



**Юго-Западный государственный университет
Кафедра нанотехнологий, общей и прикладной физики**

**Выпускная квалификационная работа на тему:
«Изучение зольей на основе железа и марганца,
полученных методом химической конденсации»**

Выполнил: студент 4 курса, группы НМ-516
Фролова Мария Викторовна

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук, доцент кафедры
НТО и ПФ
Шабанова Ирина Александровна

Цели и задачи

Актуальность изучения золей в настоящее время заключается в том, что они применяются в различных отраслях промышленности во всем мире. Аэрозольные препараты широко используют в медицине, ветеринарии и быту. Значимое место золи занимают в науке и нанотехнологиях. Их используют для получения оптических антикоррозийных покрытий, фотоматериалов, наноалмазов и др.

Объектом изучения проекта являются золи гидроксида железа(III), диоксида марганца, гексацианоферрата(II) железа(III) и гексацианоферрата(III) калия-железа(II).

Целью данного проекта является синтез золей методом химической конденсации и изучение их физико-химических свойств.

Задачами данного проекта являются:

- Изучить литературные источники по теме «Золи», их классификацию и свойства, методы получения, основные отрасли применения в промышленности и науке.
- Получить золи гидроксида железа(III), диоксида марганца, гексацианоферрата(III) калия-железа(II) и гексацианоферрата(II) железа(III) методом химической конденсации.
- Провести исследование физико-химических свойств синтезированных золей – коагуляции, стабилизации, оптических свойств, определения знака заряда частиц и электрокинетического потенциала.
- Провести анализ результатов исследования.

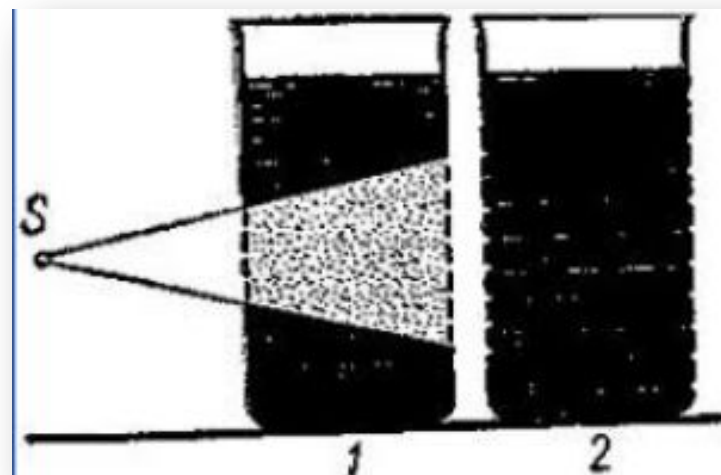
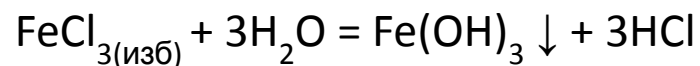
Получение золя гидроксида железа(III)

При облучении данного золя лазером красного цвета с длиной волны 670 нм наблюдается образование конуса Тиндаля.

