

ПОЛУЧЕНИЕ КОЛЛОИДНЫХ РАСТВОРОВ СЕРЕБРА ВОССТАНОВЛЕНИЕМ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ. ИЗУЧЕНИЕ ИХ ОПТИЧЕСКИХ И ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Объект исследования: коллоидные системы.

Предмет исследования: свойства коллоидных систем.

Основные черты современного развития в области естественных наук:

1. переход к **наноразмерам**

2. изменение парадигмы развития от **анализа** к **синтезу**

3. сближение и **взаимопроникновение неорганики и органического** мира живой природы

4. **междисциплинарный подход** вместо узких специализаций



АКТУАЛЬНОСТЬ

Получение стабильных концентрированных водных дисперсий с заданными физико-химическими свойствами на базе наночастиц серебра является необходимой стадией при создании наноструктурных материалов, применяемых в микроэлектронике, электрохимии, при синтезе оптоэлектронных сенсоров, пигментов др

В связи с бактерицидными свойствами ионов серебра его нанодисперсии могут служить основой для создания новых классов бактерицидных препаратов, различного рода лекарственных веществ.

Главным вопросом остается возможность получения дисперсной системы с требуемой устойчивостью во времени и к действию внешних факторов.

Известным методом получения золь и порошков металлов является химическое восстановление, однако возможности регулирования дисперсности и других свойств золь металлов требуют детального изучения.

Гипотеза

Условия получения коллоидного раствора серебра, методом жидкофазного химического осаждения из растворов, влияют на дисперсионные характеристики наночастиц серебра и их устойчивость.

Основные этапы работы

- Обоснование темы
- Постановка цели и задач
- Составление обзора литературы
- Практическая часть
- Обработка и систематизация полученных данных

Цель работы

- Изучение процесса восстановления серебра в водных растворах ;
- определение оптимальных условий синтеза наночастиц серебра;
- изучение оптических и электрических свойств полученных растворов.

Задачи

- Экспериментально получить разными способами коллоидный раствор серебра, меняя восстановители, pH, концентрацию и условия.
- Изучить оптические и электрические свойства золей

се

Основные цели педагогов:

- привлечение учащихся к проектной деятельности;
- обучение работе с оборудованием, полученном в рамках Курчатовского проекта;
- междисциплинарный подход.

- Наночастицы серебра в водных растворах получали путем восстановления ионов серебра с помощью раствора глюкозы и танина. Реакцию восстановления проводили в различных условиях.

Кроме того были попытки восстановить серебро 1% раствором формалина, а также фармацевтическим препаратом «Аскорбиновая кислота с глюкозой».

В результате получались нестабильные растворы.

Конечно, эти опыты можно продолжить.

Выбор глюкозы и танина обусловлен лучшими результатами.

Оборудование

1. Аналитические весы лабораторные.
3. Числовые датчики мутности, рН, электропроводности.
4. Микроволновая печь.
6. Спектрофотометр.
7. Web-камера на подвижном штативе.
8. Приборы для наблюдения конуса Тиндаля.
9. Механические дозаторы.
10. Магнитные мешалки.
11. Дистиллятор.
12. Портативный компьютер aquarius.
13. Центрифуга.
14. Оптические фильтры.
15. АСМ
16. Химическая посуда.

Как видно из списка, при работе над проектом использовано большое количество оборудования. Мы сами и учащиеся освоили работу на нем, что, несомненно, является достоинством проекта.

Реактивы

- 0,025 М раствор AgNO_3 ,
- 0,1% раствор таннина,
- 0,025 М раствор глюкозы,
- раствор аммиака,
- дистиллированная вода.

Использовались реактивы квалификации «хч» и дистиллированная вода, поэтому дополнительная очистка не проводилась.

Получение наночастиц серебра восстановлением с помощью таннина.

