

Szolok előállítására és vizsgálata

Szoloknak nevezzük a kolloid diszperz rendszerek közül azokat, amelyekben a folyékony közeg szubmikroszkópos méretű részecskéket tartalmaz diszpergált állapotban.

A szolok előállítása történhet kondenzációs módszerrel, amikor is amikroszkópos diszperz rendszerből indulunk ki és a túltelítettségi állapot létrehozásával készítjük a molekulákat, illetve ionokat kondenzálásra. A kondenzálás megindulásához szükséges túltelített rendszert előállíthatjuk a telített oldat hőmérsékletének olyan irányú megváltoztatásával, amely az oldott anyag oldékonyságának csökkenésével jár, vagy oldószerkicszereléssel /WEIMARN-féle módszer/, továbbá kémiai reakciókkal /16/.

Oldószerkicszereléses eljárással lehet pl. kénszolt előállítani úgy, hogy a kén alkoholban oldjuk és ezt az oldatot vízzel elegyítve a kén kicsapódik. Nagy diszperzításfokú, stabilis szolok előállítására leggyakrabban kémiai módszereket alkalmazunk. Termikus, vagy fényhatásra bekövetkező disszociáció folytán fémorganikus vegyületekből fém- vagy fémoxid szolok keletkeznek, redukcióval szintén fémszolokat /különböző diszperzításfokú és színű arany-ezüst-rézszolokat/ lehet előállítani, redukálószerként alkohol, formalin, hidrazin, csersav, stb. szolgálhat. Cserebomlással állíthatók elő ezüst-haloid-, szulfid-, cianid-szolok, hidrolízissel pedig a három vagy magasabb értékű fémek hidroxidjainak szoljait szoktuk előállítani /pl. vas(III)-hidroxid-, alumínium-hidroxid szol, stb./. Oxidációval pl. kénszolt állítható elő kénhidrogén és kéndioxid kölcsönhatásakor.

A keletkezett rendszer diszperzításfokát a gócok keletkezésének és a gócok növekedésének sebesség-viszonya, valamint a már keletkezett részecskék aggregálódásának sebessége szabja meg. A góckeletkezés sebessége folyékony közegben arányos a relatív túltelítettséggel /WEIMARN/, továbbá függ a hőmérséklettől, esetleg a keverés módjától, valamint sebességétől. A gócek

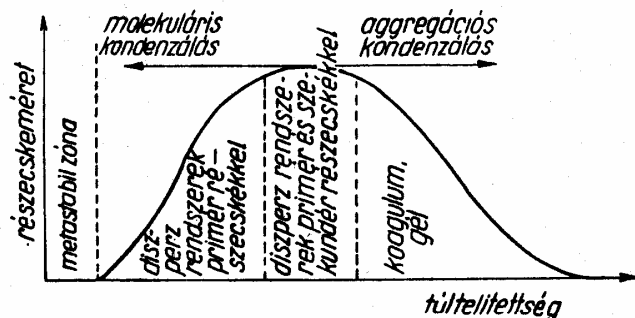
növekedésének sebessége függ a túltelítettség fokától, a kondenzálódó komponens diffúziósebességétől és a részecskék felületén létrejövő diffúzió réteg vastagságától.

A góckeletkezést és a növekedést, valamint a szol állandóságát megfelelő segédanyagokkal elősegíthetjük vagy gátolhatjuk. A stabilizátorok hatásának az a lényege, hogy a részecskék és a diszperziós közeg határán megfelelő szerkezetű, a kontinuitást biztosító, a koagulálást gátló adszorpciós réteget képeznek. Elektrolitokkal történő stabilizálás esetén az ionok vegyértékétől és hidratáltságától függően, adott vastagságú elektromos kettősréteg és adott felületi töltés mellett, megfelelő zeta-potenciál értéknél a részecskék közötti taszítóerő megakadályozza a koagulálást. Amfipatikus molekulák /aszociáció kolloidok/ a részecskék felületén irányítottan adszorbeálódva fejthetnek ki stabilizáló hatást, ionos tenzidek esetén ehhez járul még az elektromos kettősréteg által kifejtett stabilizáló hatás is. Makromolekulák megfelelő alkalmazása esetén ún. védőhatás lép fel úgy, hogy a makromolekulák adszorbeálódva a szolrészecskéket liofil burokkal látják el /17/.