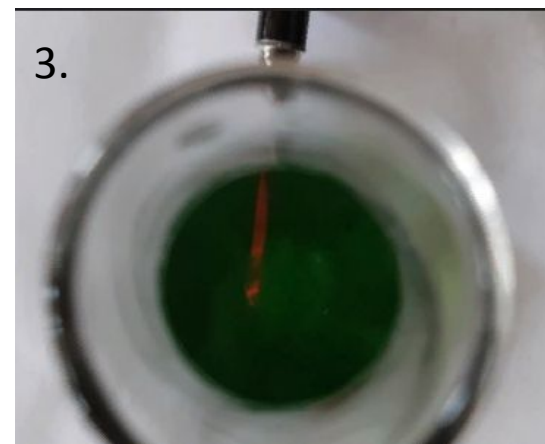
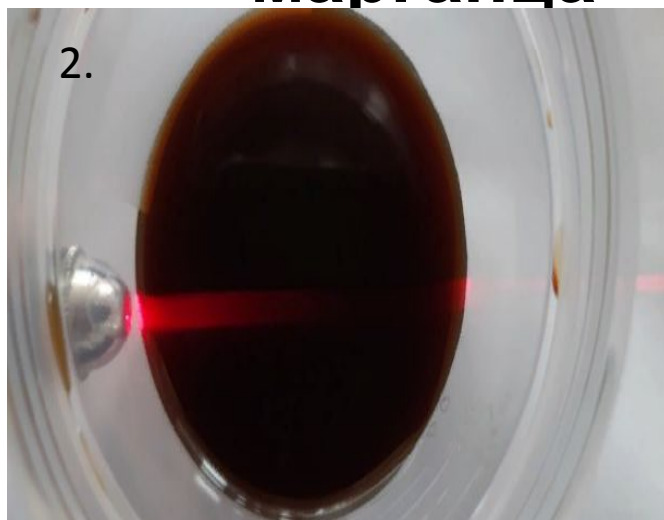


Образование конуса Тиндаля

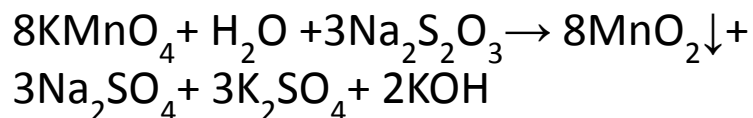
- 150 мл дистиллированной воды
- 5 мл концентрированного раствора FeCl_3 (получен путем растворения 50г сухого порошка $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в 50 мл дистиллированной воды)



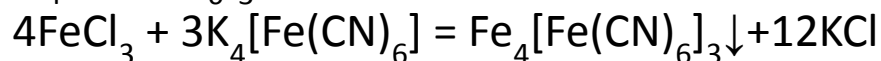
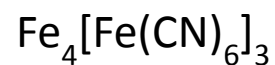
Получение золей гексацианоферрата(II) железа(III), гексацианоферрата(III) калия-железа(II) и диоксида марганца



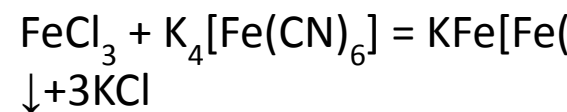
Образование конуса Тиндаля в поверхностном слое золя диоксида марганца MnO_2



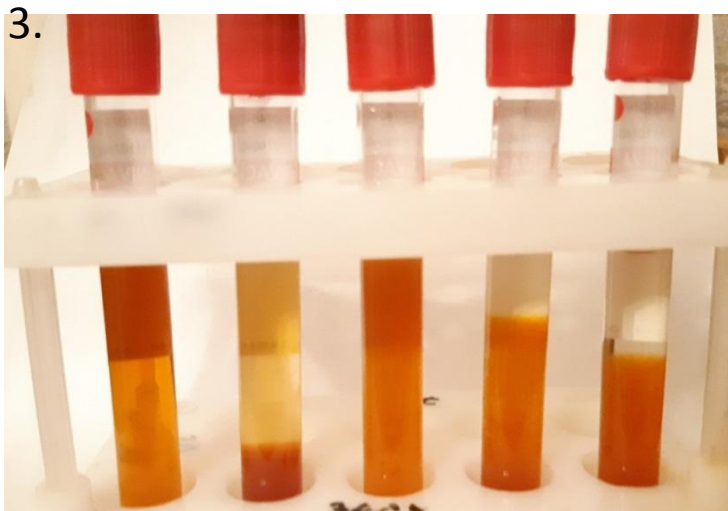
Образование конуса Тиндаля в поверхностном слое золя



Образование конуса Тиндаля в поверхностном слое золя $\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$



Коагуляция золя гидроксида железа(III)