- При исследовании влияния pH в интервале 5,57-10,0 ($C(\text{AgNO}_3) = 0,005 \text{ М}$; $C(\text{таннина}) = 0,1\%$ установлено, что растворы с pH больше 9 являются неустойчивыми: в осадок выпадало металлическое серебро. Окраска полученных растворов с увеличением значения pH изменялась от бледно-молочной до темно-коричневой. Таким образом, увеличение pH приводит, вероятно, к возрастанию количества и размера образующихся наночастиц серебра, а также сопровождается их агрегированием. Седиментационную устойчивость оценивали визуально. Оптимальное, на наш взгляд, значение pH = 8-8,7.
- При этом таннин $\text{C}_{76}\text{H}_{52}\text{O}_{46}$ окисляется до флобафенов $\text{C}_{76}\text{H}_{52}\text{O}_{49}$, а серебро восстанавливается.

pH измеряли цифровым датчиком и доводили до нужного значения раствором аммиака при помощи дозатора объемом 5-50 мкл. Очень удобно использование электронных весов. Цифровыми датчиками измерили электропроводность и мутность.

Опыт проводили на многоместной магнитной мешалке. Реактивы отмеряли дозаторами. Результаты сведены в таблицу.



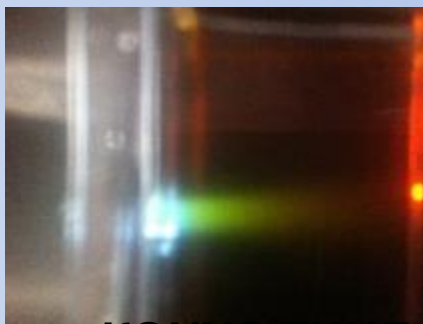
ИСХОДНЫЕ СМЕСИ



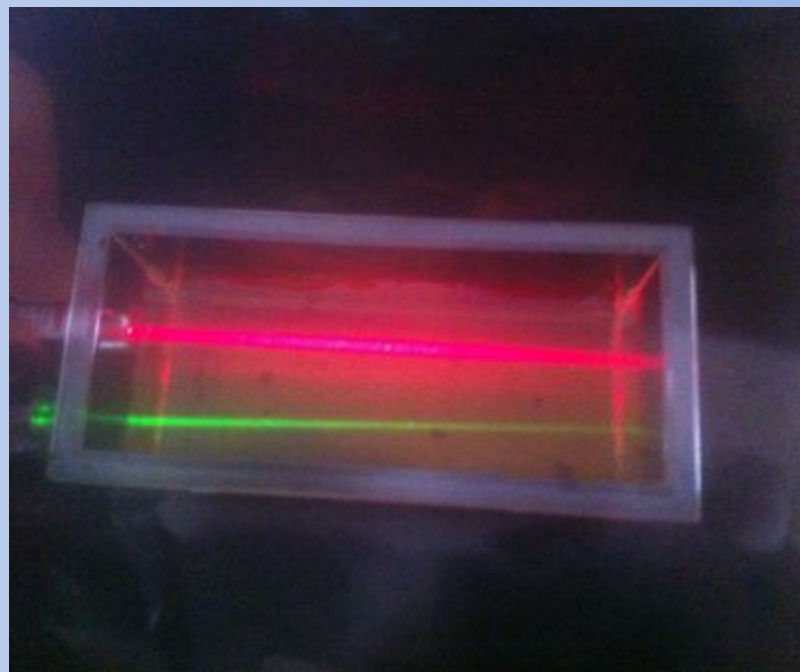
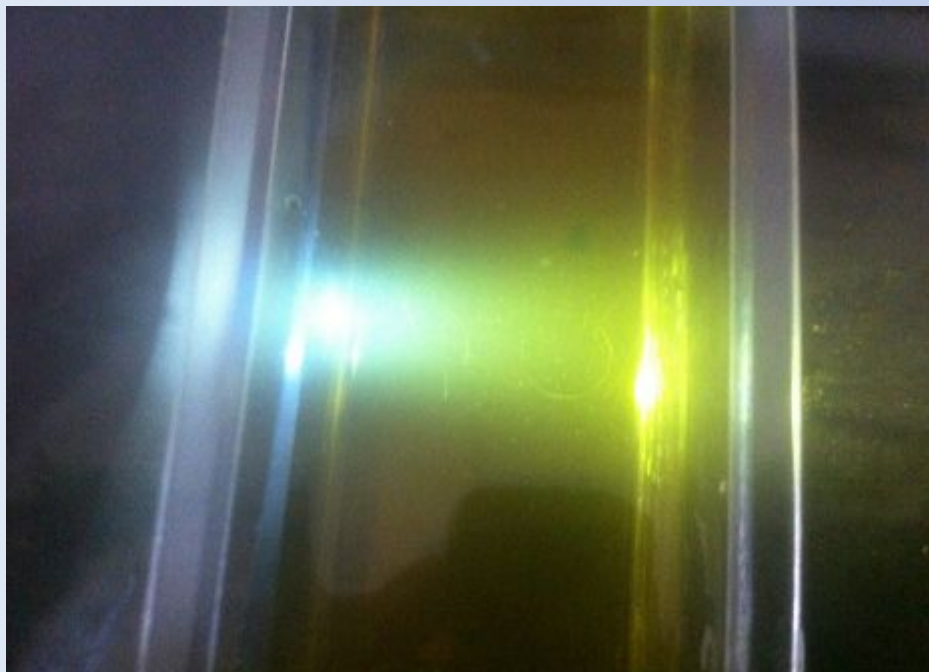
ПОЛУЧЕННЫЕ РАСТВОРЫ

