

## Лабораторная работа № 2. Синтез гидрозоля гидроксида железа, изучение его коагуляции и стабилизации (1 часть)

**Цель работы:** изучения процесс синтеза гидрозоля гидроксида железа и определение его основных характеристик.

### Задачи:

1 Подготовка реактивов и оборудования для проведения синтеза гидрозоля гидроксида железа.

2. Синтезировать гидрозоль гидроксида железа и зафиксировать основные параметры этого процесса (концентрация, рН, температура и т.д.).

3. Изучить явления коагуляции гидрозоля гидроксида железа под действием различных воздействий (например, изменение рН, добавление электролитов и т.д.).

**Оборудование:** пробирки; пипетки; бюретки; кюветы ( $l = 0,5$  см); фотометр; секундомер, плитка

**Реактивы:** 2 % раствор хлорида железа III, 0,02 % водный раствор желатин; гидрозоль гидроксида железа  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , полученный гидролизом  $\text{FeCl}_3$ ; растворы электролитов ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4$ ,  $C = 2,5 \cdot 10^{-3}$  моль·л<sup>-1</sup>)

### Теоретические сведения

Химическая конденсация – это объединение атомов, молекул или ионов с образованием частиц дисперсной фазы в результате протекания химических реакций. Такими реакциями могут быть реакции гидролиза, окисления-восстановления и ионного обмена, в которых образуются коллоидные растворы (золи) малорастворимых солей и гидроксидов.

Механизм реакции синтеза гидрозоля гидроксида железа зависит от используемых реактивов, условий проведения и химических свойств ионов железа. Вот общий механизм реакции синтеза гидрозоля гидроксида железа:

1. В начале реакции используются ионы железа, обычно  $\text{Fe}(\text{II})$  или  $\text{Fe}(\text{III})$ , которые могут быть получены из соответствующих солей железа.

2. Взаимодействие с реагентами. Ионы железа взаимодействуют с реагентами, такими как гидроксид натрия ( $\text{NaOH}$ ) или другие гидроксиды, в результате чего образуется осадок гидроксида железа.

3. Образование гидрозоля. Образовавшийся осадок гидроксида железа может быть диспергирован в воде или другом растворителе, образуя коллоидный раствор, известный как гидрозоль гидроксида железа.

4. Структура гидрозоля. Гидрозоль гидроксида железа состоит из частиц коллоидного размера, содержащих ионы железа, окруженные молекулами воды и иными стабилизаторами.

5. Стабилизация гидрозоля. Для предотвращения коагуляции и стабилизации гидрозоля могут быть добавлены стабилизаторы или проведены другие меры, чтобы сохранить коллоидное состояние раствора.

Механизм реакции синтеза гидрозоля гидроксида железа включает взаимодействие ионов железа с гидроксидами, образование осадка и последующее формирование коллоидного раствора. Понимание этого механизма позволяет лучше контролировать процесс синтеза и получать желаемые характеристики гидрозоля.

pH в процессе синтеза гидрозоля гидроксида железа играет ключевую роль, влияет на химические реакции, растворимость и структуру образующихся комплексов: на скорость и полноту образования гидроксида железа; на ионизацию ионов железа в растворе. Например, при повышенном pH ионы железа могут образовывать гидроксиды; играет роль в стабилизации гидрозоля. Некоторые значения pH могут способствовать образованию стабильного гидрозоля, тогда как другие значения pH могут вызвать его коагуляцию. Оптимальный pH обеспечивает правильное протекание химических реакций и влияет на равновесие между различными формами железа в растворе; на структуру и свойства гидрозоля гидроксида железа, такие как размер и заряд частиц, что в конечном итоге влияет на его стабильность и поведение.

Таким образом, контроль и оптимизация pH играют важную роль в процессе синтеза гидрозоля гидроксида железа, поскольку это позволяет достичь желаемых результатов, стабилизировать коллоидный раствор и обеспечить оптимальные условия для образования гидрозоля.