BaCl_2 0,5н
раствор

Раствор

электролита – 0,05

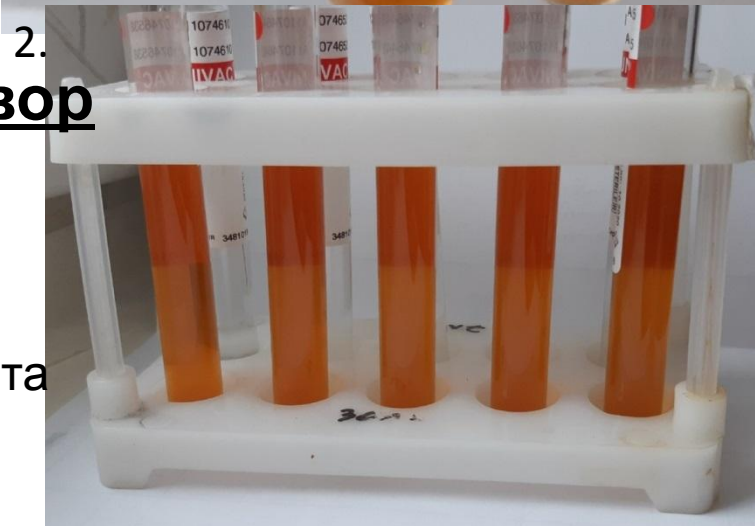
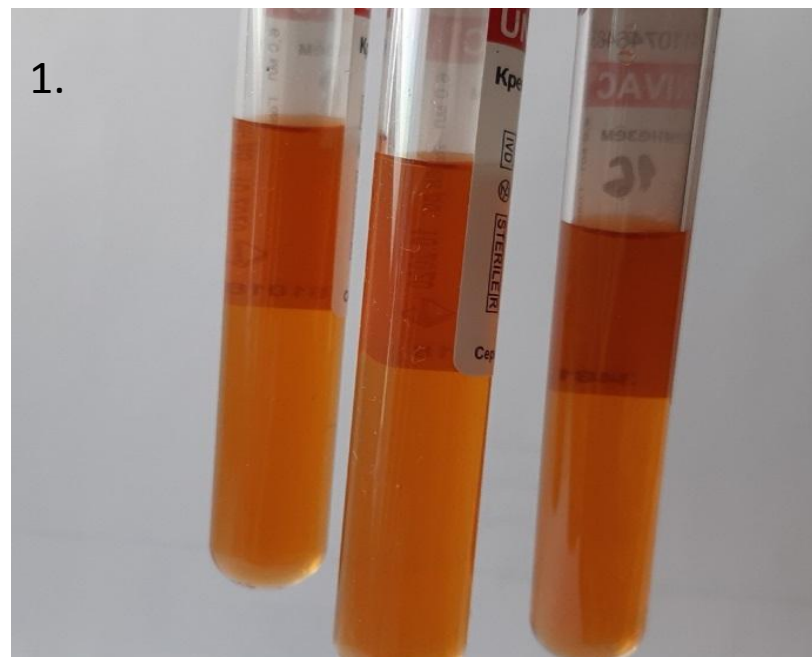
н K_2SO_4

KCl 0,5н раствор

При использовании раствора электролита KCl 0,5н коагуляция не

произошла

При использовании раствора BaCl_2 0,5н электролита наблюдалось слабое помутнения золя без выпадения осадка, что свидетельствует о незначительной коагуляции



Расчет порога коагуляции золя гидроксида железа(III)