Концентрация танина	0,1%	0,1%	0,1%
Объем	10 мл	10 мл	10 мл
Объем воды	100 мл	100 мл	100мл
pH	5,57	8,7	10,0
Концентрация раствора AgNO_3	0,005 M	0,005 M	0,005M
Объем	3 мл	3 мл	3 мл
Цвет раствора	Мутный белый	Темно-оранжевый	Темно-коричневый
Электропроводность, мСм/см	0,53	0,13	0,24
Мутность, ЕФМ	Не измеряли	2,2	97,6
№ раствора	1	2	3

Электропроводность дистиллированной воды – 0,05 мСм/см, раствора AgNO_3 - 0,66 мСм/см



КОНУС ТИНДАЛЯ



Рассеивание света- источник (фонарь)

**красные-длинноволновые,
зеленые-средневолновые**

Использовали призматические емкости от датчика мутности.

Получение наночастиц серебра восстановлением с помощью глюкозы. Изучение

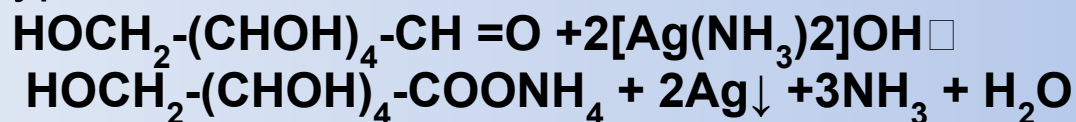
влияния концентрации нитрата серебра на стабильность коллоидного раствора.

В данной работе исследован процесс восстановления серебра в водных растворах глюкозы разной концентрации, в отсутствие какого-либо дополнительного стабилизатора.

К раствору (10 мл) нитрата серебра определенной концентрации (0,0001 М, 0,001 М, 0,0025 М и 0,005М) добавляли такой же объем раствора глюкозы 0,05 М. Доводили рН до 8-8,5 с помощью раствора аммиака. Затем обрабатывали смесь в микроволновой печи при мощности излучения 800. Время облучения подбирали экспериментально, проверяя содержимое через 1 минуту.

Оптимально – 3 минуты.

Процесс восстановления серебра можно выразить следующим уравнением



Концентрация раствора AgNO_3	0,0001 M	0,001 M	0,0025 M	0,005M
Объем	10 мл	10 мл	10 мл	10 мл
Концентрация раствора глюкозы	0,05 M	0,05 M	0,05 M	0,05 M
Объем	10 мл	10 мл	10 мл	10 мл
Цвет	Прозрачный желтый	Мутный коричневый	Мутный коричневый	Мутный серый
Седиментационная устойчивость	устойчив	Неустойчивы		

