

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ  
Государственное образовательное учреждение высшего  
профессионального образования  
**«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

---

Утверждаю  
Декан ХТФ  
\_\_\_\_\_ В.М.Погребенков  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2008 г.

**ПОЛУЧЕНИЕ, ОЧИСТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА  
КОАГУЛЯЦИИ КОЛЛОИДНОГО РАСТВОРА**

Методические указания к выполнению лабораторных работ  
по дисциплинам «Поверхностные явления и дисперсные системы» и  
«Коллоидная химия» для студентов ХТФ, ФТФ, ЭЛТИ, ИГНД и ИДО

Составители: Михеева Е.В., Пикула Н.П.

Издательство  
Томского политехнического университета  
Томск 2008

УДК 541.1

Получение, очистка и исследование процесса коагуляции коллоидного раствора. Методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Поверхностные явления и дисперсные системы» и «Коллоидная химия» для студентов ХТФ, ФТФ, ЭЛТИ, ИГНД и ИДО./Сост. Е.В.Михеева, Н.П.Пикула. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 24 с.

Рецензент доцент,  
кандидат химических наук

Л.С.Анисимова

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к изданию методическим семинаром кафедры физической и аналитической химии «25» октября 2007 г.

Зав.кафедрой ФАХ,  
профессор, доктор химических наук

А.А.Бакибаев

Одобрено учебно-методической комиссией ХТФ  
Председатель учебно-методической комиссии

Н.В.Ушева

## Получение, очистка и исследование процесса коагуляции коллоидного раствора

### *План коллоквиума*

1. Дисперсные системы. Специфические особенности высокодисперсных систем.
2. Классификации дисперсных систем.
3. Методы получения дисперсных систем: диспергационные, конденсационные, метод пиптезации.
4. Методы очистки дисперсных систем.
5. Устойчивость и коагуляция дисперсных систем.
6. Правила электролитной коагуляции.
7. Строение коллоидных мицелл лиофобных зольей.

### **Литература**

1. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы. – М.: Химия, 1988. – С.10-18, 76-78, 314-326.
2. Фридрихсберг Д.А. Курс коллоидной химии. – СПб: Химия, 1995. – С.23-29, 250-260.
3. Воюцкий С.С. Курс коллоидной химии. – М.: Химия, 1976. – С.9-18, 23-28, 223-258, 259-261, 286-295.
4. Практикум по коллоидной химии. Под ред. Лаврова И.С. – М.: Высш.шк., 1983. – С.76-85, 114-120.
5. Зимон А.Д., Лещенко Н.Ф. Коллоидная химия. – М.: Химия, 1995. – С. 12-26, 122-123, 175-179, 213-223.
6. Карбаинова С.Н., Пикула Н.П., Анисимова Л.С., Катюхин В.Е., Романенко С.В. Поверхностные явления и дисперсные системы. – Томск: Изд.ТПУ, 2000. – С. 4-16, 74-76, 81-84.

## Теоретическая часть

### 1. Дисперсные системы

Большинство веществ, находящихся в окружающем нас мире находится в раздробленном состоянии, то есть состоит из дисперсных систем. Дисперсные системы по размерам занимают промежуточное положение между молекулами (атомами, ионами) и макроскопическими объектами (фазами). Частицы таких размеров широко распространены в природе и участвуют во многих технологических процессах.

**Коллоидное состояние вещества** – высокодисперсное (сильно раздробленное) состояние, в котором отдельные частицы представляют собой агрегаты, состоящие из множества молекул. Такие агрегаты называют **мицеллами**.

Всякая дисперсная система состоит из дисперсной фазы и дисперсионной среды. **Дисперсная фаза** – фаза дисперсной системы, раздробленная до мельчайших частиц и находящаяся в непрерывной **дисперсионной среде**.

#### 1.1 Специфические особенности высокодисперсных систем

**1. Гетерогенность (многофазность)** – наличие межфазной поверхности или поверхностного слоя; количественно характеризуется величиной поверхностного натяжения ( $\sigma$ ) на границе раздела фаз.

**2. Высокая дисперсность (раздробленность)**. Мерой раздробленности всякой дисперсной системы может служить:

- поперечный размер частиц ( $a$ ): для сферических частиц – диаметр, для кубических частиц – длина ребра куба;
- дисперсность ( $D$ ) – величина, обратная поперечному размеру частицы:  $D=1/a$ ;
- удельная поверхность ( $S_{уд}$ ) – межфазная поверхность, приходящаяся на единицу объема (массы) дисперсной фазы.