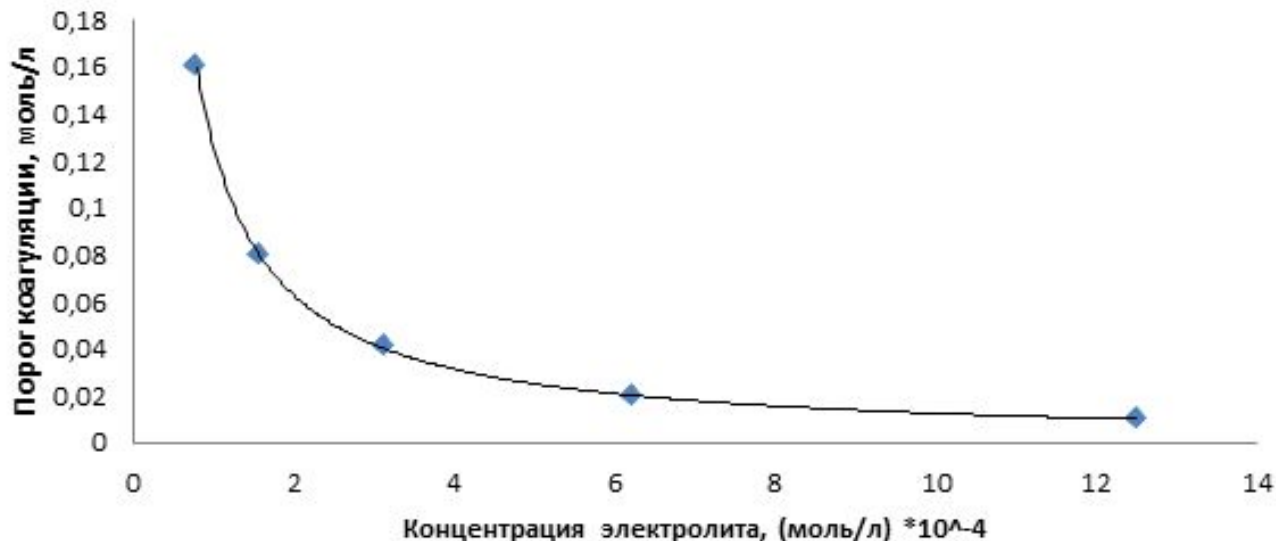
Результаты расчета порога коагуляции

$$C_{\text{пор}} = \frac{C_{\text{исх}}}{5x}$$

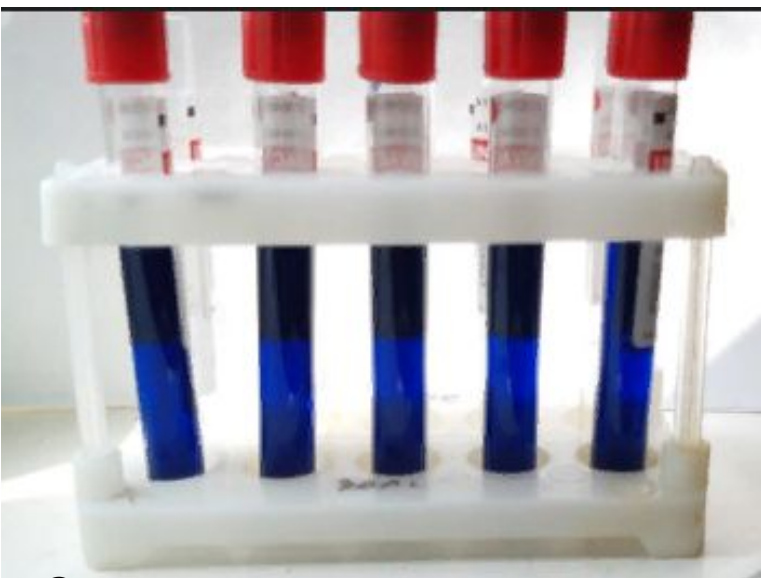
где $C_{\text{исх}}$ - исходная концентрация электролита, моль/л;
 x - максимальное разбавление раствора электролита, при котором наблюдается возникновение коагуляции.