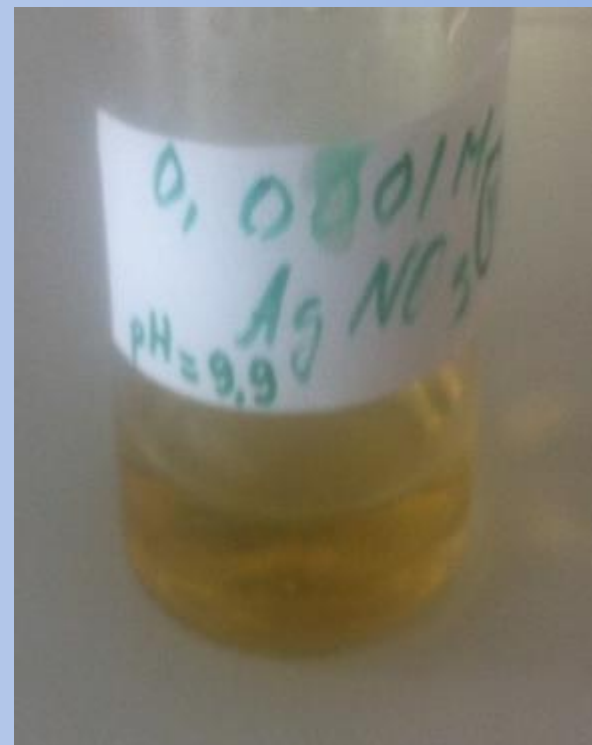
ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ



ПОСЛЕ ДОБАВЛЕНИЯ АММИАКА



ПОСЛЕ 3Х МИНУТ В МИКРОВОЛНОВКЕ



КОНУС ТИНДАЛЯ

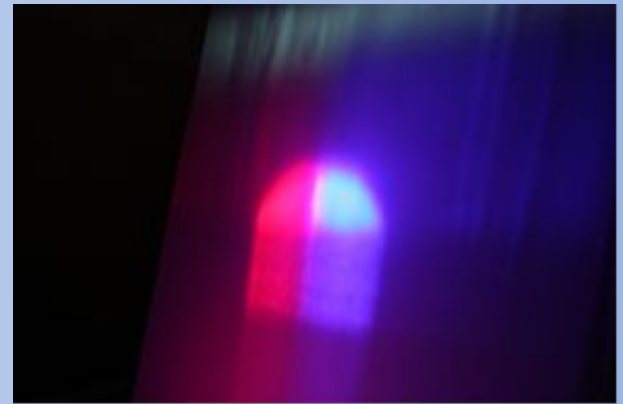
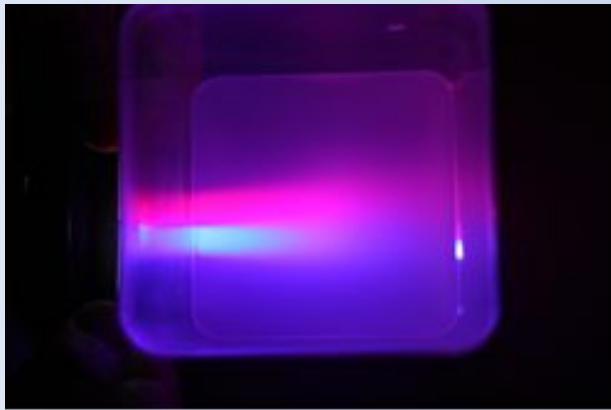


Определены оптимальные условия восстановления серебра: восстановитель – глюкоза; $C(\text{AgNO}_3) = 0,0001\text{M}$; $C(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6) = 0,05\text{M}$; $\text{pH} = 9,0$.

Для наблюдения эффекта Тиндаля:

- Необходимо приготовить различные источники направленного света.
- Для наблюдений явлений рассеяния света необходимо приготовить экран. Для получения чёткой картины эксперимента проводить наблюдения при затемнении или в вечернее время.
- Для фиксирования результатов эксперимента необходимо приготовить цифровой фотоаппарат.
- Фотоаппарат настроить на съёмку в затемнённом помещении.
- Мы использовали кюветы от датчика мутности.

Эффект Тиндаля



Доказательство различной длины волны красной и синей части спектра белого света.

Использованы светофильтры –красный, синий.

Определение оптической плотности растворов при помощи спектрофотометра.