A felsorolt anyagok alkalmasak arra is, hogy stabilitást csökkentő, ún. destabilizáló hatást fejtsenek ki. Elektrolitok, valamint ionos jellegű tenzidek koaguláltató hatása a zeta-potenciál, ill. a nedvesedés csökkenésén alapul. Makromolekulák közül elsősorban a részecskékkel ellentétes töltésű polielektrolitok koaguláltatnak, de igen erős hatást fejthetnek ki megfelelően megválasztott nem-polielektrolit jellegű makromolekulák is. Megállapították, hogy míg az elektrolitok kis koncentrációban alkalmazva stabilizáló, nagyobb koncentrációban destabilizáló hatást fejtenek ki, addig a makromolekulák hatása éppen fordított, tehát igen kis relatív mennyiség esetén destabilizálnak /flokulálás/. Ezt azzal magyarázhatjuk, hogy a makromolekulák hídszerűen összekapcsolják a részecskéket. Az ipar legkülönbözőbb ágaiban fontos mindezek alkalmazása, mert az előforduló diszperzióktól vagy nagy stabilitást kívánnak meg, vagy éppen megszüntetésük kívánatos.

Kondenzálással létrehozott rendszerek részecskéinek mérete maximumgörbe szerint változik a túltelítettség fokával /WEIMARN I. szabály/.

Szemléletesen mutatja a 9. ábra, hogy meghatározott túltelítettségig nem keletkeznek góccok /metastabil zóna/, növelve a koncentrációt egymástól független részecskék észlelhetők /molekuláris kondenzálás zónája/, az aggregációs kondenzálás zónájában viszont a részecskék aggregált állapotban vannak.



9. ábra. A kondenzáció zónái

A legdurvább részecskék a két utóbbi zóna határán keletkeznek. Azonos abszolút túltelítettségi fok mellett pedig a részecskeméret annál kisebb, minél kisebb az oldékonyság.

Az elmondottak értelmében kondenzálással - a koncentrációtól és oldékonysági viszonyoktól függően - bármely anyag tetzésé szerinti diszperzításfokú rendszere - tehát szolja is - előállítható. Mivel a szolok igen kis oldékonyságú anyagokból keletkeznek híg kiindulási oldatok reagálásakor, a koncentráció viszonyokat, a redukálószer, stabilizátor mennyiségét és egyéb feltételeket /hőmérséklet, melegítés időtartama, stb./ pontosan be kell tartani ahhoz, hogy valóban nagy diszperzításfokú, stabilis szolokat kapjunk.

A szolok előállításának másik módja a diszpergálás. Minden diszperziós folyamat két részfolyamatra bontható: az aprítás és a diszperzióközegben történő szétosztás. Szoloknak diszpergá-

lás útján történő előállítására gyakorlatilag két módszer használható: az elektromos diszpergálás /BREDIG-féle fém-szol előállítás ivfényvel/ és a peptizáció /a szokásos nedves őrlési eljárások csak akkor vezethetnek szolkeletkezéshez, ha az őrlendő anyagban a kolloid részecskék preformálva vannak/. A peptizáció olyan dezaggregálási folyamat, amelyben a szubmikroszkópos méretű részecskékből álló koherens rendszer - lio- vagy xerogél - segédanyag, ún. peptizátor jelenlétében vagy anélkül diszpergálunk. A peptizáció tehát gél-szol átalakulás, az aggregáció, ill. koagulálás ellentétes folyamata.