**3. Высокая свободная поверхностная энергия ( $G^S$ )**. Значительная доля всех молекул или атомов, составляющих вещество, находится на поверхности раздела фаз. Поверхностные молекулы отличаются от молекул, находящихся внутри фазы, по своему положению в несимметричном силовом поле и энергетическому состоянию. Существование избыточной поверхностной энергии обуславливает все своеобразие высокодисперсных систем.

**4. Термодинамическая неустойчивость.** Для высокодисперсных систем характерны самопроизвольные процессы, снижающие избыток свободной поверхностной энергии путем уменьшения поверхностного натяжения и дисперсности.

**5. Невоспроизводимость.** Поверхность реальной частицы твердого тела состоит из выступов, впадин, участков различной кривизны. Поэтому две системы одного и того же состава с одинаковой удельной поверхностью могут быть энергетически неравноценны.

**6. Структурообразование.** Любая система стремится к равновесию (термодинамической устойчивости) за счет образования ориентированных макроструктур.

### *1.2 Классификации дисперсных систем*

В современной коллоидной химии отсутствует единая классификация дисперсных систем. Причина этого заключается в том, что любая предложенная классификация принимает в качестве критерия не все свойства дисперсной системы, а только какое-нибудь из них.

Наиболее распространенные классификации дисперсных систем:

**1. По размерам частиц дисперсной фазы:** грубодисперсные – размер частиц  $> 10^{-5}$  м; среднедисперсные (микрорегетерогенные) – размер частиц  $10^{-5} - 10^{-6}$  м; высокодисперсные (коллоидные) – размер частиц  $10^{-7} - 10^{-9}$  м.

**2. По агрегатному состоянию дисперсной фазы и дисперсионной среды:** золи, суспензии, эмульсии, пены, аэрозоли, твердые коллоидные растворы и др.

**3. По силе межфазного взаимодействия дисперсной фазы и дисперсионной среды:** лиофильные и лиофобные.

**4. По фазовой различимости дисперсных систем:** суспензоиды и молекулярные коллоиды.

**5. По подвижности частиц дисперсной фазы (по структуре):** свободнодисперсные и связнодисперсные.

**6. По форме частиц дисперсной фазы:** корпускулярные, ламинарные, фибриллярные.

## **2. Методы получения дисперсных систем**

Поскольку дисперсные системы широко используются в различных областях промышленности, следовательно, такие системы нужно получать с необходимым набором физических и химических свойств (состав, агрегатное состояние, размер, форма, структура, поверхностные свойства и др.).

При получении дисперсных систем решают две важные задачи:

1. Получение дисперсных частиц нужного размера и формы.
2. Стабилизация дисперсных систем, т.е. сохранение размеров дисперсных частиц в течение достаточно длительного времени.

Методы получения дисперсных систем делятся на: диспергационные, конденсационные и метод пептизации.

### **2.1 Диспергационные методы**

Диспергационные методы заключаются в измельчении крупных (макроскопических) образцов данного вещества до частиц дисперсных размеров. При диспергировании химический состав и агрегатное состояние вещества обычно не меняются, меняется размер частиц и их форма. Диспергирование происходит, как правило, не самопроизвольно, а с затратой внешней работы, расходуемой на преодоление межмолекулярных сил при дроблении вещества. Диспергационные методы используют, в основном, для получения грубодисперсных частиц – от 1 мкм и выше.

Для **диспергирования твердых тел** используют механические (дробление, истирание и т.п.), электрические (распыление в электрическом поле) и другие методы. В лабораторных условиях диспергирование проводят в шаровых и вибрационных мельницах.

При дроблении материалы разрушаются по местам прочностных дефектов (трещин). Для облегчения диспергирования твердых тел используют **понижители твердости** (растворы электролитов, ПАВ, и др.) – вещества, повышающие эффективность диспергирования за счет образования микротрещин (эффект П.А.Ребиндера). Понижители твердости обычно составляют 0,1 % от общей массы измельчаемых веществ и при этом снижают энергозатраты на получение дисперсных систем более чем на половину.

Для *диспергирования жидкостей и получения мелких капель в аэрозолях и эмульсиях* используют: механические способы – встряхивание, быстрое перемешивание с кавитационными взрывами; воздействие ультразвука; распыление при течении жидкости через тонкие отверстия при быстром движении струи и т.д.

При *диспергировании газов* используют: барботирование – прохождение газовой струи через жидкость с большой скоростью; одновременное смешивание потоков жидкости и газа в специальных устройствах.

## **2.2 Конденсационные методы**

Конденсационные методы не требуют затраты внешней работы и основаны на ассоциации молекул в агрегаты из истинных растворов (гомогенных сред). Путем конденсации в зависимости от условий могут быть получены системы любой дисперсности, с частицами любого размера, но, в основном, эти методы используют для получения высокодисперсных систем. Появление новой фазы происходит при пересыщении среды, т.е. создании концентраций, превышающих равновесные.