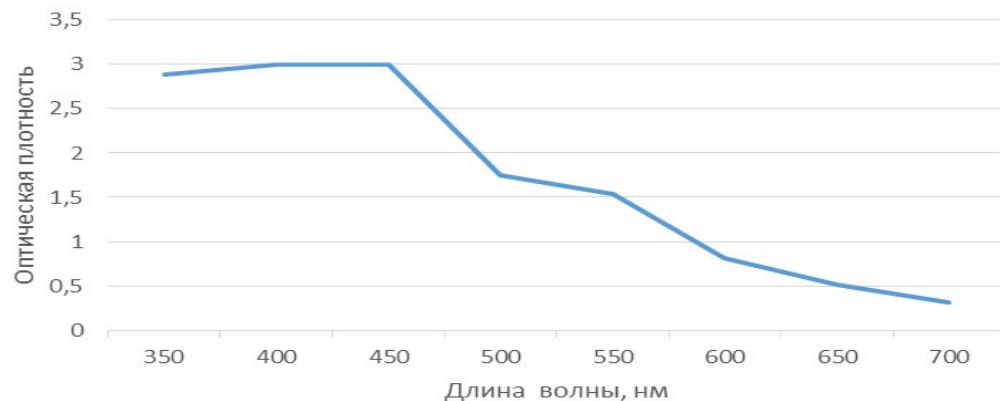
Оптические спектры поглощения гидрозолей серебра регистрировали при комнатной температуре в области 350-700 нм на спектрофотометре в кварцевой кювете, длина оптического слоя – 1 см.

Максимум поглощения наблюдается на длине волны $\lambda = 420$ нм. По литературным данным, это соответствует поглощению серебряных частиц размером несколько



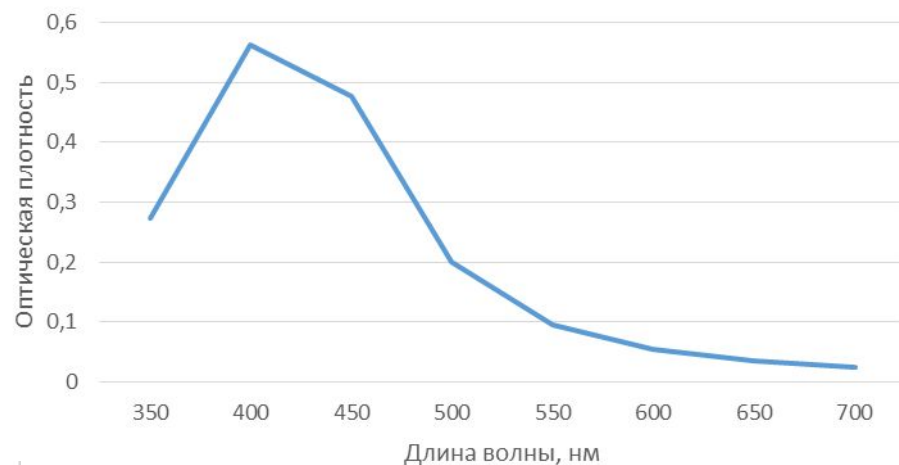
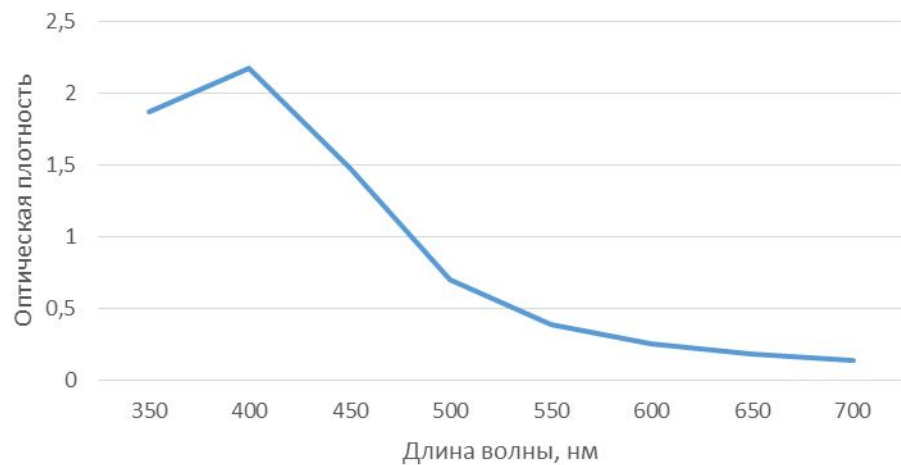
Очень долго пытались провести измерения с использованием компьютерной программы. К сожалению, в поставке такой программы нет. Делали все вручную.

