N для каждого из растворов ПАВ.

3.1. Измерения начинать с самого разбавленного раствора.

3.2. Из маркированного химического стакана или колбы отобрать порцию раствора ПАВ в сталагмометр.

3.2. Дать раствору спокойно течь и сосчитать, сколько капель образуется при движении мениска жидкости от верхней риски сталагмометра до нижней. Полученное значение занести в таблицу 1 протокола лабораторной работы.

3.3. Повторить выполнение п.п. 3.1 и 3.2 три раза.

3.4. Операции с 3.1 по 3.3 проделать для всех пяти растворов ПАВ.

4. Определение поверхностного натяжения при помощи тензиометра

Следовать инструкции к прибору и указаниям преподавателя!

4.1. Отобрать в кювету дистиллированную воды и измерить поверхностное натяжение дистиллированной воды.

4.2. Измерить поверхностное натяжение приготовленных растворов ПАВ, **начиная с самого разбавленного**:

4.2.1. Из маркированного химического стакана или колбы отобрать порцию раствора ПАВ в кювету.

4.2.2. Действовать по инструкции к прибору.

4.3. Поверхностное натяжение каждой пробы (дистиллированной воды и растворов ПАВ) измеряют 2 или 3 раза; все результаты измерений записывают в таблицу Протокола.

4.4. Единицы измерения поверхностного натяжения занести в таблицу экспериментальных данных, считав их с табло прибора

Протокол лабораторной работы

1. Наименование ПАВ и его химическая формула.

2. Массовая доля ПАВ в исходном растворе $\omega =$ _____ %.

3. Температура _____ °С.

4. Зависимость количества капель от концентрации раствора ПАВ (при работе со сталагмометром) (таблица 3).

Таблица 3

Зависимость количества капель от концентрации раствора ПАВ

№	Проба	Число капель			
		N_1	N_2	N_3	N (среднее значение)
1	H ₂ O				
2	$\omega/16$				
3	$\omega/8$				
4	$\omega/4$				
5	$\omega/2$				
6	ω				

5. Результаты измерения поверхностного натяжения растворов (при работе с тензиометром) (таблица 4).

Таблица 4

№	Проба	Поверхностное натяжение, «размерность!!!»			
		σ_1	σ_2	σ_3	σ среднее
1	H ₂ O				
2	$\omega/16$				
3	$\omega/8$				
4	$\omega/4$				
5	$\omega/2$				
6	ω				

Обработка результатов эксперимента

1. Построить график зависимости плотности раствора ПАВ (таблица 5) от массовой доли ПАВ в растворе (рисунок 3), определить значения плотностей растворов ПАВ, использованных при проведении эксперимента и занести их в таблицу 7 п. 4.

Таблица 5

ПАВ	$d \cdot 10^{-3}$, кг/м ³
Амиловый спирт	0,8144
Изоамиловый спирт	0,8120
Бутиловый спирт	0,8078
Изобутиловый спирт	0,8030
Пропиловый спирт	0,8035
Изопропиловый спирт	0,7855



Рис. 3. Определение плотности раствора ПАВ (на примере амилового спирта)

2. Вычислить молярную концентрацию ПАВ в каждом из исследованных растворов по формуле (2.1):

$$C_M = \frac{\omega\% * 10 * d}{M}, \quad (2.1)$$

где ω – массовая доля ПАВ в растворе, %; d – плотность раствора ПАВ, г/см³, определенная графическим методом (см. рис. 8); M – молярная масса ПАВ, г/моль.

Значения молярных концентраций занести в таблицу 7 п. 4.

Таблица 6

Поверхностное натяжение воды

T, K	$\sigma_0, \text{кДж/м}^2$	T, K	$\sigma_0, \text{кДж/м}^2$
287	73,64	293	72,75
288	73,40	294	72,59
289	73,34	295	72,44
290	73,19	296	72,28
291	73,05	297	72,18
292	72,90	298	71,97

4. Заполнить таблицу 7

Таблица 7

Зависимость поверхностного натяжения от концентрации ПАВ

№	$\omega, \%$	$d, \text{г/см}^3$	$C \cdot 10^{-3}, \text{моль/м}^3$	$\sigma, \text{кДж/м}^2$
1				σ_0
2				
3				
4				
5				
6				

5. Построить график изотермы поверхностного натяжения $\sigma^0 = f(C)$ (рисунок 4).

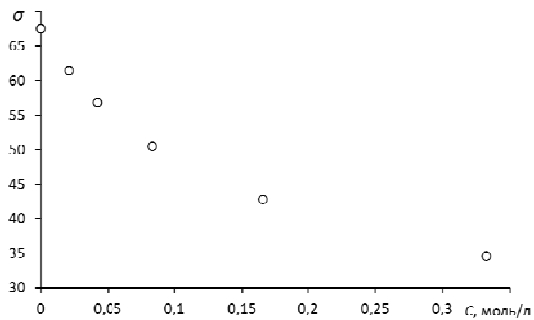


Рис. 4. Изотерма поверхностного натяжения

6. Построить линию тренда (формат: полином 2 или 3 степени, показывать уравнение на диаграмме) (рисунок 5, 6)

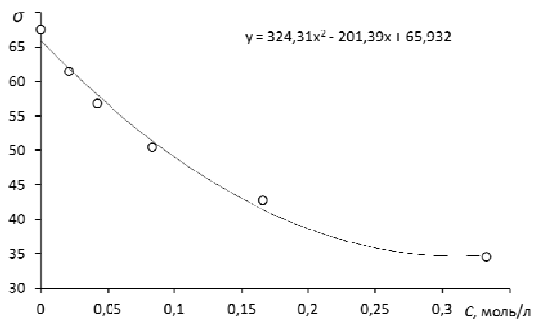


Рис. 5. Построение линии тренда (формат: полином 2)

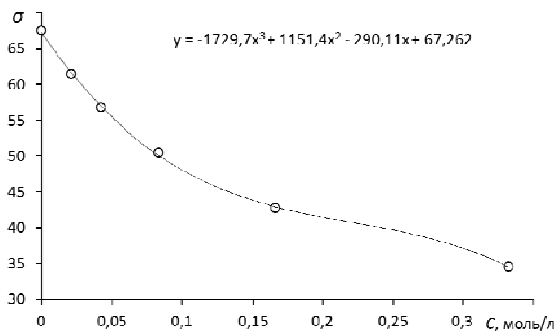


Рис. 6. Построение линии тренда (формат: полином 3)

7. Определить коэффициенты уравнения Шишковского

7.1. Заполнить таблицу данных для определения констант уравнения Шишковского (таблица 8)

Таблица 8

Данные для определения констант уравнения Шишковского

№	σ , кДж/м ²	C , моль/м ³	K	B
1	σ_1	C_1	K_1	b_1
2	σ_2	C_2	K_2	b_2
3	σ_3	C_3	K_3	b_3
4	σ_4	C_4	K_4	b_4
5	σ_5	C_5	K_5	b_5
6	σ_6	C_6	K_6	b_6
			$K_{\text{ср.}} =$	$b_{\text{ср.}} =$

7.1.1. Для нахождения σ_i разделить график, начиная с σ_0 по оси ординат на 4-8 равных участка, полученные численные значения и есть величина σ_i .

7.1.2. Значения C_i определяют для выбранных σ_T либо графически по линии тренда либо высчитывают по уравнению линии тренда (рисунок 7).