Изменение температуры может оказывать значительное влияние на процесс синтеза гидрозоля. Влияние изменения температуры на процесс образования золя:

- повышение температуры обычно увеличивает скорость химической реакции, включенной в процесс синтеза гидрозоля. Это может ускорить образование гидроксида железа и его диспергирование в коллоидный раствор;

- изменение температуры может изменить растворимость ионов железа и гидроксида железа в растворе, что в свою очередь влияет на процесс образования гидрозоля;

- температура может влиять на размер и структуру частиц гидрозоля. Высокие температуры могут способствовать агрегации частиц, что может привести к изменению свойств гидрозоля;

- изменение температуры также может влиять на эффективность стабилизации гидрозоля. Увеличение температуры может уменьшить стабильность коллоидного раствора;

- высокие температуры могут способствовать коагуляции гидрозоля, поскольку тепловая агитация может способствовать столкновениям частиц и их слипанию;

- повышение температуры может снизить энергию активации реакций, что в конечном итоге может изменить равновесие между различными продуктами реакции.

Таким образом, изменение температуры может оказывать разнообразное влияние на процесс синтеза гидрозоля, включая скорость реакции, растворимость, структуру гидрозоля, стабилизацию, кинетику коагуляции и энергию активации. Понимание этих взаимосвязей позволяет контролировать процесс синтеза и получать желаемые характеристики гидрозоля.

Для контроля концентрации гидроксида железа в гидрозоле можно использовать следующие методы:

1. Титрование. Один из классических методов, основанный на добавлении титранта (например, кислоты) к образцу гидрозоля до достижения эквивалентной точки, что позволяет определить концентрацию гидроксида железа.

2. Спектроскопия. ИК-спектроскопия или УФ-видимая спектроскопия могут быть использованы для анализа сдвига в пиках абсорбции, что помогает определить концентрацию гидроксида железа.

3. Хроматография. Жидкостная хроматография (ЖХ) или газовая хроматография (ГХ) могут быть применены для анализа концентрации гидроксида железа в гидрозоле.

4. Электрохимические методы. Например, кулонометрия или амперометрия могут быть использованы для измерения концентрации гидроксида железа на основе электрохимических свойств.

5. Флуоресцентная спектроскопия. Метод базируется на измерении флуоресцентного сигнала гидрозоля и его изменении в зависимости от концентрации гидроксида железа.

6. Методы отложения: Например, можно использовать метод адсорбции или осаждения для измерения концентрации гидроксида железа в гидрозоле.

Методы позволяют контролировать и определять концентрацию гидроксида железа в гидрозоле с различной степенью точности и чувствительности в зависимости от специфики лабораторной задачи и доступных ресурсов.

При коагуляции гидрозоля гидроксида железа происходят следующие основные явления:

1. Сгущение и частичное осаждение. В процессе коагуляции частицы гидрозоля начинают сгущаться и слипаться друг с другом, что приводит к образованию более крупных частиц.

2. Образование осадка. Слипшиеся частицы образуют осадок в растворе, что является результатом коагуляции гидрозоль.

3. Фазовая нестабильность. В результате коагуляции происходит фазовая нестабильность коллоидного раствора, что приводит к образованию осадка.

4. Изменение свойств коллоидного раствора. В процессе коагуляции происходит изменение свойств коллоидного раствора, таких как размер частиц, заряд и структура, что влияет на его стабильность.

5. Снижение поверхностного заряда. Коагуляция может привести к снижению поверхностного заряда частиц коллоида, что способствует их слипанию и осаждению.

6. Флокуляция. В некоторых случаях после коагуляции частицы могут образовывать флокулы - крупные структуры, состоящие из нескольких частиц, которые оседают на дно реакционной смеси.

Явления коагуляции гидрозоль гидроксида железа приводят к изменению его структуры, свойств и поведения в растворе. Понимание этих процессов важно для контроля и оптимизации процессов коагуляции и стабилизации гидрозоль.

Различные электролиты могут оказывать различное влияние на коагуляцию гидрозоль гидроксида железа из-за их способности взаимодействовать с частицами коллоидов и изменять их стабильность.

Положительно заряженные ионы (катионы). Соединения с положительно заряженными ионами могут привести к коагуляции гидрозоль путем снижения отталкивающих сил между частицами. Примерами таких электролитов могут быть алюминий ( $Al^{3+}$ ), железо ( $Fe^{3+}$ ), аммоний ( $NH_4^+$ ).