Оптическая плотность



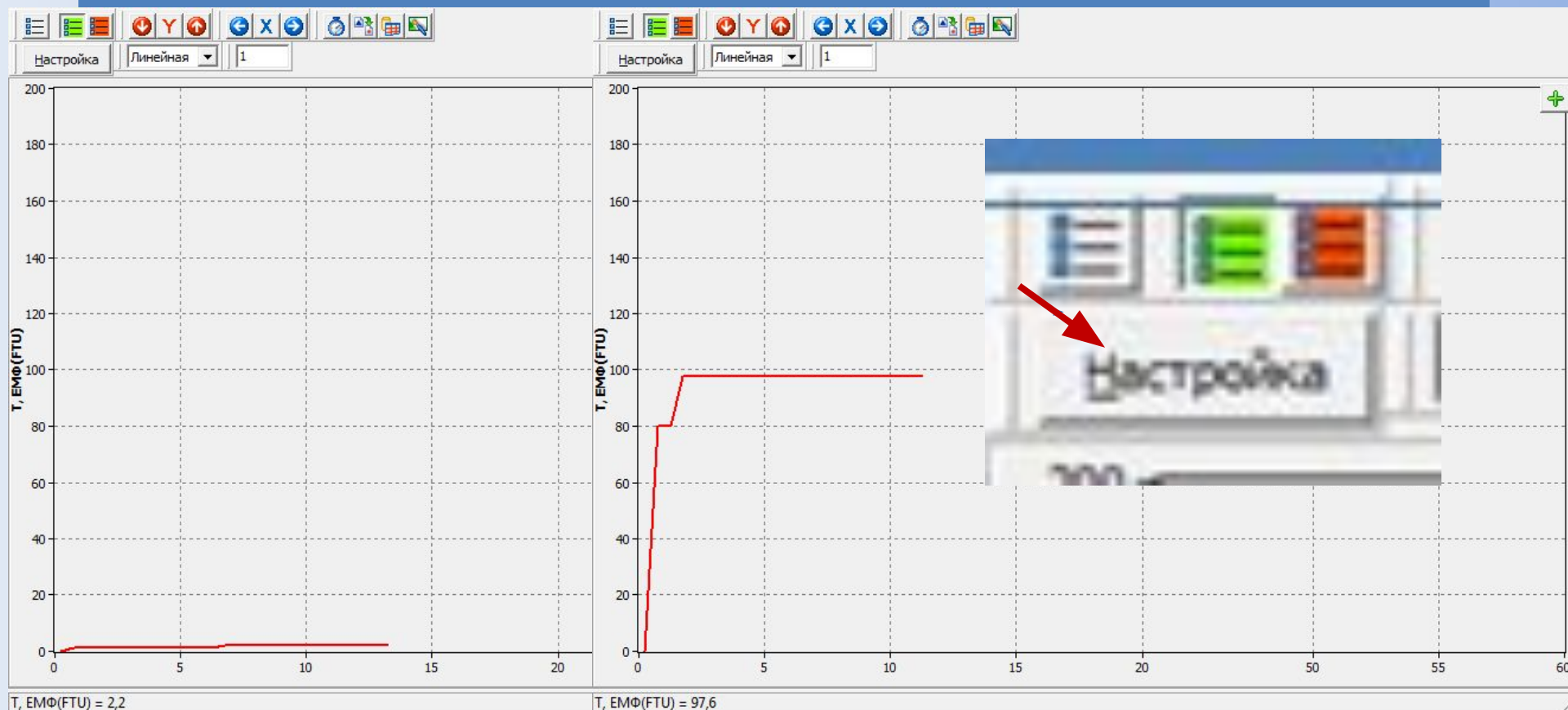
**Восстановление раствором танина
при pH=10**

**Восстановление раствором танина
при pH= 8,7**



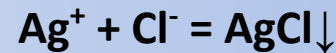
**Восстановление раствором глюкозы
при pH=9,0**