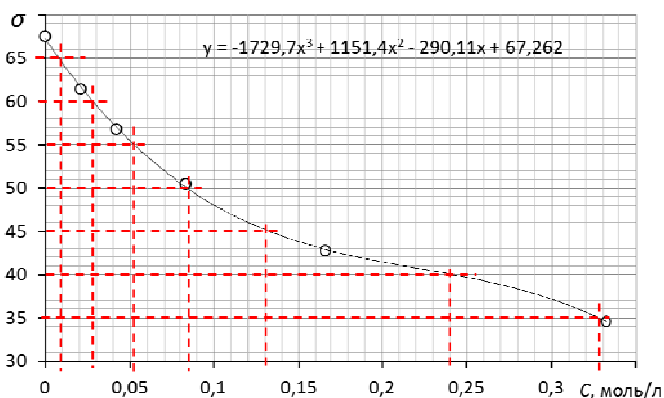


Рис. 7. Определение значений C_i

7.1.3. Значения K для выбранных точек вычисляют по формуле (2.2):

$$K_i = \frac{C_{i+2} - C_{i+1}}{C_{i+1} - C_i}, \quad (2.2)$$

и рассчитывают среднее арифметическое значение (K_{cp}).

7.2. Коэффициент a уравнения Шишковского (характеризует предельную адсорбцию ПАВ на поверхности) вычисляют по формуле (2.3):

$$a = \frac{\Delta\sigma}{\ln K_{cp}}, \quad (2.3)$$

где $\Delta\sigma$ – шаг, с которым делят график на указанное в п. 6.1.1 количество участков

7.3. Коэффициент b уравнения Шишковского (характеризует адсорбционную способность вещества в разбавленных растворах) для каждой концентрации вычисляют по формуле (2.4):

$$b_i = \frac{K_{cp}^i - 1}{C_i}, \quad (2.4)$$

и берут среднее арифметическое значение b_{cp} .

8. Построить изотерму адсорбции

8.1. Заполнить таблицу 9

Таблица 9

Расчётные данные					
№	σ_i , кДж/м ²	C_i , моль/л	$(d\sigma/dC)_i$	y_i	Γ_i , моль/м ²
1	σ_1	C_1			
2	σ_2	C_2			
3	σ_3	C_3			
4	σ_4	C_4			
5	σ_5	C_5			
6	σ_6	C_6			
7	σ_7	C_7			

8.1.1 (а). *Графический способ* определения y_i (рисунок 8):

1) для значений концентрации ПАВ проводят касательные к зависимости $\sigma_T = f(C)$; ориентируясь на положение линии тренда, до пересечения с осью ординат;

2) величину y_i вычисляют по разности значения пересечения касательной с оью ординат и величиной σ в точке, для которой проводили касательную:

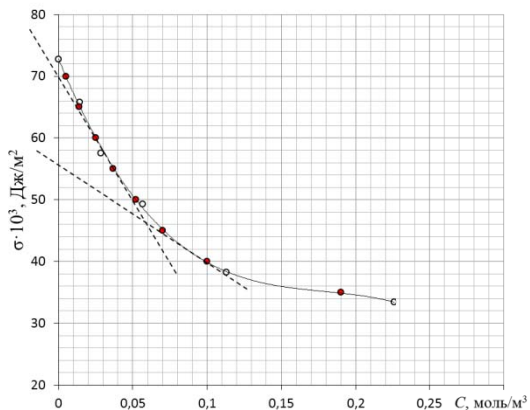


Рис. 8. Графический способ определения y_i : $y_{40} = (56 - 40) * 10^3$ Дж/м³; $y_{60} = (70 - 60) * 10^3$ Дж/м³.

8.1.1 (б). Определение y_i через уравнение касательной:

1) выполняют дифференцирование уравнения линии тренда зависимости $\sigma = f(C)$;

2) в полученную формулу для $d\sigma/dC$ подставляют значение C_i , проводят расчет и получают значение углового коэффициента уравнения касательной $(d\sigma/dC)_i$;

3) Вычисляют значение y_i по формуле $y_i = -C_i * (d\sigma/dC)_i$

8.1.2. Значения Γ_i вычисляют по формуле (2.5):

$$\Gamma_i = \frac{y_i}{RT}. \quad (2.5)$$

8.2. Строят изотерму адсорбции в координатах $\Gamma = f(C)$ (рисунок 9)

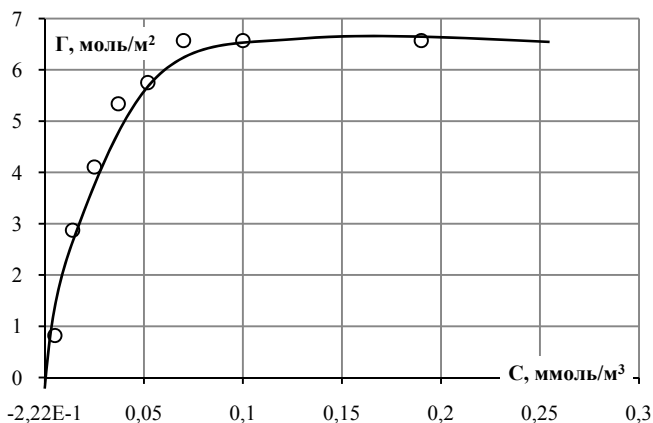


Рис. 9. Изотерма адсорбции

9. По графику изотермы находят предельное значение удельной адсорбции Γ_{∞} ; для приведенного здесь рисунка $\Gamma_{\infty} = 6,7$ моль/м².

10. Вычисляют площадь, занимаемую одной молекулой ПАВ по уравнению (2.6):

$$S_M = \frac{RT}{aN_a} \quad (2.6)$$

11. Рассчитывают длину молекулы по уравнению (2.7):

$$l_M = \frac{\Gamma_{\infty} M}{d} \quad (2.7)$$

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3. ИССЛЕДОВАНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ АДСОРБЦИИ РАСТВОРЕННОГО ВЕЩЕСТВА ИЗ РАСТВОРОВ НА АКТИВИРОВАННОМ УГЛЕ

Цель работы

Построить изотерму адсорбции, проверить применимость к ней уравнений Фрейндлиха и Ленгмюра, оценить удельную поверхность активированного угля.

Сущность работы

Для границы раздела «твердое тело – раствор ПАВ» возможно прямое экспериментальное определение удельной адсорбции, например, статическим методом. В статическом методе определяют концентрацию исходного раствора, перемешиванию навески адсорбента в каждом растворе в течение определенного времени, необходимого для установления адсорбционного равновесия, фильтрованию и определению равновесной концентрации растворенного вещества в фильтратах.

Оборудование и реактивы

Перемешивающее устройство (шейкер); бюретка объемом 25 мл – 1 шт.; мерная пипетка объемом 50 мл – 1 шт.; мерная пипетка объемом 5 мл – 1 шт.; колбы круглые объемом 250 мл – 4 шт.; колбы конические объемом 250 мл – 6 шт.; стакан химический объемом 150 мл – 1 шт.; стакан химический объемом 50 мл – 1 шт.; стакан химический объемом 250 – 300 мл – 1 шт.; воронка химическая – 4 шт.; фильтр беззольный «белая лента» – 4 шт.; гидроксид натрия – 0,1 н. раствор; фенолфталеин; растворы карбоновых кислот (муравьиной, уксусной).

Выполнение работы

1. Получить у преподавателя раствор кислоты.
2. Отобрать пробу кислоты в химический стакан объемом 150 мл.
3. Приготовить 4 раствора путем последовательного разведения в 2 раза:
 - 3.1. В круглые колбы № 2, № 3 и № 4 отобрать мерной пипеткой по 50 мл дистиллированной воды;
 - 3.2. В колбы № 1 и № 2 мерной пипеткой объемом 50 мл поместить по 50 мл исходного раствора кислоты;

3.3. Из колбы № 2 при помощи мерной пипетки 50 мл раствора перенести в колбу № 3 и перемешать.

3.4. Из колбы № 3 при помощи мерной пипетки отобрать 50 мл раствора, перенести в колбу № 4, перемешать.

3.5. Из колбы №4 мерной пипеткой отобрать 50 мл раствора и выбросить.

4. В каждую колбу с приготовленными растворами высыпать по навеске 3 г активированного угля.