Peptizátor jelenlétében végbemenő adszorpció és diszszolúciós peptizálásnál a peptizátor hatása adszorpcióra vezethető vissza. Adszorpció peptizálásnál a peptizátor fizikai adszorpció útján fejt ki hatását, diszszolúciós peptizálásnál a peptizátor és a gél közötti kémiai reakció következtében keletkezett vegyület adszorbeálódik a gélrészecskék felületén. A hatás lényege mindkét esetben az, hogy kontinuu átmenetet biztosító határréteg alakul ki, az adhéziós erők csökkennek és a szubmikroszkópos részecskék a koherens rendszer kötelékéből kiszabadulva, szolt képeznek. Peptizátorként elsősorban elektrolitok, esetleg amfipatikus molekulájú vegyületek, bizonyos esetekben makromolekulák alkalmazhatók.

A peptizálási folyamatok vizsgálatokor számos olyan tényezőt is figyelembe kell vennünk, melyek a molekuláris oldékonyság meghatározásakor nem játszanak szerepet. A dezaggregálódással keletkező szol töménysége függ a gél és a peptizátor minőségétől ill. töménységétől. E paraméterek ezabják meg ugyan is a peptizátor fajlagos adszorpcióját és ezáltal az elektrokinetikus potenciált.

A peptizátor koncentrációjával a peptizáló hatás - melynek jellemzésére általában a keletkező szol töménységét adjuk meg - maximumgörbe szerint változik / l -c függvény/. Állandó peptizátor koncentráció mellett pedig a keletkező szol töménysége függ a peptizálandó gél viszonylagos mennyiségétől és általában szintén maximumgörbe szerint változik / l -m függvény; WO. OSTWALD-BUZÁGH-féle üledékszabály/.

A peptizálhatóság függ a gél szerkezetétől, korától /öregebb gél a belső állapotváltozások miatt kevésbé peptizálható/, a részecskék liofilizációjától. Az aggregátumok szétesése időben végbemenő folyamat, amelyet mechanikai hatás /rázás/ és a hőmérséklet növelése gyorsít. Ezért a vizsgálatoknál biztosítani kell az állandó hőmérsékletet és peptizációs időt, továbbá a konstans mechanikai hatást. E tényezők állandó értéken tartásának különösen akkor van jelentősége, ha nem várjuk be a peptizációs egyensúly beállítását /amelyhez több nap is szükséges lehet, de ez az egyensúly természetesen ilyen esetben sem termodinamikai egyensúlyt jelent/.

A keletkezett szol minden esetben polidiszperz, s így töménysége attól függ, hogy milyen módszerrel választjuk el az üledéktől. Centrifugálás esetén a fordulatszámot és a centrifugálás idejét azonos értéken kell tartani.

16. feladat

A leválasztás körülményeinek befolyása cserebomlással előállított bárium-szulfát morfológiájára

Eszközök: 2 db egyforma 50 cm³-es választótölcsér, 1 db 10 cm³-es mérőpipetta, 2 db 100 cm³-es főzőpohár, 1 db 100 cm³-es mérőlombik, bothőmérő, kb. 1000-szeres nagyítású mikroszkóp.

Anyagok: 1 mol bárium-klorid-, 1 mol kén-sav; 0,1 mol nátrium-szulfát- és 0,1 mol bárium-nitrát-oldat.

Útmutatás:

a/ A reagens-oldatok töménységének befolyása.

Két választótölcséért fogjunk be úgy BUNSEN-állványba, hogy száruk egymással derékszöveget zárjon be. Pipetázzunk az egyikbe 10 cm³ 1 mol bárium-kloridot, a másikba 10 cm³ 1 mol kén-sav-oldatot. Csergassuk az oldatokat pohárba úgy, hogy azok egyenlő sebességgel már a levegőben keveredjenek össze. Ezt úgy érhetjük el, hogy az oldatok betöltése után a választótölcsérek dugóit visszahelyezzük a nyílásokba, s csak a csapok teljes kinyitása után vesszük ki azokat helyükről.

A keletkezett szuszpenziót keverjük fel, egy cseppjét nözzük meg mikroszkóp alatt. Ismételjük meg a kísérletet 0,1; 0,01 és 0,001 mol oldatokkal és hasonlítsuk össze a rendszereket. Megállapíthatjuk, hogy az oldatok koncentrációjától függően, különböző alakú és diszperzitásfokú bárium-szulfát részecskék keletkeznek.

b/ Az elegyítés módjának és sebességének befolyása.