Исходная концентрация электролита, моль/л	Разбавление электролита, x раз	Концентрация золя после разбавления, $\cdot 10^{-4}$, моль/л	Порог коагуляции, моль/л
0,025	2	12,50	0,01
0,025	4	6,25	0,02
0,025	8	3,13	0,04
0,025	16	1,56	0,08
0,025	32	0,78	0,16

Зависимость порога коагуляции золя от концентрации электролита

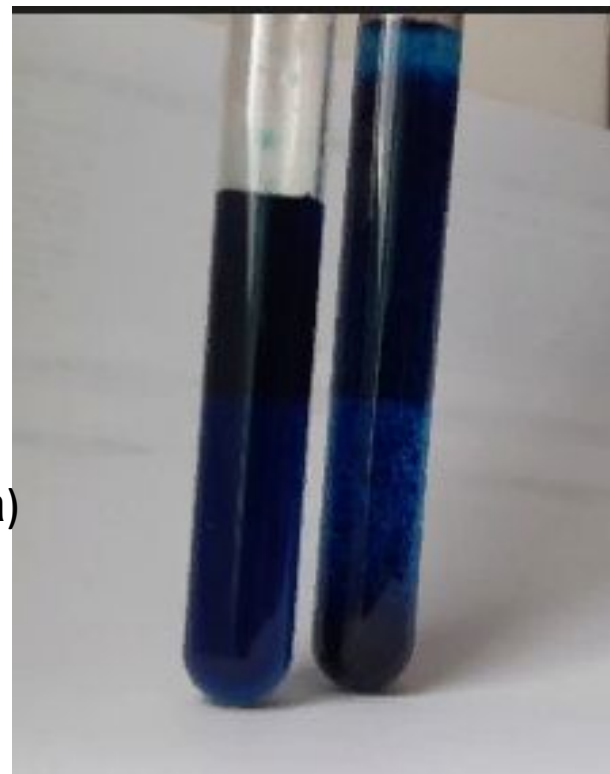


Коагуляция золя $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$



Использован
раствор
электролита 1М КСl

Возникновение
коагуляции золя
(справа) в
сравнении с
эталоном (слева)



Система золь-
электролит

Результат расчета порога коагуляции золя
 $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$

Исходная концентрация электролита, моль/л	Разбавление, х	Получаемая концентрация золя после разбавления, $\cdot 10^{-4}$, моль/л	Порог коагуляции, моль/л
1	2	500	0,4

Порог коагуляции золя $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ составляет 0,4 моль/л

Стабилизация золя гидроксида железа (III)

- *Раствор электролита – K_2SO_4 , концентрацией $1,56 \cdot 10^{-4}$ моль/л*
- *0,01% раствор желатина*
- *Дистиллированная вода*



Отсутствие коагуляции при добавлении стабилизатора в сравнении с эталоном

Расчет защитного числа золя гидроксида железа

•
$$S = \frac{C_{\text{ст}} * V_{\text{заш}}}{V},$$

где $C_{\text{ст}}$ – концентрация раствора стабилизатора, г/л; $V_{\text{заш}}$ – объем раствора стабилизатора, необходимый для предотвращения коагуляции золя, мл; V – объем золя, мл.

Результаты расчета защитного числа золя гидроксида железа(III)

Концентрация раствора стабилизатора, г/л	Объем раствора стабилизатора, мл	Объем золя, мл	Защитное число золя гидроксида железа, г/л
100	1,00	4	25,00
100	1,25	4	31,25
100	1,50	4	37,50
100	1,75	4	43,75
100	2,00	4	50,00

Расчет среднего радиуса частицы золей

Изучение оптической плотности золей проводилось на фотоэлектрическом колориметре КФК-2-УХЛ4.2

Для коллоидных растворов применим закон Рэлея:

$$2,3D = \tau x,$$

где τ - мутность золя,

x - ширина кюветки,

D – оптическая плотность золя

$$V = \frac{\tau \lambda^4}{C_v K},$$

$$\text{где } K = 24\pi^3 \cdot \left(\frac{n^2 - n_0^2}{n^2 - 2n_0^2} \right)^2$$

$$r = \sqrt[3]{\frac{3}{4\pi} V}$$



1.

Название золя	D	λ , нм	x, см	τ , м ⁻¹	V, нм ³	r, нм
Гидроксид железа (III)	0,7	540	0,5	322	27,38	1,87

Средний радиус частицы золя гидроксида железа (III) равен 1,87 нм

2.