### **Стадии метода конденсации**

1. Стадия зародышеобразования – возникновение зародышей (центров кристаллизации) в пересыщенном растворе.
2. Стадия роста зародышей.
3. Стадия формирования слоя стабилизатора, определяющего устойчивость полученной дисперсной системы.

### **Правила получения дисперсных систем конденсационными методами**

1. Чем больше степень пересыщения, тем меньше радиус зародыша, тем легче он образуется.
2. Для получения высокодисперсных частиц необходимо, чтобы скорость образования зародышей была больше скорости их роста.

Пересыщение можно вызвать физическим процессом или проведением химической реакции. Различают физические и химические конденсационные методы.

### 2.2.1 Физические конденсационные методы

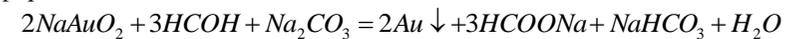
**Метод конденсации из паров** – образование тумана в газовой фазе при понижении температуры.

**Метод замены растворителя** – раствор данного вещества при постоянном перемешивании приливают к жидкости, в которой это вещество практически не растворимо, возникающее при этом пересыщение приводит к образованию дисперсных частиц. Так получают гидрозоли серы, холестерина, канифоли и др.

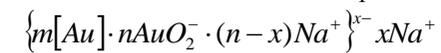
### 2.2.2 Химические конденсационные методы

Методы основаны на образовании новой фазы (малорастворимого соединения) в результате протекания химической реакции. Для получения высокодисперсных золь концентрированный раствор одного компонента добавляют к разбавленному раствору другого компонента при постоянном перемешивании. Примеры химических реакций, используемых для образования коллоидных систем:

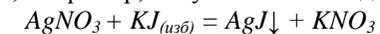
**1. Реакции восстановления**, например, восстановление аурата натрия формальдегидом:



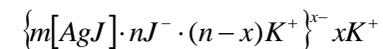
В результате получается золь золота, стабилизированный ауратом натрия. Строение мицеллы этого золя можно представить:



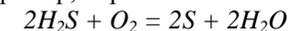
**2. Реакции обмена**, например, получение золя иодида серебра:



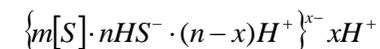
Строение мицеллы:



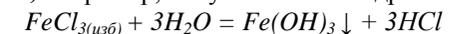
**3. Реакции окисления**, например, образование золя серы:



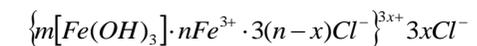
Строение мицеллы:



**4. Реакции гидролиза**, например, получение золя гидроксида железа:



Строение мицеллы:



### **2.3 Метод пептизации**

**Пептизация** – метод, основанный на переводе в коллоидный раствор осадков, первичные размеры которых уже имеют размеры высокодисперсных систем.

Суть метода: свежевывающий рыхлый осадок переводят в золь путем обработки пептизаторами (растворами электролитов, поверхностно-активных веществ, растворителем).

### **3. Методы очистки дисперсных систем**

Низкомолекулярные примеси (чужеродные электролиты) способны разрушать коллоидные системы, поэтому полученные золи во многих случаях необходимо очищать. Для очистки используют: диализ, электродиализ, ультрафильтрацию.

**Диализ** – извлечение из зольных низкомолекулярных веществ чистым растворителем с помощью полупроницаемой перегородки (мембраны), через которую не проходят коллоидные частицы.

**Электродиализ** – диализ, ускоренный применением внешнего электрического поля.

**Ультрафильтрация** – фильтрование коллоидного раствора через полупроницаемую мембрану, пропускающую дисперсионную среду с низкомолекулярными примесями и задерживающую частицы дисперсной фазы. Проводят под разряжением (вакуумом) или под повышенным давлением.

### **4. Устойчивость и коагуляция лиофобных дисперсных систем (золь)**

#### **4.1 Общие положения**

**Устойчивость** – способность коллоидной системы сохранять неизменными во времени свои основные параметры: степень дисперсности, равномерность распределения дисперсной фазы в дисперсионной среде.

Наблюдаемая долговечность многих лиофобных систем свидетельствует о том, что наряду с Ван-дер-Ваальсовыми силами притяжения между частицами в системе существуют и силы отталкивания или эффекты, экранирующие это притяжение. Рассмотрим факторы, вызывающие устойчивость лиофобных систем.

### **Факторы агрегативной устойчивости лиофобных зелей**

**1. Электростатический фактор** обусловлен силами отталкивания (наличием двойного электрического слоя на поверхности частиц).

**2. Адсорбционно – сольватный фактор** обусловлен наличием сольватной оболочки растворителя вокруг частиц дисперсной фазы, препятствующей сближению частиц.