ПОКАЗАНИЯ ДАТЧИКА МУТНОСТИ В РАСТВОРАХ №2, №3

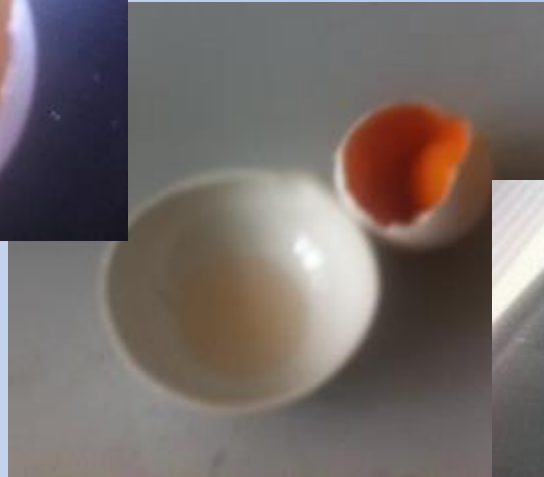


Сразу не получилась работа с датчиком мутности. Оказалось он требует настройки. Нажимать надо на саму надпись «Настройка» и ждать окончания.

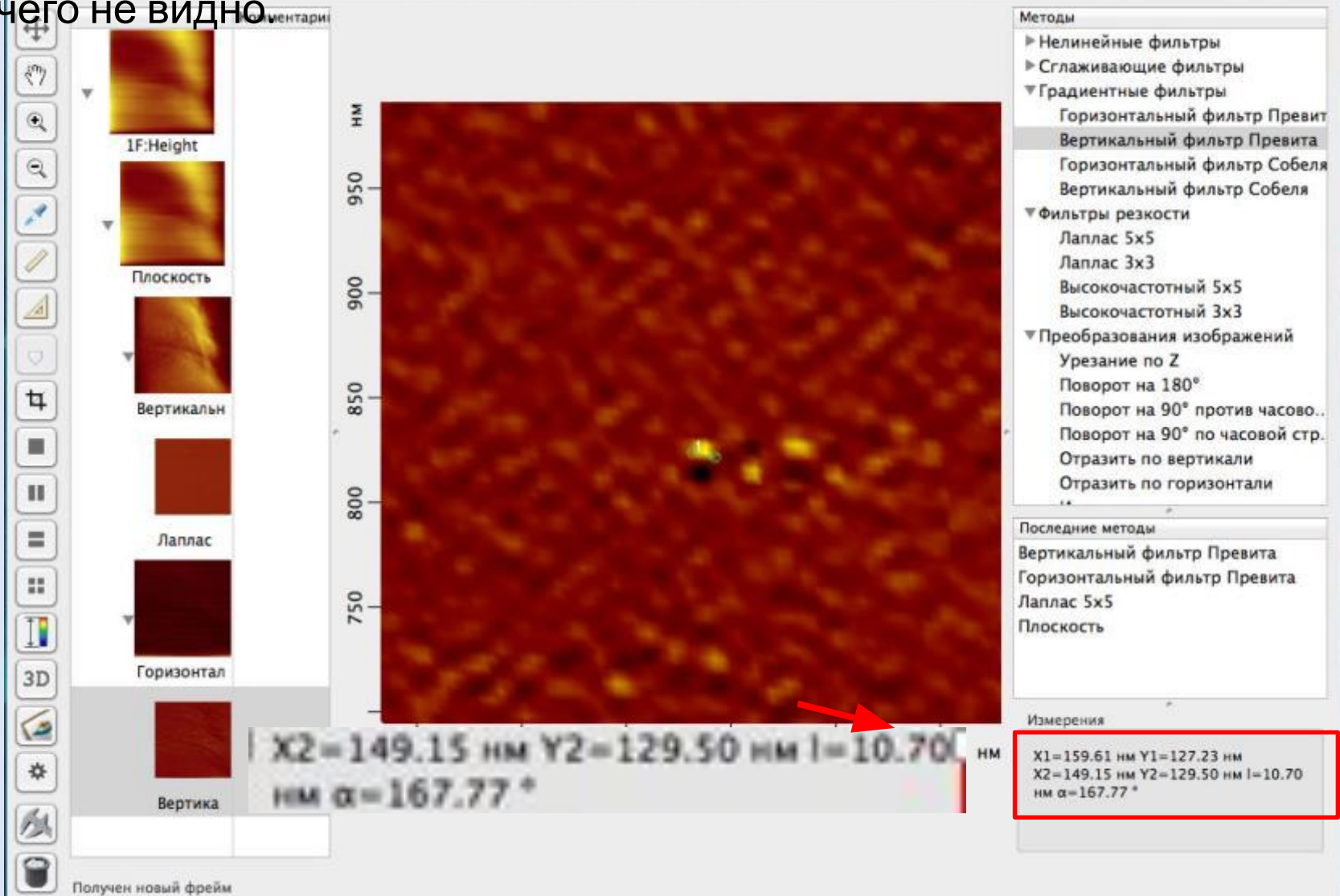
Мы попытались доказать, что получены именно наночастицы серебра. На центрифуге выделить их не удалось. В итоге профильтровали раствор через яичную скорлупу, которая не пропускает коллоидные частицы. Обработали осадок на скорлупе азотной кислотой, а затем добавили хлорид натрия. Образовался белый творожистый осадок, нерастворимый в избытке азотной кислоты.