Название золя	D	λ , нм	x, см	τ , м ⁻¹	V, нм ³	r, нм
Диоксид марганца	0,64	590	0,5	294,4	35,67	2,04

Средний радиус частицы золя диоксида марганца равен 2,04

Расчет среднего радиуса частицы золей

3.

Золь	D	λ , нм	x , см	τ , M^{-1}	V , $нм^3$	r ,нм	Среднее значение (радиус), нм	Абсолютная погрешность	Относительная погрешность
$Fe_4[Fe(CN)_6]_3$	1,5	490	0,5	690	39,78	2,12	1,94	0,18	0,09
	1,3	440		598	22,41	1,75			

Средний радиус частицы золя гексацианоферрата(II) железа(III) равен $1,94 \pm 0,09$ нм.

4.

Золь	D	λ , нм	x , см	τ , M^{-1}	V , $нм^3$	r ,нм	Среднее значение (радиус), нм	Абсолютная погрешность	Относительная погрешность
$KFe[Fe(CN)_6]$	0,90	440	0,5	414	15,52	1,55	1,43	0,05	0,08
	0,44	490		202	11,67	1,41			
	0,28	540		129	10,95	1,38			
	0,20	590		92	11,15	1,39			

Средний радиус частицы золя гексацианоферрата(III) калия-железа(II) равен $1,43 \pm 0,08$ нм.

Определение электрокинетического потенциала золя гидроксида железа(III) методом электрофореза

$$Z = \frac{U \cdot n}{\varepsilon \cdot \varepsilon_0 \cdot H} = \frac{h}{t} \cdot K \quad \text{где}$$

$$K = \frac{n \cdot l}{\varepsilon \varepsilon_0 E}$$

Z - величина электрокинетического потенциала, В;
 h - вязкость среды, для водных сред составляет 0,001 Н·с/м²;
 ε - диэлектрическая проницаемость среды, для водной среды равная 81 (безразмерная величина); ε_0 - электрическая константа (диэлектрическая проницаемость вакуума), равная $8,85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м;
 U – линейная скорость движения границы золь – боковая жидкость, м/с; H – напряженность электрического поля, В/м.

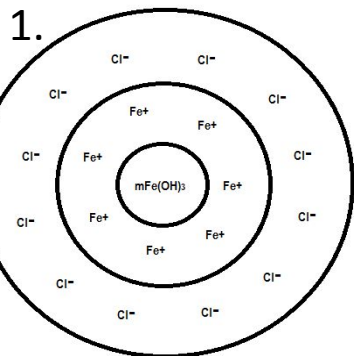
Время t	Расстояние h , см	Электрокинетический потенциал Z , мВ
4 мин 20 с	0,5	76,00
8 мин 15 с	1,0	80,00
11 мин 55 с	1,5	83,00
15 мин 50 с	2,0	83,00
19 мин 20 с	2,5	85,00
23 мин 5 с	3,0	86,00
	среднее значение	82,17

	Среднее значение	Абсолютная погрешность	Относительная погрешность
Электрокинетический потенциал Z , мВ	82,17	2,78	0,03

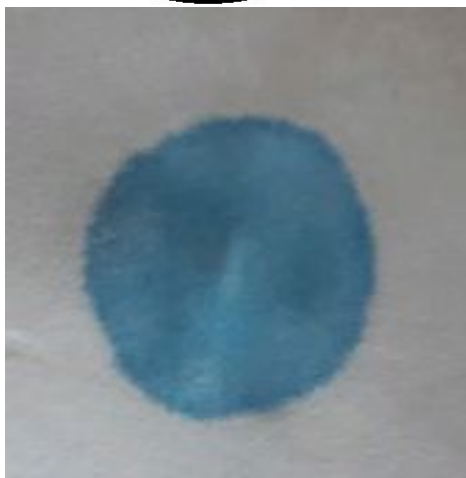
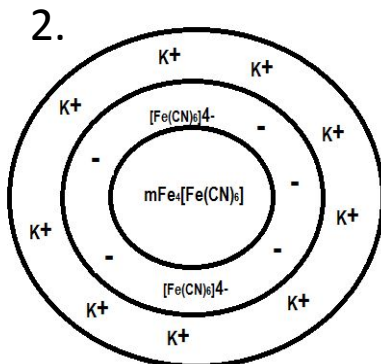
Таким образом, электрокинетический потенциал золя гидроксида железа (III) составляет $82,17 \pm 0,03$ мВ.