**3. Энтропийный фактор** обусловлен стремлением частиц дисперсной фазы к равномерному распределению по объему дисперсионной среды.

**Коагуляция** – процесс разрушения коллоидных систем за счет слипания частиц, образования более крупных агрегатов и их последующего оседания.

Причины, вызывающие коагуляцию, очень разнообразны: действие теплоты или холода, электромагнитные поля, механические воздействия, химические реагенты, время и т.д.

**Основным фактором, вызывающим коагуляцию, является действие на коллоидный раствор электролитов. Такую коагуляцию называют электролитной.**

#### **4.2 Правила электролитной коагуляции**

**1.** Все без исключения сильные электролиты при определенной концентрации могут вызвать коагуляцию коллоидного раствора.

**2. Правило знака заряда:** коагуляцию коллоидного раствора (золя) вызывает тот ион электролита, знак заряда которого противоположен знаку заряда коллоидной частицы. Этот ион электролита называют **ионом - коагулятором**.

**3.** Каждый электролит по отношению к конкретному коллоидному раствору обладает определенным порогом коагуляции.

**Порог коагуляции** ( $\gamma$ ) - некоторая минимальная концентрация электролита, достаточная для того, чтобы вызвать коагуляцию золя:

$$\gamma = \frac{V \cdot C}{W}, \quad (1)$$

где:  $\gamma$  - порог коагуляции, моль/л;  $V$  - объем электролита, вызывающего коагуляцию, мл;  $C$  - концентрация электролита, моль/л;  $W$  - объем золя, мл.

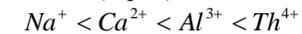
**Коагулирующая способность электролита ( $P$ )** - величина, обратно пропорциональная порогу коагуляции:

$$P = \frac{1}{\gamma}. \quad (2)$$

**4. Влияние заряда (валентности) иона - коагулятора (правило Шульца-Гарди).** Коагулирующая способность электролита сильно возрастает с увеличением валентности иона - коагулятора.

$$\gamma = \frac{const}{z^n}, \quad (3)$$

где:  $z$  - валентность (заряд) иона - коагулятора,  $n = 2 \div 6$



→ увеличение заряда иона →

→ увеличение коагулирующей способности →

В случае концентрационной коагуляции, характерной для сильно заряженных золь (например, для золя гидроксида железа),  $n = 6$ . В случае нейтрализационной коагуляции, характерной для слабо заряженных золь (например, для золя иодида серебра),  $n = 2$ .

Ионы - коагуляторы с высшей валентностью обладают меньшим порогом коагуляции:

$$\gamma_1 : \gamma_2 : \gamma_3 = \left(\frac{1}{1}\right)^6 : \left(\frac{1}{2}\right)^6 : \left(\frac{1}{3}\right)^6 = 1 : 0,0156 : 0,00137 = 729 : 11 : 1$$

**5. Коагулирующая сила ионов - коагуляторов одной и той же валентности возрастает с увеличением радиуса иона-коагулятора.**



→ возрастание радиуса иона →

→ возрастание коагулирующей способности →

## 5. Строение коллоидных мицелл

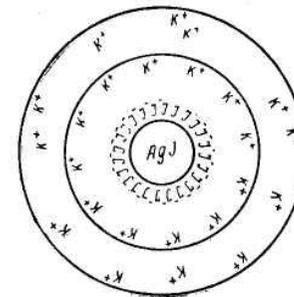
Коллоидные системы состоят из дисперсной фазы и дисперсионной среды. Частицу дисперсной фазы вместе с окружающим ее двойным электрическим слоем называют мицеллой. **Мицелла** – сложное структурное образование, состоящее из агрегата, потенциалопределяющих ионов и противоионов.

Внутреннюю часть мицеллы составляет **агрегат** основного вещества. Как правило, агрегат состоит из большого числа молекул или атомов кристаллического или аморфного строения. Агрегат электронейтрален, но обладает большой адсорбционной способностью и способен адсорбировать на своей поверхности ионы из раствора – **потенциалопределяющие ионы (ПОИ)**.

При выборе потенциалопределяющих ионов пользуются эмпирическим **правилом Фаянса-Панета-Пескова**: «На твердой поверхности агрегата в первую очередь адсорбируются ионы, которые:

- входят в состав агрегата;
- способны достраивать кристаллическую решетку агрегата;
- образуют малорастворимое соединение с ионами агрегата;
- изоморфны с ионами агрегата.»

Агрегат вместе с потенциалопределяющими ионами составляет **ядро мицеллы**. Ядро мицеллы, обладающее большим зарядом, притягивает ионы противоположного заряда – **противоионы (ПИ)** из раствора.