Результат доказывает наличие серебра в исходном растворе.



была сделана удачная попытка посмотреть полученные образцы на АСМ. Данный снимок позволяет утверждать, что обнаруженные частицы имеют наноразмеры. Снимок последовательно обрабатывался: плоскость – вертикальный фильтр - фильтр резкости Лаплас 5*5. На исходном снимке ничего не видно.



АСМ работает с образцами на твердом носителе. Попытка получить частицы серебра центрифугированием не удалась. Воспользовались простым испарением раствора с поверхности CD-диска (хорошо режется ножницами).



Датчик АСМ



Твердый носитель



Центрифуга с образцами



Интерфейс АСМ

Выводы

- В ходе работы ознакомились с литературой по данной теме.
- Выбрали методики получения растворов коллоидного серебра, которые можно осуществить в школьной лаборатории.
- После проведенных исследований, было установлено, что эффективными восстановителями являются раствор таннина и глюкозы. («зеленые» восстановители).
- Определены оптимальные концентрации реагентов, условия проведения экспериментов.
- Изучены оптические и электрические свойства полученных растворов.
- Выполнение данной работы позволило совершенствовать приемы работы с оборудованием, поставщиком в рамках реализации «Курчатовского

Возможные направления продолжения работы над данной темой.

Продолжение серии опытов с формалином

Подбор стабилизаторов для полученных растворов

Продолжение серии опытов с препаратом «Аскорбиновая кислота с глюкозой»

Над проектом может работать целый класс!!!

Определение зависимости размеров наночастиц от способов и условий получения.
Фиксирование результатов при помощи АСМ

Длительное наблюдение за стабильностью растворов с использованием датчика мутности

Сравнение полученных растворов с медицинскими препаратами «Протаргол» и «Коларгол»

Исследование влияния коллоидного серебра на биологические препараты

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Воюцкий С.С. Курс коллоидной химии. – М.: Химия, 1975.
2. Конькова А.В. Коллоидные растворы: руководство к лабораторной работе. / А.В. Конькова – Северск: Изд-во СТИ НИЯУ МИФИ, 2010.
3. Агафонова Е.И. и др. Практикум по физической и коллоидной химии.– М.:Высшая школа, 1985.
4. Балезин С.А., Ерофеев Б.В., Подобаев Н.И. Основы физической и коллоидной химии. – М.: Просвещение, 1970.
5. Б.Г.Ершов Наночастицы металлов в водных растворах: электронные, оптические и каталитические свойства/Ершов Б.Г.//Журнал российского химического общества им. Д.И. Менделеева. – 2001. - Т. XLV, № 3.
6. Кузьмина Л.Н.Получение наночастиц серебра методом химического восстановления/Л.Н.Кузьмина, Н.С.Звиденцова, Л.В Колесников// Журнал Российского химического общества им. Д.И. Менделеева. – 2007. - Т. XXX, № 8.
7. Сергеев Б.М.. Получение наночастиц серебра в водных растворах полиакриловой кислоты/ Б.М.Сергеев, М..В. Кирюхин, А.Н.Прусов, В.Г Сергеев // Вестник Московского Университета. Серия 2. Химия – 1999. – Т.40, №2
8. Вегера, А.В. Синтез и физико-химические свойства наночастиц серебра/ А.В. Вегера, А.Д. Зимон// Московский государственный университет технологии и управления. – 2006
9. Шабанова, Н.А. Химия и технология нанодисперсных систем/ Н.А.Шабанова, В.В. Попов, П.Д.Саркизов. – М.:ИКЦ «Академкнига