Öntsük 0,01 mol kén-sav- és bárium-klorid-oldat 10-10 cm³-ét egy-egy pohárba. Először a kén-savat öntsük a bárium-kloridhoz, másodszer a bárium-kloridot a kén-savhoz. Végezzük el a leválasztást gyors és lassú elegyítéssel, és figyeljük meg a különböző módon előállított csapadékokat mikroszkóppal. Hasonlítsuk össze a tölcésrés módszerrel leválasztott, azonos töménységű reagenssel nyert csapadék morfológiájával.

c/ A hőmérséklet befolyása.

Végezzük el a leválasztást az a/ pontban leírt módszerrel 20 és 50°C-on 0,01 és 0,002 mol kén-sav- és bárium-klorid oldattal és vizsgáljuk meg a csapadékokat.

d/ Mellékionok befolyása.

10 cm³ 0,1 mol nátrium-szulfáthoz kevergetés közben öntsünk 10 cm³ 0,01 mol bárium-kloridot;

10 cm³ 0,1 mol bárium-nitráthoz kevergetés közben öntsünk 10 cm³ 0,01 mol nátrium-szulfátot.

Mikroszkópos vizsgálattal megállapíthatjuk, hogy mindkét esetben jellegzetes, az eddigiektől eltérő alakú bárium-szulfát csapadékot nyerünk.

Ezüstszolok előállítása

1/ 50 cm³ desztillált vízhez 1 cm³ 0,1 mol ezüstnitrát-oldatot, 1 cm³ 0,1 mol nátrium-karbonát oldatot és 2 cm³ 0,5 %-os szőlőcukor oldatot elegyítünk, majd felforraljuk. Sárga színű szol keletkezik.

2/ 50 cm³ desztillált vízhez 1 cm³ 0,1 mol ezüstnitrát-oldatot, 1 cm³ 0,1 mol nátrium-karbonát oldatot elegyítünk, majd forralás közben 0,5 cm³ 40 %-os formaldehidet csepegtetünk hozzá. Áteső fényben barnássárga, ráeső fényben a szol szürke.

3/ 50 cm³ desztillált vízhez 1 cm³ 0,1 mol ezüstnitrát-oldatot és 1 cm³ 0,1 mol nátrium-karbonát oldatot elegyítünk, majd forralás közben részletekben 2 cm³ 1 %-os tannint adagolunk hozzá. Sárgásbarna színű szol keletkezik.

4/ 50 cm³ desztillált vízhez 1 cm³ 0,1 mol ezüstnitrát-oldatot és 1 cm³ 0,1 mol nátrium-karbonát oldatot és 1 csepp hidrazint elegyítünk. Áteső fényben barnásvörös, ráeső fényben szürke szol keletkezik.

5/ 50 cm³ desztillált vízhez 1 cm³ 0,1 mol ezüstnitrát-oldatot és 2 csepp 1 %-os hidroxilamin oldatot elegyítünk. Áteső fényben lila, ráeső fényben zavaros, szürkésfehér szol keletkezik.

Rézszol előállítása gumiarabikum jelenlétében

2 cm³ 1 %-os rézeszulfát oldathoz 2 cm³ 5 %-os ammóniát és 2 cm³ 0,4 %-os gumiarabikum oldatot, 100 cm³ desztillált vizet és 1-2 csepp hidrazin-hidrátot elegyítünk. Az elegyet enyhén melegítjük, 5-10 perc múlva megzöldül és a szín néhány perc alatt smaragdzöldön át koromfekete lesz, majd egy pillanat alatt mélyvörösre változik. A szol színe másnapra megzöldül, egy csepp hidrazin-hidráttal hatására azonban ismét előáll a vörös szín, ha melegítjük. A szol 3-4 cm³-ét kémcsövekben levegővel összerázva elezintelenedik /alig látható zöld lesz/, melegítve ismét vörös színűvé válik. Ez a folyamat többször megismételhető.