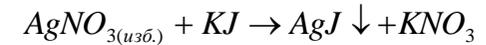
Часть противоионов находится в непосредственной близости от ядра, прочно связана с ним за счет адсорбционных и электростатических сил, и образует плотную часть двойного электрического слоя (**адсорбционный слой**).

Ядро с противоионами плотной части двойного электрического слоя образуют **гранулу** или **коллоидную частицу**.

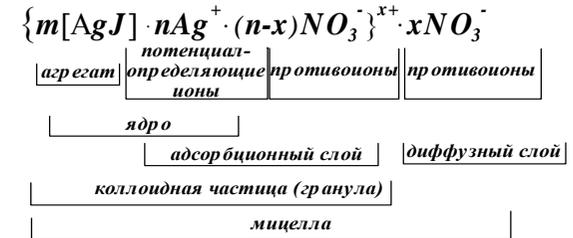
Знак заряда коллоидной частицы определяется знаком заряда потенциалопределяющих ионов. Коллоидную частицу (гранулу) окружают **противоионы диффузного слоя** – остальная часть

противоионов, подвергающихся броуновскому движению и менее прочно связанных с ядром. В целом образуется **мицелла**. Мицелла в отличие от коллоидной частицы электронейтральна.

**Пример:** Рассмотрим строение мицеллы при образовании коллоидного раствора - золя иодида серебра методом химической конденсации при небольшом избытке нитрата серебра.



Формула мицеллы запишется:



где:  $m$  - количество молекул или атомов, образующих агрегат;

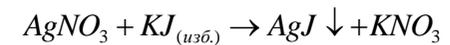
$n$  - число потенциалопределяющих ионов, адсорбированных на поверхности агрегата;

$(n - x)$  - число противоионов в плотной части двойного электрического слоя (адсорбционный слой);

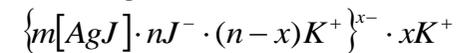
$x$  - число противоионов в диффузной части двойного электрического слоя;

$x^+$  - заряд коллоидной частицы (гранулы).

При образовании золя иодида серебра при небольшом избытке иодида калия:



Формула мицеллы образовавшегося золя запишется:



Заряд коллоидной частицы в этом случае будет отрицательным.

## Экспериментальная часть

### Цель работы:

Получение, очистка и исследование процесса коагуляции коллоидного раствора.

### Приборы и реактивы:

- электрическая плитка;
- коническая колба для получения коллоидного раствора;
- растворы для получения золей: 2% FeCl<sub>3</sub>, 0,1 М K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], 0,01 М KMnO<sub>4</sub>, 0,01 М Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, раствор серы в спирте или ацетоне;
- дистиллированная вода;
- диализатор;
- раствор AgNO<sub>3</sub> для проведения качественной реакции на хлорид-ионы;
- три бюретки, заполненные растворами 4,0 моль-экв/л NaCl, 0,01 моль-экв/л Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 0,001 моль-экв/л K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]
- три штатива с пробирками для исследования процесса коагуляции;
- растворы электролитов для исследования процесса коагуляции: 0,1 М KF, 0,0025 М K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 0,001 М K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], 1,0 М KCl, 0,01 М CdCl<sub>2</sub>, 0,005 М AlCl<sub>3</sub>.

### Порядок выполнения работы

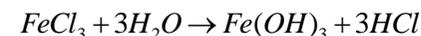
Исследования рекомендуется проводить по следующему плану:

1. Выбор и обоснование способа получения коллоидного раствора (номер варианта выбирается по указанию преподавателя).
2. Получение коллоидного раствора выбранным способом.
3. Очистка полученного коллоидного раствора методом диализа.
4. Исследование процесса коагуляции полученного золя различными электролитами. Подтверждение правил электролитной коагуляции.
5. Выводы по работе.

## 2.1 Получение лиофобных золей

### **Вариант I. Получение золя гидроксида железа (III)**

Золь гидроксида железа (III) получают гидролизом хлорида железа (III).

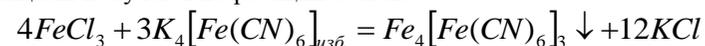


В конической колбе нагревают до кипения 85,0 мл дистиллированной воды. К кипящей воде, отключив электроплитку, постепенно приливают 15,0 мл 2%-ого раствора  $FeCl_3$ . Получают золь гидроксида железа красно-коричневого цвета.

Определяют знак заряда коллоидной частицы методом капиллярного анализа. Записывают формулу мицеллы образовавшегося золя.