5. Колбы поставить на перемешивающее устройство на 15 минут.

6. Осторожно слить растворы через бумажный фильтр в конические колбы под теми же номерами, стараясь, чтобы основная масса угля осталась в круглой колбе.

7. Определить концентрацию кислоты в исходном C_0 и равновесных C^* растворах по следующей методике.

7.1. В 2 конические колбы мерной пипеткой объемом 5 мл отобрать по 5 мл пробы.

7.2. В каждую колбу добавить немного дистиллированной воды (до толщины слоя жидкости около 5 мм).

7.3. В каждую колбу прилить по 3-4 капель индикатора – фенолфталеина.

7.4. Отобрать раствор щелочи в химический стакан объемом 50 мл.

7.5. Из стакана раствор щелочи налить в бюретку.

7.6. Выпустить воздух из носика бюретки, для чего поднять носик бюретки, подставить стакан со щелочью и нажать на шарик.

7.7. Довести объем щелочи в бюретке до отметки «0».

7.8. Титровать одну из колб с пробой кислоты раствором гидроксидом натрия до перехода окраски фенолфталеина от бесцветной к малиновой, сохраняющейся при перемешивании в течение 30 с.

7.9. Полученное значение объема щелочи занести в таблицу 6 протокола лабораторной работы.

7.10. Довести объем щелочи в бюретке до отметки «0» и провести титрование пробы во второй конической колбе.

7.11. Полученное значение объема щелочи занести в таблицу 6 протокола лабораторной работы.

Содержание протокола лабораторной работы

1. Масса навески угля $g =$ _____ г.
2. Концентрация раствора щелочи $C_{(\text{NaOH})} =$ _____ экв/л.
3. Слабый электролит (название и химическая формула).
4. Ориентировочная концентрация слабого электролита (указана на емкости с кислотой).
4. Объем аликвоты $V_a =$ _____ мл.
5. Заполнить таблицу 10.

Таблица 10

Результаты анализа проб кислоты

№ пробы	Концентрация	V_a , мл	$V_{1(\text{NaOH})}$, мл	$V_{2(\text{NaOH})}$, мл	$V_{\text{ср}(\text{NaOH})}$, мл
исходная	C_0	5			$V_0 =$ _____
1	C_0	5			$V_1 =$ _____
2	$C_0/2$	5			$V_2 =$ _____
3	$C_0/4$	5			$V_3 =$ _____
4	$C_0/8$	5			$V_4 =$ _____

Обработка результатов эксперимента

1. Рассчитать значение концентрации раствора кислоты, взятого на приготовление растворов и проведение адсорбции по формуле (3.1):

$$C_0 = \frac{C_{\text{NaOH}}V_0}{V_a}, \quad (3.1)$$

где V_0 – средний объем гидроксида натрия, затраченный на титровальные пробы исходной кислоты, мл, (см. табл. 10).

Полученное значение занести в строку 1 графы « C_0 » таблицы 10.

2. Вычислить концентрации растворов, полученных согласно п. 3 раздела «Выполнение работы» и занести их в строки 2-4 графы « C_0 » таблицы 10.

3. По результатам титрования проб после адсорбции вычислить значения равновесных концентраций кислоты по формуле (3.2):

$$C_i^* = \frac{C_{\text{NaOH}} V_i}{V_a}, \quad (3.2)$$

где V_i – средний объем гидроксида натрия, затраченный на титрование пробы кислоты после адсорбции, мл, (см. табл. 10).

Полученные значения занести в графу « C^* » таблицы 10.

4. Вычислить изменение концентрации кислоты в процессе адсорбции по формуле (3.3):

$$\Delta C = C_0 - C^*. \quad (3.3)$$

5. Вычислить значения удельной адсорбции растворенного вещества Γ по формуле (3.4):

$$\Gamma = \frac{\Delta C V}{m_s}, \quad (3.4)$$

где V – объем кислоты, взятый на адсорбцию, л; m_s – навеска адсорбента (активированного угля), кг.

6. Заполнить таблицу 11

Таблица 11

Данные для построения изотерм адсорбции

№	концентрация раствора, моль/л		ΔC , моль/л	Γ , моль/кг	C^*/Γ	$\lg C^*$	$\lg \Gamma$	$1/C^*$	$1/\Gamma$
	C_0	C^*							
1									
2									
3									
4									

7. Построить изотерму удельной адсорбции кислоты в координатах $\Gamma = f(C^*)$ (рисунок 10).

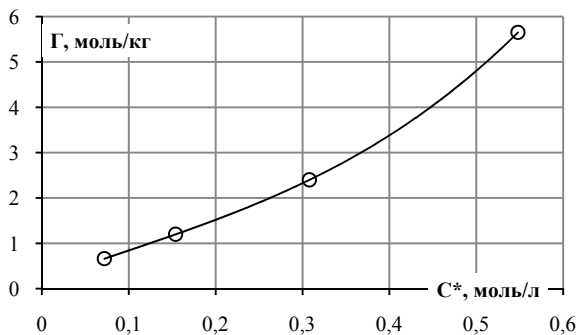


Рис. 10. Изотерма удельной адсорбции

8. Построить изотерму адсорбции Фрейндлиха в координатах $\lg \Gamma = f(\lg C^*)$ и вычислить коэффициенты уравнения Фрейндлиха по уравнению линии тренда (рисунок 11).

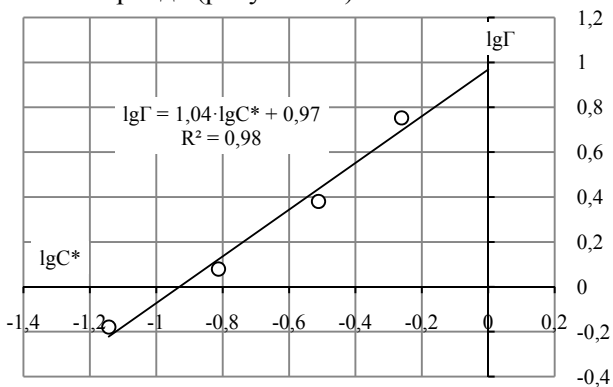


Рис. 11. Линейная форма уравнения адсорбции Фрейндлиха
 $\lg K = 0,97; 1/n = 1,04$

9. Построить график линейной формы изотермы адсорбции Ленгмюра в координатах $1/\Gamma = f(1/C^*)$ (рисунок 12).

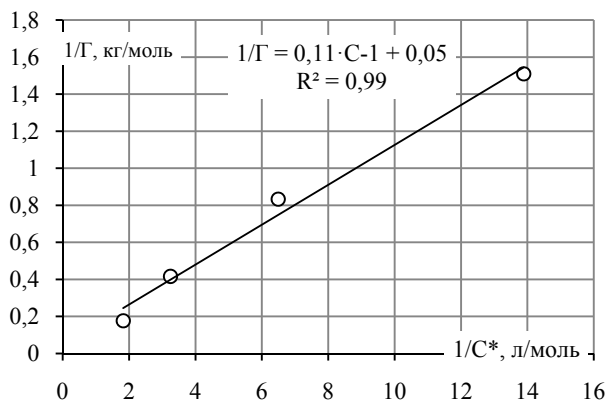


Рис. 12. Линейная форма уравнения адсорбции Ленгмюра в координатах $1/\Gamma = f(1/C)$: $\frac{1}{\Gamma_\infty} = 0,05$; $\frac{1}{\Gamma_\infty K} = 0,11$

10. По уравнению линии тренда определить константы уравнения Ленгмюра Γ_∞ и K .

11. Оценить удельную поверхность активированного угля по уравнению (3.5):

$$S_0 = \Gamma_\infty N_A S_M, \quad (3.5)$$

где N_A – число Авогадро; S_M – площадь поперечного сечения молекулы адсорбата, равная для карбоновых кислот $20,5 \cdot 10^{-20} \text{ м}^2$.