Отрицательно заряженные ионы (анионы). Электролиты с отрицательно заряженными ионами также могут способствовать коагуляции гидрозоль, поскольку они могут изменять заряд частиц и приводить к их слипанию. Примерами таких электролитов могут быть сульфаты ( $SO_4^{2-}$ ), фосфаты ( $PO_4^{3-}$ ), карбонаты ( $CO_3^{2-}$ ).

Электролиты средней величины заряда. Некоторые электролиты средней величины заряда могут также оказывать влияние на коагуляцию гидрозоль, изменяя свойства поверхности частиц и их взаимодействие. Примеры включают натрий ( $Na^+$ ), калий ( $K^+$ ).

Концентрация электролита также играет важную роль. Повышенная концентрация электролита обычно приводит к более быстрой коагуляции гидрозоль.

Размер и тип частиц гидрозоль также могут влиять на то, как электролиты взаимодействуют с ними и изменяют его стабильность. Различные взаимодействия между электролитами и гидрозоль могут

приводить к изменению характеристик гидрозоля, таких как его заряд, структура и стабильность, и в конечном итоге влиять на процессы коагуляции и стабилизации.

Для определения коагуляционной способности гидрозоля, то есть его способности к коагуляции или образованию осадка, можно использовать следующие методы:

1. Турбидиметрия - метод используется для измерения изменений в оптической плотности раствора гидрозоля. При коагуляции гидрозолей происходит изменение турбидности раствора, что можно измерить с помощью турбидиметра.

2. Зета-потенциал - Метод измерения зета-потенциала частиц гидрозоля позволяет оценить их стабильность. Падение зета-потенциала может указывать на возможное слипание частиц и коагуляцию.

3. Динамический светорассеяния (DLS) метод позволяет измерить размер и размерное распределение частиц гидрозоля. При коагуляции происходит изменение размера частиц, что можно обнаружить с помощью DLS.

4. Измерение оседания - метод оседания позволяет определить скорость оседания частиц гидрозоля и оценить их коагуляционную способность.

5. Измерение флокуляции или образования флокулов в растворе также может быть использовано для оценки коагуляционной способности гидрозоля.

6. Методы реологии, такие как измерение вязкости и текучести раствора, могут использоваться для оценки процессов коагуляции гидрозоля.

Методы позволяют изучить коагуляционную способность гидрозоля и его поведение при изменении условий, что важно для контроля и оптимизации процессов стабилизации и коагуляции.

### **Рабочее задание**

Студент должен:

- 1) ознакомиться с теоретическими основами;
- 3) приготовить золь гидроксида железа (III);
- 4) провести оптические измерения на фотометре КФК-3 для определения порога коагуляции;
- 5) построить график зависимости  $A = f(V_{эл})$ ;
- 6) подготовить отчет по работе.

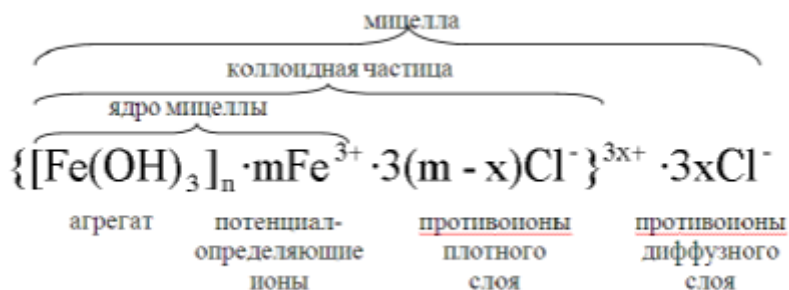
### **Методика выполнения работы**

**Опыт № 1. Синтез гидрозоля гидроксида железа (III).**

В основе синтеза (метод химической конденсации) лежит эндотермическая реакция гидролиза растворимой соли железа (III), равновесие в которой можно сместить вправо вплоть до образования малорастворимого гидроксида железа (III), повышая температуру реакционной смеси:



С этой целью к 400 мл нагретой до кипения дистиллированной воде медленно, при перемешивании, прибавляют отмеренные мерным цилиндром 20 мл раствора хлорида железа (III), смесь доводят до кипения и затем охлаждают до комнатной температуры. В результате образуется красно-коричневый золь гидроксида железа (III) мицеллу которого можно записать в виде:



### Опыт 2. Определение порога коагуляции гидрозоль Fe(OH)<sub>3</sub>.

1. В 6 пробирок налить по 5 мл гидрозоль.
2. В другие 6 пробирок налить V<sub>эл</sub> и V<sub>вод</sub> соответственно номеру опыта (табл. 2). Электролит выбрать согласно варианту (табл. 1).