### **Вариант II. Получение золя «берлинской лазури» с отрицательно заряженными частицами**

Гидрозоля «берлинской лазури» с отрицательно заряженными частицами получают по реакции обмена:



Для получения гидрозоля 5,0 мл 0,1 М раствора  $K_4[Fe(CN)_6]$  разбавляют до 100,0 мл дистиллированной водой (95,0 мл  $H_2O$ ). В полученный раствор приливают 1,0 мл 2% раствора  $FeCl_3$ .

Определяют знак заряда коллоидной частицы методом капиллярного анализа. Записывают формулу мицеллы образовавшегося золя.

### **Вариант III. Получение золя диоксида марганца**

Гидрозоля диоксида марганца  $MnO_2$  получают при восстановлении перманганата калия тиосульфатом натрия по реакции:

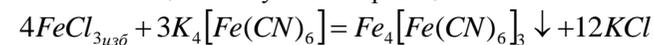


Для получения гидрозоля 5,0 мл 0,01 М раствора  $KMnO_4$  разбавляют до 50,0 мл дистиллированной водой. В полученный раствор медленно приливают 1,0 мл 0,1 М раствора  $Na_2S_2O_3$ .

Определяют знак заряда коллоидной частицы методом капиллярного анализа. Записывают формулу мицеллы образовавшегося золя.

**Вариант IV. Получение золя «берлинской лазури» с положительно заряженными частицами**

Гидрозоль «берлинской лазури» с положительно заряженными частицами получают по реакции обмена:



Для получения золя 5,0 мл 2% FeCl<sub>3</sub> разбавляют до 50,0 мл дистиллированной водой. К полученному раствору при тщательном перемешивании приливают 1,0 мл 0,1 М K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>].

Определяют знак заряда коллоидной частицы методом капиллярного анализа. Записывают формулу мицеллы образовавшегося золя.

**Вариант V. Получение золя серы методом замены растворителя**

Золь серы получают методом замены растворителя следующим образом:

К 50,0 мл дистиллированной воды приливают по каплям 5,0 мл насыщенного раствора серы в спирте или ацетоне. Образуется голубовато – белый золь серы в воде с отрицательно заряженными коллоидными частицами.

Записывают формулу мицеллы образовавшегося золя.

На примере этого золя можно наблюдать конус Тиндаля.

**2.2 Определение знака заряда коллоидных частиц**

Знак заряда коллоидных частиц в окрашенных золях можно определить **методом капиллярного анализа**.

Метод основан на том, что целлюлозные стенки капилляров фильтровальной бумаги заряжаются отрицательно, а пропитывающая бумагу вода – положительно.

Если на листок фильтровальной бумаги нанести каплю исследуемого золя, то положительно заряженные частицы золя будут адсорбироваться на стенках капилляров фильтровальной бумаги. В результате получится окрашенное в центре и бесцветное по краям пятно.

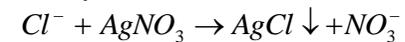
Золь с отрицательно заряженными частицами, не адсорбирующимися на стенках капилляров, образует равномерно окрашенное пятно.

### **2.3 Очистка коллоидного раствора**

#### **Очистка коллоидного раствора гидроксида железа (вариант I)**

Полученный коллоидный раствор гидроксида железа подвергают очистке методом *диализа*. В диализатор, сосуд из полупроницаемой мембраны, наливают полученный раствор гидрозоля; диализатор помещают в широкий стакан, наполовину наполненный дистиллированной водой. При многократном опускании и поднимании диализатора в воде происходит очистка гидрозоля: загрязняющие золь ионы переходят через мембрану в воду, а очищенный коллоидный раствор остается в диализаторе. В процессе диализа воду во внешнем сосуде (стакане) меняют 3-4 раза.

Полноту очистки коллоидного раствора проверяют проведением качественной реакции на хлорид-ионы, проходящие из диализатора во внешний сосуд.



Диализ заканчивают, когда качественная реакция на хлорид-ионы дает отрицательный результат.

### **2.4 Исследование процесса коагуляции коллоидного раствора**

#### **2.4.1. Исследование процесса коагуляции коллоидного раствора гидроксида железа (вариант I)**

Для проверки правильности предположения о заряде коллоидной частицы и правил электролитной коагуляции очищенный коллоидный раствор подвергают коагуляции путем действия на него различных электролитов.

Предварительно записывают формулу мицеллы гидрозоля и определяют знак заряда коллоидной частицы. Поскольку коллоидный раствор имеет положительно заряженные коллоидные частицы, то коагуляцию должны вызывать анионы, причем, тем быстрее, чем выше заряд аниона.

В каждую из четырех конических колб приливают по 10,0 мл полученного и очищенного раствора гидрозоля железа.