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ОБМЕН- НОЙ АДСОРБЦИИ ИОНОВ

Цель работы

Определить характеристики ионообменной смолы: полную обменную емкость (ПОЕ) и обменную емкость до проскока (ДОЕ) динамическим методом.

Сущность работы

Получить выходную кривую сорбента. Через колонку (бюретку) заполненную слоем ионита высотой не менее 10 см медленно пропускают раствор соли металла известной концентрации. На выходе из колонки раствор собирают порциями в мерные цилиндры, точно определяя объем каждой порции и содержание поглощаемых ионов. По данным эксперимента строят график в координатах: объем раствора, прошедшего через ионит – концентрация иона. По графику определяют ПОЕ и ДОЕ.

Оборудование и реактивы

Колонка с катионитом; мерный цилиндр объемом 10 мл – 2 шт.; пипетка Мора объемом 10 мл – 1 шт.; колбы конические объемом 250 мл – 2 шт.; бюретка для титрования объемом 25 мл – 1 шт.; стакан химический объемом 100 мл – 2 шт.; стакан химический объемом 50 мл – 2 шт.; Трилон Б – 0,05 М раствор; мурексид; хлорид аммония – 1 н. раствор; гидроксид аммония – разбавленный 1:1; сульфаты меди, никеля, кобальта – 0,05 н. растворы.

Выполнение работы

1. Получить от преподавателя раствор соли металла для исследования.
2. Отобрать пробу раствора соли металла в маркированный химический стакан объемом 100 мл.
3. Провести анализ исходного раствора соли металла.
 - 3.1. *Анализ содержания меди (2+):*
 - 3.1.1. В две конические колбы вместимостью 250 мл мерной пипеткой вместимостью 10 мл отобрать аликвоты объемом 10 мл.
 - 3.1.2. К отобранным аликвотам добавить по каплям при перемешивании водный раствор аммиака до получения прозрачного синего раствора.

3.1.3. К каждой из проб добавить немного сухого индикатора «мурексид». После добавления индикатора цвет раствора должен быть достаточно интенсивным, но не слишком насыщенным.

3.1.4. Прилить дистиллированной воды до объема 20-30 мл.

3.1.5. В химический стакан вместимостью 50 мл отобрать некоторое количество раствора трилона Б.

3.1.6. Из стакана раствор трилона Б налить в бюретку.

3.1.7. Выпустить воздух из носика бюретки, для чего поднять носик бюретки, подставить стакан с трилоном Б и нажать на шарик.

3.1.8. Довести объем трилона Б в бюретке до отметки «0».

3.1.9. Титровать одну из колб с пробой раствором трилона Б до перехода окраски до перехода окраски индикатора в эквивалентной точке от цвета хаки к сиренево-фиолетовому. Полученное значение объема титранта записать в протокол лабораторной работы.

3.1.10. Довести объем щелочи в бюретке до отметки «0» и провести титрование пробы во второй конической колбе. Полученное значение объема титранта записать в протокол лабораторной работы.

3.2. *Анализ содержания кобальта и никеля.*

3.2.1. В две конические колбы вместимостью 250 мл мерной пипеткой вместимостью 10 мл отобрать аликвоты объемом 10 мл.

3.2.2. К каждой из аликвот при помощи мерного цилиндра вместимостью 10 мл прилить по 5-7 мл раствора хлорида аммония.

3.2.3. К каждой из проб добавить немного сухого индикатора «мурексид». После добавления индикатора цвет раствора должен быть достаточно интенсивным, но не слишком насыщенным.

3.2.4. Прилить дистиллированной воды до объема 20-30 мл.

3.2.5. В химический стакан вместимостью 50 мл отобрать некоторое количество раствора трилона Б.

3.2.6. Из стакана раствор трилона Б налить в бюретку.

3.2.7. Выпустить воздух из носика бюретки, для чего поднять носик бюретки, подставить стакан с трилоном Б и нажать на шарик.

3.2.8. Довести объем трилона Б в бюретке до отметки «0».

3.2.9. Титровать одну из колб с пробой раствором трилона Б до перехода окраски до перехода окраски индикатора в эквивалент-

ной точке от желтого цвета к фиолетовому. Полученное значение объема титранта записать в протокол лабораторной работы.

3.2.10. В процессе титрования раствор краснеет и следует поддерживать желтую окраску раствора, добавляя несколько капель аммиака.

3.2.11. Довести объем щелочи в бюретке до отметки «0» и провести титрование пробы во второй конической колбе. Полученное значение объема титранта записать в протокол лабораторной работы.

4. Налить в колонку раствор соли металла. Осторожно открыть кран так, чтобы раствор проходил через ионит со скоростью 3 – 4 мл в минуту (примерно 1 капля в секунду).

5. Фильтрат собирать в мерный цилиндр порциями по 10 мл.

6. Каждую порцию анализировать на содержание в ней иона металла по методикам, описанным в п. 3. Результаты титрования заносить в таблицу 8 протокола лабораторной работы.

7. Пропускать раствор соли металла через колонку продолжать до тех пор, пока концентрация металла на выходе из колонки не станет равной исходной. ИЛИ! Объем трилона Б на титрование порции из колонки не станет равным объему трилона Б при титровании исходной соли металла.

Содержание протокола лабораторной работы

1. Наименование соли металла и ее химическая формула.

2. Масса катионита $m =$ _____ г.

3. Объем катионита $V_K =$ _____ мл.

4. Концентрация раствора трилона Б $C_T =$ _____ моль/л.

5. Объем аликвоты $V_a =$ _____ мл.

6. Объем трилона Б, расходуемый на титрование исходного раствора соли металла:

$V_T^1 =$ _____ мл.

$V_T^2 =$ _____ мл.

$\bar{V}_T =$ _____ мл.

7. Заполнить таблицу данных для расчёта выходной кривой сорбции (таблица 12).

Таблица 12

Данные для расчета выходной кривой сорбции

№	Объем соли металла, пропущенный через колонку, мл	Объем пробы, мл	Объем трилона Б, мл
1	0	10	
2	10	10	
3	20	10	
4	30	10	
5	40	10	
6	50	10	
7	60	10	
8	70	10	
9	80	10	
10	90	10	
11	100	10	
12	110	10	
13	120	10	
14	130	10	
15	140	10	
16	150	10	
17	160	10	
18	170	10	
19	180	10	
20	190	10	
21	200	10	

Обработка результатов эксперимента

1. Рассчитать концентрацию соли металла по результатам титрования по формуле (4.1):

$$C(\text{MeSO}_4) = \frac{C_T V_T}{V_a} \quad (4.1)$$

и занести их в таблицу 13.

Таблица 13

Зависимость концентрации сульфата металла в фильтрате от объема раствора, пропущенного через колонку с катионитом

№	Объем соли металла, пропущенного через колонку V , мл	V_T , мл	$C(\text{MeSO}_4)$, моль/л
1	10		
2	20		
3	30		
...	...		

2. Построить график выходной кривой ионообменной адсорбции (рисунок 13).

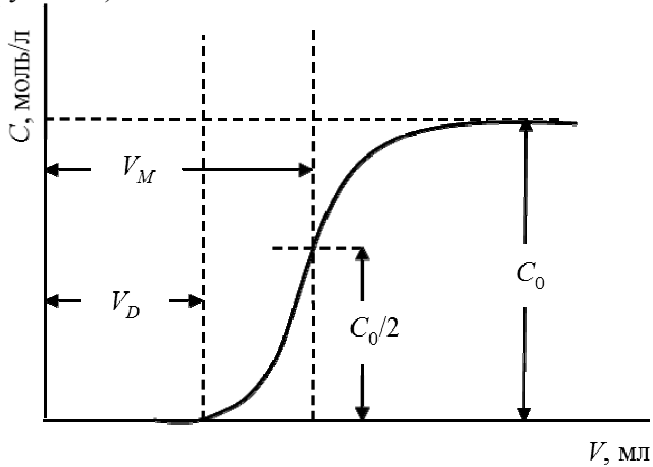


Рис. 13. Обработка выходной кривой ионообменной адсорбции

3. Вычислить полную обменную емкость ионита по уравнению (4.2):

$$\text{ПОЕ} = \frac{C_0 V_M}{m}, \quad (4.2)$$

где C_0 – исходная концентрация иона металла в растворе, моль/л; V_M – объем раствора, соответствующий половине исходной концентра-

ции и определяемый графически по выходной кривой, мл; m – масса сухого ионита, г.