Знак заряда частиц

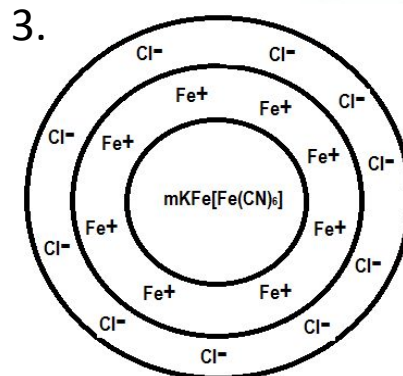
Для определения знака заряда частиц золя был использован метод капиллярного анализа.



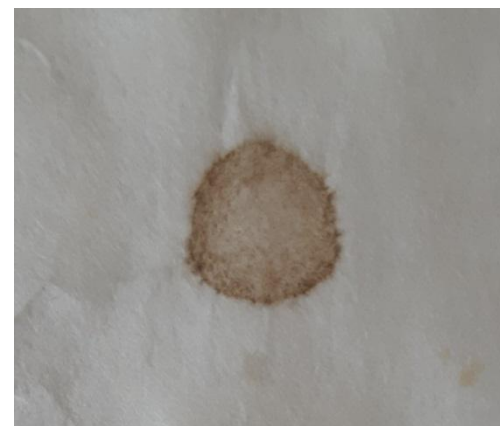
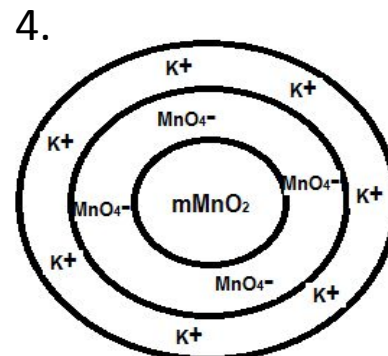
Частицы полученного золя гидроксида железа (III) имеют положительный заряд



Частицы полученного золя $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ имеют отрицательный заряд



Частицы полученного золя $\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ имеют положительный заряд



Частицы полученного золя диоксида марганца имеют отрицательный заряд.

Заключение

В рамках выполнения выпускной квалификационной работы были изучены труды отечественных и зарубежных ученых, на основе которых было проведено теоретическое исследование коллоидных растворов.

Получены золи гидроксида железа(III), диоксида марганца, гексацианоферрата(III) калия-железа(II) и гексацианоферрата(II) железа(III) методом химической конденсации.

Проведено исследование физико-химических свойств синтезированных золь – коагуляции, стабилизации, оптических свойств, определения знака заряда частиц и электрокинетического потенциала.

Основные результаты опубликованы в следующих изданиях:

1. Фролова, М.В. , Изучение коагуляции золя гидроксида железа(III) Наука молодых - будущее России: сборник научных статей 3-й Международной научной конференции перспективных разработок молодых ученых (11-12 декабря 2018 года), в 6-х томах, Том 5. Юго-Западный гос. ун-т., Курск: ЗАО Университетская книга 2018. – С.286-288.

2. Фролова, М.В., Изучение свойств золя гидроксида железа(III), Молодежь и наука: шаг к успеху: сборник научных статей 3-й Всероссийской научной конференции перспективных разработок молодых ученых (21-22 марта 2019 года), в 5-х томах, Том 4, Юго-Зап. гос. ун-т., Курск: Из-во ЗАО «Университетская книга», 2019. – С.236-239.

**Спасибо за
внимание!**