Заполняют три бюретки растворами электролитов: 4,0 моль-экв/л NaCl, 0,01 моль-экв/л Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и 0,001 моль-экв/л K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], устанавливают объем электролитов в бюретке на нулевой отметке. В каждую из трех колб с золем приливают растворы

электролитов из бюреток по каплям до появления первых признаков коагуляции (появления мути, изменения цвета золя и др.). Отмечают объем электролита, пошедшего на коагуляцию. Четвертая пробирка с золем является контрольной.

**Обработка результатов эксперимента**

1. Для каждого электролита вычисляют порог коагуляции по уравнению 1.

2. Проводят сравнение объемов электролитов, вызвавших коагуляцию. Для этого по закону эквивалентов пересчитывают объемы электролитов на одинаковую концентрацию, например 0,001 моль-экв/л.

$$C_1V_1 = C_2V_2,$$

где:  $C_1$  - исходная концентрация электролита, моль-экв/л;

$V_1$  - объем электролита с концентрацией  $C_1$ , мл;

$C_2$  - концентрация электролита, равная 0,001 моль-экв/л;

$V_2$  - искомый объем электролита, мл.

Результаты эксперимента заносят в таблицу.

Электролит-коагулятор	4,0 моль-экв/л NaCl	0,01 моль-экв/л Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,001 моль-экв/л K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]
Исходная концентрация электролита $C_1$ , моль-экв/л			
Объем электролита, вызвавшего коагуляцию золя $V_1$ , мл			
Объем электролита $V_2$ , пересчитанный на концентрацию 0,001 моль-экв/л, мл			
$\lg V_2$			
Валентность иона-коагулятора, $Z$			
Порог коагуляции, $\gamma$			

3. Строят график зависимости объема электролита, вызвавшего коагуляцию  $\lg V_2$  от валентности иона коагулятора. По оси абсцисс откладывают  $\lg V_2$ , по оси ординат – величины, обратные значению валентности коагулирующих ионов  $1/z$ .

4. Выводят правило значности, т.е. определяют отношение порогов коагуляции при различных валентностях ионов-коагуляторов.

$$\gamma_i : \gamma_{II} : \gamma_{III} = A : B : C,$$

где: величины  $A, B, C$  получают при делении соответственно порогов коагуляции одновалентного, двухвалентного и трехвалентного аниона электролита на порог коагуляции трехвалентного аниона электролита.

5. Делают вывод по результатам эксперимента.

#### 2.4.2 Исследование процесса коагуляции коллоидного раствора гидроксида железа с положительно заряженными частицами (вариант II)

Поскольку коллоидный раствор гидроксида железа имеет положительно заряженные коллоидные частицы, то его коагуляцию должны вызывать анионы, причем, тем быстрее, чем выше заряд аниона.

В качестве электролитов – коагуляторов используют растворы: 0,1 М KF, 0,0025 М K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и 0,001 М K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>].

1. Первый опыт проводят с электролитом 0,1 М раствором KF. Для этого в пять пробирок первого штатива наливают указанное количество раствора 0,1 М KF и разбавляют дистиллированной водой до 5,0 мл. Необходимые объемы раствора электролита – коагулятора и воды указаны в таблице 1.

Таблица 1

№ пробирки	1	2	3	4	5
Объем электролита, мл	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Объем воды, мл	4,0	3,0	2,0	1,0	0
Помутнение (+, –)					

В каждую пробирку быстро (практически одновременно) приливают по 5,0 мл полученного золя гидроксида железа. Следят за

тем, чтобы общий объем раствора в каждой пробирке оставался постоянным ( $V_{\text{общ}} = 10,0$  мл). Через 5-10 минут отмечают, в каких пробирках прошла явная коагуляция. При «помутнении» раствора в таблице 1 ставят знак «+».

**2.** Во втором и третьем опыте исследуют процесс коагуляции золя гидроксида железа электролитами  $0,0025$  М  $K_2SO_4$  и  $0,001$  М  $K_3[Fe(CN)_6]$ .

Для этого в пять пробирок второго и третьего штативов наливают растворы электролитов  $0,0025$  М  $K_2SO_4$  и  $0,001$  М  $K_3[Fe(CN)_6]$  в количестве, указанном в таблице 1.

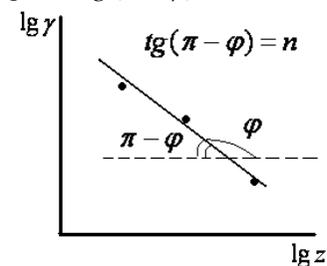
В каждую пробирку приливают по  $5,0$  мл полученного золя гидроксида железа. Следят за тем, чтобы общий объем раствора в каждой пробирке оставался постоянным. Через 5-10 минут отмечают, в каких пробирках прошла явная коагуляция. При «помутнении» раствора в пробирках в таблице 1 ставят знак «+».