4. Вычислить динамическую обменную емкость до проскока по уравнению (4.3):

$$\text{ДОЕ} = \frac{C_0 V_D}{m}. \quad (4.3)$$

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5. ПОЛУЧЕНИЕ ЛИОФОБНЫХ ЗОЛЕЙ

Цель работы

Получить лиофобные золи. Составить формулу мицеллы.

Сущность метода

Получить лиофобный золь методом физической или химической конденсации.

Оборудование и реактивы

Колбонагреватель; цилиндр мерный объемом 200 мл – 1 шт.; колба мерная объемом 200 мл – 6 шт.; капельница – 3 шт.; химический стакан 250-300 мл – 6 шт.; мерная пипетка объемом 20 мл – 2 шт.; мерная пипетка объемом 15 мл – 1 шт.; пипетка мерная объемом 10 мл – 1 шт.; пипетка мерная объемом 5 мл – 1 шт.; пипетка градуированная (или бюретка) объемом 10 мл – 1 шт.; пипетка градуированная объемом 5 мл – 3 шт.; пипетка градуированная объемом 1 мл – 4 шт.; хлорид железа (III) – раствор концентрацией 10 %; хлорид железа (III) – насыщенный раствор; гексацианоферрат (II) калия – раствор концентрацией 20 %; сульфат кобальта – раствор концентрацией 0,1 %; сульфат меди (II) – раствор концентрацией 10 %; тиосульфат натрия – 0,05 н. раствор; ортофосфорная кислота –

разбавленная 1:50; карбонат аммония – раствор, концентрацией 20 %; хлорид алюминия – раствор, концентрацией 30 %; хлорид хрома (III) – раствор, концентрацией 2 %.

Выполнение работы

Опыт 1. Золь гидроксида железа (III). В круглодонную колбу объемом 250 – 300 мл мерным цилиндром отмерить 200 мл дистиллированной воды, поместить колбу с водой на колбонагреватель, довести до кипения и при помощи мерной пипетки добавить постепенно при перемешивании 10 мл раствора хлорида железа (III) концентрацией 10 %. При этом хлорид железа энергично гидролизуеться по трем ступеням. Молекулы гидроксида железа конденсируются в коллоидные частицы. Образуется золь $\text{Fe}(\text{OH})_3$ красного цвета.

Опыт 2. Золь берлинской лазури (отрицательный). 1 мл раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ концентрацией 20 % поместить в колбу объемом 200 мл и довести дистиллированной водой до метки. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан объемом 250 – 300 мл. К полученному раствору добавить при перемешивании 1 – 2 капли насыщенного раствора хлорного железа. Образуется прозрачный синего цвета золь берлинской лазури – гексацианоферрат (II) железа (III).

Опыт 3. Золь берлинской лазури (положительный). Градуированной пипеткой объемом 1 мл отобрать 0,2 мл насыщенного на холоде раствора хлорида железа (III), поместить в мерную колбу объемом 200 мл и довести до метки дистиллированной водой. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан объемом 250 – 300 мл. К полученному раствору при перемешивании при помощи пипетки объемом 1 мл прибавить 1 – 2 капли раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ концентрацией 20 %.

Опыт 4. Золь гексацианоферрата (II) кобальта (II). 1 мл раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ концентрацией 20 % (плотность раствора $1,2 \text{ г/см}^3$) поместить в колбу объемом 200 мл и довести дистиллированной водой до метки. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан объемом 250 – 300 мл.

При помощи градуированной пипетки или бюретки объемом 10 мл медленно прибавить 10 мл раствора сульфата кобальта концентрацией 0,1 % (плотность раствора 1 г/см³). Образуется золь гексацианоферрата (II) кобальта (II) зеленого цвета.

Опыт 5. Золь гексацианоферрата (II) меди (II). 1 мл раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ концентрацией 20 % (плотность 1,2 г/см³) поместить в колбу объемом 200 мл и довести дистиллированной водой до метки. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан объемом 250 – 300 мл и добавить при перемешивании 1 мл раствора сульфата меди (II) концентрацией 10 % (плотность 1,107 г/см³). Образуется золь гексацианоферрата (II) меди (II) красно-бурого цвета.

Опыт 6. Гидрозоль серы (зависимость окраски от степени дисперсности). В пробирку мерной пипеткой отобрать 15 мл 0,05 н. раствора тиосульфата натрия и при помощи мерной пипетки добавить 5 мл раствора ортофосфорной кислоты. Перемешать. По реакции $3Na_2S_2O_3 + 2H_3PO_4 = 2Na_3PO_4 + 3S + 3SO_2 + H_2O$ образуется отрицательно заряженный золь, частицы которого в указанном растворе самопроизвольно укрупняются. В результате при интенсивном освещении пробирки с золем можно наблюдать постепенное изменение его окраски от желтой до голубой, затем происходит его явная коагуляция.

Опыт 7. Золь гидроксида алюминия. В мерную колбу объемом 200 мл мерной пипеткой отобрать 20 мл раствора карбоната аммония (или карбоната натрия) концентрацией 20% (плотностью 1,2 г/см³), довести дистиллированной водой до метки. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан объемом 250 – 300 мл. К раствору добавить при перемешивании 0,5 мл раствора хлорида алюминия концентрацией 30 % (плотностью 1,24 г/см³). Образуется бесцветный опалесцирующий золь гидроксида алюминия.

Опыт 8. Золь гидроксида хрома (III). В мерную колбу объемом 200 мл мерной пипеткой отобрать 20 мл раствора карбоната аммония (или карбоната натрия) концентрацией 20% (плотностью

1,2 г/см³), довести дистиллированной водой до метки. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан или колбу объемом 250 – 300 мл. К раствору добавить при перемешивании 10 мл раствора (плотность 1,02 г/см³) хлорида хрома (III) или 20 мл раствора сульфата хрома (III). Образуется мутно-зеленый золь гидроксида хрома (III).

Содержание протокола лабораторной работы

1. Указать использованные реактивы и оборудование.
2. Записать наблюдения при получении золь и при их стоянии во время занятия.

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных:
 - уравнения реакций в молекулярной и ионной формах,
 - формулы мицелл (строение мицелл в опытах 4, 5; 7, 8 обосновать расчетом материального баланса реакций).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОРОГА КОАГУЛЯЦИИ

Цель работы

- получить лиофобный золь и экспериментально определить
- А) заряд гранулы мицеллы и наиболее эффективный коагулянт;
 - Б) порог коагуляции золя различными электролитами.

Сущность метода

Минимальная концентрация электролита, начиная с которой за определенный промежуток времени в коллоидном растворе наблюдается видимый эффект коагуляции (изменение цвета, помутнение, появление хлопьевидного осадка) называется порогом коагуляции или критической концентрацией $C_{кр}$. Эта величина служит сравнительной мерой агрегативной устойчивости дисперсной системы и коагулирующей способностью ионов электролита. В соответствии с правилом Шульце-Гарди пороги коагуляции уменьшаются с увели-

чением заряда иона-коагулянта и, согласно теории Дерягина-Ландау обратно пропорционально шестой степени этого заряда.