Таблица 1.

Задания по вариантам

№ варианта	Электролит	Время, мин	№№ задач (раздел 3 [6])
I	MgSO <sub>4</sub>	1,0	3.4; 3.10
II	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1,0	3.3; 3.8
III	ZnSO <sub>4</sub>	1,0	3.5; 3.13
IV	MgSO <sub>4</sub>	1,5	3.6; 3.14
V	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1,5	3.7; 3.12
VI	ZnSO <sub>4</sub>	1,5	3.11; 3.15

Таблица 2.

№ опыта	Объем золь, мл	Объем воды, мл	Объем электролита, мл	Оптическая плотность, А
1	5,0	4,7	0,3	

2	5,0	4,5	0,5	
3	5,0	4,0	1,0	
4	5,0	3,0	2,0	
5	5,0	2,0	3,0	
6	5,0	1,5	3,5	

3. Подготовить к работе фотометр ( $\lambda = 540$  нм, кювета сравнения заполнена дистиллированной водой).

4. Для проведения опыта в пробирку с золей прилить раствор электролита, соответствующий данному опыту, включить секундомер. Перемешать смесь, переливая ее из пробирки в пробирку. После этого заполнить кювету полученной смесью и измерить оптическую плотность дисперсной системы через заданный согласно варианту промежуток времени. Аналогичным образом проделать остальные опыты.

5. По полученным данным построить график зависимости  $A = f(V_{ЭЛ})$  определить  $V_{ЭЛ} = V_M$ , и по формуле рассчитать величину порога коагуляции

$$\gamma = \frac{C_{ЭЛ} \cdot V_M}{V_{ЗОЛЯ}}$$

где  $C_{ЭЛ}$  – концентрация добавляемого электролита, моль·л<sup>-1</sup>;

$V_M$  – объем раствора электролита, добавление которого вызывает резкое увеличение оптической плотности дисперсной системы.

6. Написать строение структурной единицы дисперсной фазы гидрозоля Fe(OH)<sub>3</sub>. Установить, какой ион электролита является ионом-коагулятором.

7. Определить по графику зависимости  $A = f(V_{ЭЛ})$  объем раствора электролита  $V_K$  (мл), при добавлении которого к золю оптическая плотность последнего перестает увеличиваться (остаётся постоянной или начинает уменьшаться).

### Требования к оформлению отчета

Отчет о работе должен включать:

- название выполняемой работы,
- цель;
- перечисление оборудования и реактивов;
- краткие теоретические сведения по теме «Синтез гидрозоля гидроксида железа, изучение его коагуляции и стабилизации»;
- порядок и ход выполнения лабораторной работы, рисунок мицеллы золя;
- вывод.

## Контрольные вопросы

1. Какие реактивы используются для синтеза гидрозоль гидроксида железа?
2. Каков механизм реакции синтеза гидрозоль гидроксида железа?
3. Какова роль pH в процессе синтеза гидрозоль гидроксида железа?
4. Какие методы можно использовать для контроля концентрации гидроксида железа в гидрозоль?
5. Как изменение температуры влияет на процесс синтеза гидрозоль?
6. Какие методы могут применяться для измерения pH гидрозоль?
7. Какие основные параметры синтеза гидрозоль следует фиксировать для дальнейшего анализа?
8. Какие методы можно использовать для анализа концентрации гидроксида железа в гидрозоль?
9. Какие явления происходят при коагуляции гидрозоль гидроксида железа?
10. Как влияет изменение pH на коагуляцию гидрозоль?
11. Как различные электролиты влияют на коагуляцию гидрозоль?
12. Какой метод можно использовать для определения коагуляционной способности гидрозоль?
13. Какие параметры стабилизации гидрозоль могут быть изучены в рамках данной работы?
14. Какие стабилизаторы могут быть использованы для предотвращения коагуляции гидрозоль?
15. Как можно оценить эффективность стабилизации гидрозоль?