**3.** Рассчитывают порог коагуляции по уравнению (1).

**4.** Проверяют правило Шульце – Гарди. Значение показателя степени заряда иона-коагулятора ( $n$ ) рассчитывают графическим способом. Для этого уравнение (3) приводят к линейному виду (логарифмируют).

$$\lg \gamma = \lg \text{const} - n \lg z$$

Строят график в координатах  $\lg \gamma = f(\lg z)$ . Тогда тангенс угла наклона прямой равен  $\text{tg}(\pi - \varphi) = n$ .



Рассчитывают значение показателя степени заряда иона-коагулятора и сравнивают его с теоретическим значением.

### 2.4.3 Исследование процесса коагуляции золя «берлинской лазури» с отрицательно заряженными частицами (вариант III)

Поскольку полученный коллоидный раствор «берлинской лазури» имеет отрицательно заряженные коллоидные частицы, то коагуляцию должны вызывать катионы, причем, тем быстрее, чем выше заряд катиона.

В качестве электролитов – коагуляторов используют растворы: 1,0 М КСl, 0,01 М CdCl<sub>2</sub> и 0,005 М AlCl<sub>3</sub>.

1. Первый опыт проводят с электролитом 1,0 М раствором КСl. В пять пробирок первого штатива наливают указанное количество раствора 1,0 М КСl и разбавляют дистиллированной водой до 5,0 мл. Необходимые объемы раствора электролита – коагулятора и воды указаны в таблице 2.

Таблица 2

№ пробирки	1	2	3	4	5
Объем электролита, мл	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Объем воды, мл	4,0	3,0	2,0	1,0	0
Помутнение (+, –)					

В каждую пробирку быстро приливают по 5,0 мл полученного золя «берлинской лазури». Следят за тем, чтобы общий объем раствора в каждой пробирке оставался постоянным ( $V_{\text{общ}} = 10,0$  мл). Через 30-40 минут отмечают, в каких пробирках прошла явная коагуляция. При «помутнении» раствора в таблице 2 ставят знак «+».

2. Аналогично исследуют процесс коагуляции золя электролитами 0,01 М CdCl<sub>2</sub> и 0,005 М AlCl<sub>3</sub>, проводя второй и третий опыт с соответствующими электролитами.

Для этого в пять пробирок второго и третьего штативов наливают растворы электролитов 0,01 М CdCl<sub>2</sub> и 0,005 М AlCl<sub>3</sub> в количестве, указанном в таблице 2.

В каждую из пяти пробирок приливают по 5,0 мл полученного золя «берлинской лазури». Следят за тем, чтобы общий объем раствора оставался постоянным. Через 30-40 минут отмечают, в

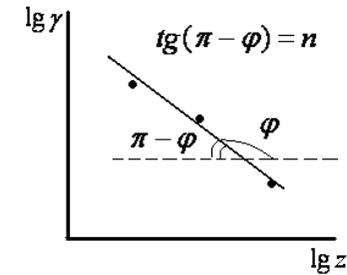
каких пробирках прошла явная коагуляция. При «помутнении» раствора в пробирках в таблице 2 ставят знак «+».

3. Рассчитывают порог коагуляции по уравнению (1).

4. Проверяют правило Шульце – Гарди. Значение показателя степени заряда иона-коагулятора ( $n$ ) рассчитывают графическим способом. Для этого уравнение (3) приводят к линейному виду (логарифмируют).

$$\lg \gamma = \lg \text{const} - n \lg z$$

Строят график в координатах  $\lg \gamma = f(\lg z)$ . Тогда тангенс угла наклона прямой равен  $\text{tg}(\pi - \varphi) = n$ .



Рассчитывают значение показателя степени заряда иона-коагулятора и сравнивают его с теоретическим значением.



ПОЛУЧЕНИЕ, ОЧИСТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА  
КОАГУЛЯЦИИ КОЛЛОИДНОГО РАСТВОРА

Методические указания к выполнению лабораторных работ по  
дисциплинам «Поверхностные явления и дисперсные системы» и  
«Коллоидная химия» для студентов ХТФ, ФТФ, ЭЛТИ, ИГНД и ИДО

Составители: Михеева Елена Валентиновна  
Пикула Нина Павловна

Подписано к печати . Формат 60x84/16. Бумага «Классика».  
Печать RISO. Усл.печ.л. 2,33. Уч.-изд.л. 2,11 .  
Заказ . Тираж 100 экз.



Томский политехнический университет  
Система менеджмента качества  
Томского политехнического университета  
сертифицирована  
NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту ISO  
9001:2000



ИЗДАТЕЛЬСТВО  634050, г. Томск, пр. Ленина, 30.