Оборудование и реактивы

Для получения золя

Колбонагреватель; цилиндр мерный объемом 200 мл – 1 шт.; колба мерная объемом 200 мл – 6 шт.; капельница – 3 шт.; химический стакан 250-300 мл – 6 шт.; мерная пипетка объемом 20 мл – 2 шт.; мерная пипетка объемом 15 мл – 1 шт.; пипетка мерная объемом 10 мл – 1 шт.; пипетка мерная объемом 5 мл – 1 шт.; пипетка градуированная (или бюретка) объемом 10 мл – 1 шт.; пипетка градуированная объемом 5 мл – 3 шт.; пипетка градуированная объемом 1 мл – 4 шт.; хлорид железа (III) – раствор концентрацией 10 %; хлорид железа (III) – насыщенный раствор; гексацианоферрат (II) калия – раствор концентрацией 20 %; сульфат кобальта – раствор концентрацией 0,1 %; сульфат меди (II) – раствор концентрацией 10 %; тиосульфат натрия – 0,05 н. раствор; ортофосфорная кислота – разбавленная 1:50; карбонат аммония – раствор, концентрацией 20 %; хлорид алюминия – раствор, концентрацией 30 %; хлорид хрома (III) – раствор, концентрацией 2 %.

Для исследования коагуляции

Штатив для пробирок – 5 шт.; пробирки – 30 шт. (5х6шт.); пипетка мерная объемом 5 мл – 7 шт., пипетка мерная объемом 1 мл – 5 шт., колба круглая вместимостью 250 мл – 1 шт., емкость стеклянная вместимостью 250 мл – 1 шт.

Вариант А (определение заряда гранулы)

хлорид натрия – 0,25 (0,5) М раствор; сульфат натрия – 0,25 (0,5) М раствор; хлорид кальция – 0,25 (0,5) М раствор, хлорид алюминия – 0,25 (0,5) М раствор, фосфат натрия 0,25 (0,5) М раствор.

Вариант Б – определение порога коагуляции по правилу Шульце-Гарди

хлорид натрия – 0,5 М раствор; сульфат натрия – 0,05 М раствор; хлорид кальция – 0,05 М раствор, хлорид алюминия – 0,05 М раствор, фосфат натрия – 0,05 М раствор.

Выполнение работы

Приготовить один из золь:

Опыт 1. Золь гидроксида железа (III). В круглодонную колбу объемом 250 – 300 мл мерным цилиндром отмерить 200 мл дистиллированной воды, поместить колбу с водой на колбонагреватель, довести до кипения и при помощи мерной пипетки добавить постепенно при перемешивании 10 мл раствора хлорида железа (III) концентрацией 10 %. При этом хлорид железа энергично гидролизуются по трем ступеням. Молекулы гидроксида железа конденсируются в коллоидные частицы. Образуется золь $\text{Fe}(\text{OH})_3$ красного цвета.

Опыт 2. Золь берлинской лазури (отрицательный). 1 мл раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ концентрацией 20 % поместить в колбу объемом 200 мл и довести дистиллированной водой до метки. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан объемом 250 – 300 мл. К полученному раствору добавить при перемешивании 1 – 2 капли насыщенного раствора хлорного железа. Образуется прозрачный синего цвета золь берлинской лазури – гексацианоферрат (II) железа (III).

Опыт 3. Золь берлинской лазури (положительный). Градуированной пипеткой объемом 1 мл отобрать 0,2 мл насыщенного на холоде раствора хлорида железа (III), поместить в мерную колбу объемом 200 мл и довести до метки дистиллированной водой. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан объемом 250 – 300 мл. К полученному раствору при перемешивании при помощи пипетки объемом 1 мл прибавить 1 – 2 капли раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ концентрацией 20 %.

Опыт 4. Золь гексацианоферрата (II) кобальта (II). 1 мл раствора $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ концентрацией 20 % (плотность раствора $1,2 \text{ г/см}^3$) поместить в колбу объемом 200 мл и довести дистиллированной водой до метки. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переворачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан объемом 250 – 300 мл. При помощи градуированной пипетки или бюретки объемом 10 мл медленно прибавить 10 мл раствора сульфата кобальта концентрацией 20 %.

цией 0,1 % (плотность раствора 1 г/см³). Образуется золь гексацианоферрата (II) кобальта (II) зеленого цвета.

Опыт 5. Золь гексацианоферрата (II) меди (II). 1 мл раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ концентрацией 20 % (плотность 1,2 г/см³) поместить в колбу объемом 200 мл и довести дистиллированной водой до метки. Колбу плотно закрыть пробкой. Раствор тщательно перемешать, переверачивая колбу и встряхивая не менее 30 раз. Раствор перелить в химический стакан объемом 250 – 300 мл и добавить при перемешивании 1 мл раствора сульфата меди (II) концентрацией 10 % (плотность 1,107 г/см³). Образуется золь гексацианоферрата (II) меди (II) красно-бурого цвета.

Вариант А (определение заряда гранулы)

1. Получить у преподавателя значение концентрации растворов электролитов (0,5 или 0,25 М)

2. Методом последовательного разведения приготовить по 6 растворов для каждого из электролитов. Концентрация раствора в каждой последующей пробирке должна быть в 5 раз меньше, чем в предыдущей.

2.1) в пробирки с № 2 по № 6 мерной пипеткой отобрать по 5 мл дистиллированной воды;

2.2) в пробирку №1 отобрать 5 мл раствора электролита, в пробирку №2 – 1 мл раствора электролита;

2.3) из пробирки № 2 в пробирку № 3 мерной пипеткой отобрать 1 мл раствора, закрыть пробирку пробкой и перемешать;

2.4) из пробирки № 3 в пробирку № 4 мерной пипеткой отобрать 1 мл раствора, закрыть пробирку пробкой и перемешать;

2.5) из пробирки № 4 в пробирку № 5 мерной пипеткой отобрать 1 мл раствора, закрыть пробирку пробкой и перемешать;

2.6) из пробирки № 5 мерной пипеткой отобрать 1 мл раствора и выбросить

3. Во все пробирки добавить по 5 мл приготовленного золя.

4. Перемешать содержимое каждой пробирки.

5. Отметить факт коагуляции (образование осадка, помутнение) в каждой пробирке (контрольное время начала коагуляции – 15-20 мин)

6. Результаты наблюдений занести в таблицу.

7. Сделать вывод о знаке заряда, установить природу иона-коагулянта (катион или анион)

Вариант Б (приблизительное определение порога коагуляции)

1. По результатам выполнения варианта А выбрать 3 электролита согласно природе иона-коагулянта.

2. Методом последовательного разведения приготовить по 6 растворов для каждого из электролитов. Концентрация раствора в каждой последующей пробирке должна быть в 5 раз меньше, чем в предыдущей.

2.1) в пробирки с № 2 по № 6 мерной пипеткой отобрать по 5 мл дистиллированной воды;

2.2) в пробирку №1 отобрать 5 мл раствора электролита, в пробирку №2 – 1 мл раствора электролита;

2.3) из пробирки № 2 в пробирку № 3 мерной пипеткой отобрать 1 мл раствора, закрыть пробирку пробкой и перемешать;

2.4) из пробирки № 3 в пробирку № 4 мерной пипеткой отобрать 1 мл раствора, закрыть пробирку пробкой и перемешать;

2.5) из пробирки № 4 в пробирку № 5 мерной пипеткой отобрать 1 мл раствора, закрыть пробирку пробкой и перемешать;

2.6) из пробирки № 5 мерной пипеткой отобрать 1 мл раствора и выбросить

3. Во все пробирки добавить по 5 мл приготовленного золя.

4. Перемешать содержимое каждой пробирки.

5. Отметить факт коагуляции (образование осадка, помутнение) в каждой пробирке (контрольное время начала коагуляции – 15-20 мин)

6. Результаты наблюдений занести в таблицу

Содержание протокола лабораторной работы

1. Название золя.

2. Заполнить таблицу характеристики электролитов (таблица 14).

Таблица 14

Характеристика электролитов

№	Наименование	Химическая формула	Концентрация раствора, моль/л	
			вариант А	вариант Б
1				
2				
3				
4				
5				

3. Заполнить таблицу экспериментальных данных для А) Определения знака заряда и Б) приблизительного определения порога коагуляции (таблица 15).

Таблица 15

Экспериментальные данные

№	Условная концентрация	Факт коагуляции (да/нет)				
		NaCl	Na ₂ SO ₄	CaCl ₂	AlCl ₃	Na ₃ PO ₄
1	$C_{эл}$					
2	$C_{эл}/5$					
3	$C_{эл}/25$					
4	$C_{эл}/125$					
5	$C_{эл}/625$					
6	0 (H ₂ O)					

Обработка результатов эксперимента**А. Определение знака заряда гранулы**

Знак заряда и природу иона коагулянта устанавливают по правилу Шульце-Гарди: 1) коагуляцию вызывает ион со знаком заряда, противоположным знаку заряда гранулы; 2) чем больше заряд, тем меньшая концентрация электролита требуется для начала коагуляции.

Если по результатам эксперимента факт коагуляции проявляется при меньших концентрациях с ростом заряда аниона, то заряд гранулы положительный; если факт коагуляции проявляется при меньших концентрациях с ростом заряда катиона, то заряд гранулы отрицательный.

Б. Приблизительное определение порога коагуляции

1. Используя данные таблицы 1 для каждого электролита оценить значение порога коагуляции по формуле (6.1):

$$C'_{кр} = \frac{C_{min} V_{эл}}{V_{\Sigma}}, \quad (6.1)$$

где C_{min} – минимальная концентрация соли, при которой еще возможен процесс коагуляции; $V_{эл}$ – объем раствора электролита (5 мл); V_{Σ} – общий объем системы в пробирке (10 мл).

2. По данным значений порога коагуляции заполнить таблицу 16.

Таблица 16

Определение значений порога коагуляции

Золь	электролит	$C_{кр}$	Ион-коагулянт	Заряд гранулы
	NaCl			
	Na ₂ SO ₄			
	BaCl ₂			
	AlCl ₃			
	Na ₃ PO ₄			

4. Составить формулу мицеллы исследованного золя.

5. Проверить правило Шульце-Гарди и соответствие результатов эксперимента теории Дерягина-Ландау

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7. ИЗУЧЕНИЕ КОАГУЛЯЦИИ ГИДРОЗОЛЯ ЖЕЛЕЗА

Цель работы

синтез гидрозоля гидроксида железа конденсационным методом, определение порога электролитной коагуляции золя и изучение зависимости его от заряда коагулирующего иона.

Сущность работы

Гидрозоль гидроксида железа синтезируют методом конденсации, путем проведения реакции гидролиза хлорида железа при 100°C: $FeCl_3 + 3H_2O = Fe(OH)_3 + 3HCl$. Агрегативная устойчивость

золя гидроксида железа обеспечивается наличием на поверхности дисперсных частиц двойных электрических слоев. Формулу мицеллы ионостабилизированного золя гидроксида железа можно записать следующим образом: $\{[\text{Fe}(\text{OH})_3]_n \cdot m\text{Fe}^{3+} \cdot 3(m-x)\text{Cl}^-\} 3x\text{Cl}^-$

В процессе коагуляции высокодисперсного золя гидроксида железа образуются сравнительно небольшие по размерам седиментационно устойчивые агрегаты, поэтому исследования коагуляции частиц $[\text{Fe}(\text{OH})_3]_n$ удобнее проводить с помощью турбидиметрического метода. Применимость этого метода основывается на сильной зависимости интенсивности ослабления светового потока от размеров частиц. При коагуляции частиц ослабление света увеличивается, следовательно, растет кажущаяся оптическая плотность.

Оборудование и реактивы

Фотозлектроколориметр; кюветы стеклянные толщиной 1 см – 2 шт.; салфетки; электрическая плитка или колбонагреватель; круглая колба объемом 500 мл – 1 шт.; колба коническая объемом 100 мл – 10 шт.; градуированная пипетка объемом 10 мл – 1 шт.; градуированная пипетка объемом 5 мл – 2 шт.; мерная пипетка объемом 10 мл – 1 шт.; хлорид железа (III) – раствор, концентрацией 2 %; сульфат натрия – раствор, концентрацией 0,0125 М; ацетат натрия – раствор концентрацией 0,5М. хлорид натрия – раствор концентрацией 0,5М

Выполнение работы

1. В колбу с 500 мл кипящей воды мерной пипеткой прилить 10 мл раствора хлорида железа. Образовавшийся золь, красно-коричневого цвета, охладить до комнатной температуры.

2. В 10 нумерованных колб емкостью 100 мл налить по 10 мл золя, дистиллированную воду и раствор электролита (Na_2SO_4 или CH_3COONa или NaCl) в следующих объемах (согласно таблице 17):

Таблица 17

Объёмы растворов

№	1	2	3	4	5
Объем воды, мл	10,0	9,0	8,5	8,0	7,5
Объем электролита, мл	0	1,0	1,5	2,0	2,5
№	6	7	8	9	10
Объем воды, мл	7,0	6,5	6,0	5,5	5,0
Объем электролита, мл	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0

3. Выдержать пробы 2-4 минуты.
4. Измерить оптическую плотность золя каждой колбы с помощью фотоколориметра на длине волны **365 нм в кюветах на 0,5 см**. Раствор сравнения – дистиллированная вода. При измерении оптической плотности действовать в соответствии с инструкцией к прибору.

Содержание протокола лабораторной работы

1. Наименование электролита и его химическая формула.
2. Концентрация раствора электролита.
3. Таблица зависимости кажущейся оптической плотности золя гидроксида железа от объема добавленного электролита (таблица 18).

Таблица 18

Зависимость кажущейся оптической плотности золя гидроксида железа от объема добавленного электролита

№ колбы	Объем электролита $V_{эл}$, мл	Объем воды $V(H_2O)$, мл	Оптическая плотность золя, D
1	0	10	
2	1,0	9,0	
3	1,5	8,5	
4	2,0	8,0	
5	2,5	7,5	
6	3,0	7,0	
7	3,5	6,5	
8	4,0	6,0	
9	4,5	5,5	
10	5,0	5,0	

Обработка результатов эксперимента

1. Посторить график зависимости $D = f(V_{эл})$ для Na_2SO_4 или CH_3COONa или $NaCl$ (рисунок 14).
2. По графику найти пороговые объемы электролита $V_{эл}$, вызывающие быструю коагуляцию золя.
3. Рассчитать значение $C_{кр}$, называемой порогом коагуляции (по уравнению 7.1):

$$C_{кр} = \frac{C_{эл} V_{эл}}{V_{\Sigma}}, \quad (7.1)$$

где $C_{ЭЛ}$ – концентрация раствора электролита, применяемого для коагуляции, $V_{ЭЛ}$ – наименьший объем раствора электролита, V_{Σ} – суммарный объем коллоидного раствора с электролитом.

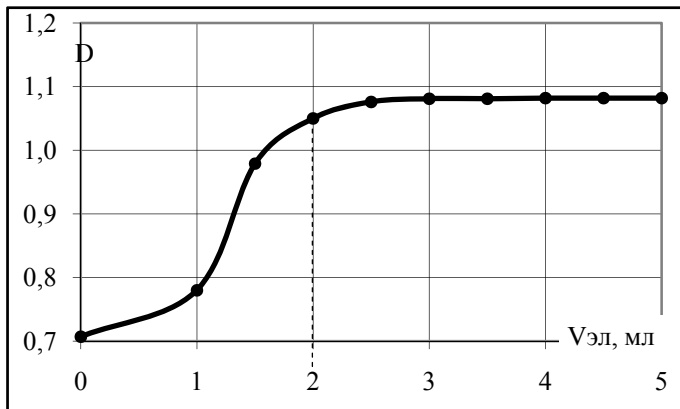


Рис. 14. Обработка графической зависимости $D = f(V_{ЭЛ})$

4. Сравнить найденные значения $C_{кр}$ для Na_2SO_4 и CH_3COONa и проверить их соответствие правилу Шульце – Гарди (уравнение 7.2):

$$C_{кр}^I \cdot C_{кр}^{II} = 1 : \frac{1}{26} = 1 : \frac{1}{64}. \quad (7.2)$$

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИТИЧЕСКОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МИЦЕЛЛООБРАЗОВАНИЯ

Цель работы

Определение критической концентрации мицеллообразования ПАВ кондуктометрическим методом и по изменению поверхностного натяжения.

Сущность работы

По положению излома зависимостей поверхностного натяжения от концентрации раствора ПАВ и электропроводности раствора ПАВ от его концентрации определяют значение критической концентрации мицеллообразования.

Оборудование и реактивы

Кондуктометр «Анион»; тензиометр полуавтоматический Lauda; мерные колбы емкостью 100 мл; пипетка мерная объемом 25 мл, пипетка мерная объемом 10 мл.

Раствор ионогенного ПАВ концентрацией 0,2 М, например олеата натрия: в мерную колбу объемом 1 л помещают 5 мл 1 М гидроксида натрия (взять с лаб. по теплоте диссоциации), 10 мл олеата натрия и доводят до метки водой.

Буферный раствор со значением $\text{pH}=11$. Приготавливают 2 раствора. 1) растворяют 12,367 г борной кислоты H_3BO_3 в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде, приливают 100 мл 1н раствора едкого натра и разбавляют до 1 литра. 2) приготавливают точно 0,1 н раствор NaOH . Затем смешивают 501 мл раствора 1 с 499 мл раствора 2.

Выполнение работы

Из исходного раствора ПАВ готовят 10 последовательно разбавленных растворов: в мерную колбу вносят 50 мл исходного раствора ПАВ известной концентрации, 10 мл буферного раствора и доводят его объем до 100 мл дистиллированной водой; из приготовленного раствора отбирают 50 мл и переносят в другую мерную колбу, добавляют 10 мл буферного раствора доводят до метки водой и т.д.

Растворы готовят непосредственно перед измерением (для предотвращения гидролиза ПАВ).

Измеряют удельную χ электропроводность и величину поверхностного натяжения.

Содержание протокола лабораторной работы

1. Название ПАВ: _____.
2. Химическая формула ПАВ _____.
3. Концентрация раствора ПАВ $C_0 =$ _____ моль/л.
4. Результаты измерений электропроводности и поверхностного натяжения (таблица 19).

Таблица 19

Результаты измерений электропроводности и поверхностного натяжения

№	$C_{\text{ПАВ}}$, экв/л	χ , _____*	σ _____*
1	$C_1 = C_0/2 =$		
2	$C_2 = C_1/2 =$		
3	$C_3 = C_2/2 =$		
4	$C_4 = C_3/2 =$		
5	$C_5 = C_4/2 =$		
6	$C_6 = C_5/2 =$		
7	$C_7 = C_6/2 =$		
8	$C_8 = C_7/2 =$		
9	$C_9 = C_8/2 =$		
10	$C_{10} = C_9/2 =$		

* В таблицу записать показания прибора! Обратить внимание на единицы измерения.

Обработка результатов эксперимента

1. По результатам измерений заполняют таблицу 20:

Таблица 20

Расчётные данные

№	$C_{\text{ПАВ}}$, экв/л	χ , $\text{См} \cdot \text{м}^{-1}$	$\sqrt{C_{\text{ПАВ}}}$	λ , $\text{См} \cdot \text{м}^2/\text{экв}$	$\ln C$	Σ
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						

Эквивалентную λ электропроводность растворов рассчитывают по формуле (8.1):

$$\lambda = \frac{\chi}{C_{\text{ПАВ}}}, \quad (8.1)$$

где $C_{\text{ПАВ}}$ – концентрация раствора ПАВ, экв./м³.

2. Строят графики зависимостей

2.1. Удельной электропроводности от концентрации ПАВ (рисунок 15).

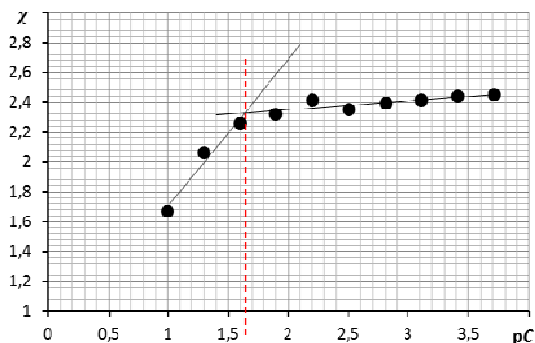


Рис. 15. Зависимость удельной электропроводности от концентрации ПАВ

3. Поверхностного натяжения от логарифма концентрации ПАВ (рисунок 16).

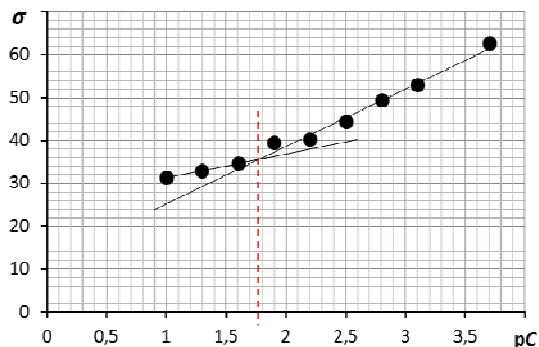


Рис. 16. Зависимость поверхностного натяжения от логарифма концентрации ПАВ

3. По излому кривой находят ККМ по обеим зависимостям и вычисляют среднее значение.

Содержание отчета по лабораторной работе

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Ход эксперимента.
4. Экспериментальные данные (см. протокол к лабораторной работе).
5. Обработка экспериментальных данных.
6. Вывод.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Черемисина О.В. Коллоидная химия. Поверхностные явления. часть 1.: Учебное пособие / О.В. Черемисина, Т.Е. Литвинова, В.В. Сергеев – СПб.: Изд-во Инфо-да, 2018. – 88 с.

2. Черемисина О.В. Коллоидная химия: Методические указания к самостоятельной работе / О.В. Черемисина, Т.Е. Литвинова, В.В. Сергеев – СПб, 2019. – 23 с.

3. Черемисина О.В. Коллоидная химия. Учебное пособие / О.В. Черемисина, Т.Е. Литвинова, В.В. Сергеев – СПб.: Изд-во Инфо-да, 2019. – 92 с.

4. Гельфман М.И. Коллоидная химия. 5-е изд., стер. / М.И. Гельфман, О.В. Ковалевич, В.П. Юстратов – СПб.: Издательство «Лань», 2020. – 336 с.

5. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы. Учебник для вузов. 2-е изд., перераб. и доп. / Ю.Г. Фролов — М.: Химия, 1988. – 464 с.

6. Щукин, Е. Д. Коллоидная химия: учебник для академического бакалавриата 7-е изд., испр. и доп. / Е.Д. Щукин, А.В. Перцов, Е.А. Амелина – Москва: Издательство Юрайт, 2019. – 444 с.

7. Фридрихсберг Д.А. Курс коллоидной химии. 4-е изд., испр. и доп. / Д.А.Фридрихсберг. – СПб.: Издательство «Лань», 2010. – 416 с.

8. Волков В.А. Коллоидная химия. Поверхностные явления и дисперсные системы. 2-е изд., испр. / В.А. Волков. – СПб.: Издательство «Лань», 2015. – 672 с.