

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ**

**УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ**

**«САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ ПРОМЫШЛЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ДИЗАЙНА»**

-----  
**ВЫСШАЯ ШКОЛА ТЕХНОЛОГИИ И ЭНЕРГЕТИКИ**

# **ОСНОВЫ ХИМИИ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ**

**Теоретические основы и методики выполнения  
анализа**

**Методические указания по курсовой работе**

**для студентов заочной формы обучения**

**Направление 18.03.01.«Химическая технология»**

**Санкт-Петербург**

**2020**

УДК 54-16.

ОСНОВЫ ХИМИИ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ. Теоретические основы и методики выполнения анализа: методические указания по курсовой работе для студентов заочной формы обучения / сост. А.Р. Иванов.—ВШТЭ – СПбГУПТД, 2020. — 19 с.

Методические указания предназначены для проведения курсовой работы по дисциплине «Основы химии твердых веществ». Включаются обзор лабораторных методик, связанных с синтезом силикатных сорбентов и подготовкой их к анализу, определение некоторых физико-химических параметров этих твердых веществ, отражающих свойства поверхности, с целью применения в конкретных условиях эксперимента и в химической технологии. Предназначены для студентов заочной формы обучения по направлению 18.03.01. «Химическая технология».

Подготовлены и рекомендованы кафедрой общей и неорганической химии ВШТЭ СПбГУПТД. Утверждены методической комиссией Института технологии Высшей школы технологии и энергетики.

© Иванов А.Р., 2020

© Высшая школа технологии и энергетики СПбГУПТД, 2020

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
1.Химические основы технологий твердых веществ и сорбентов.....	5
2. Основы современных методов синтеза силикагеля.....	5
2.1. Золь-гель метод.....	6
2.2. Синтез высокоупорядоченных силикагелей .....	7
2.3. Лабораторная работа №1. Синтез силикатного сорбента темплатным способом .....	8
3. Свойства поверхности твердого тела .....	8
3.1.Лабораторная работа №2. Определение кислотно-основных свойств поверхности сорбентов фотометрическим методом с применением индикаторов.....	10
4. Практическая работа. Изучение влияния магнитного поля на распределение кислотно-основных центров адсорбции на поверхности силикагеля.....	14
Техника безопасности и основные правила работы в химической лаборатории.....	15

## ВВЕДЕНИЕ

Технологии синтеза твердых веществ и сорбентов в различных химических отраслях занимают важное место, обеспечивая необходимый уровень автоматизации, качества продукции, эффективности процесса в целом.

В курсе «Основы химии твердых веществ» предусматривается исключительно интерактивная форма учебно-воспитательного процесса, связанного с выполнением индивидуальной курсовой работы. В связи с большим разнообразием химических процессов в химической технологии перечень тематик курсовых работ представляется с ограничением по доступному оборудованию.

Темы работ могут быть расширены и конкретизированы с учетом предпочтений студентов и выпускающей кафедры.

Интерактивная форма проведения занятий в лаборатории с профессиональной эксплуатацией существующего современного оборудования и приборов в соответствии с направлением и профилем подготовки формирует соответствующие компетенции (ПК-1, ПК-4, ПК-9, ПК-16) общепрофессионального, производственно-технологического и научно-исследовательского направлений деятельности при высоком общекультурном статусе (ОК-2).

Выполнение курсовой работы студентом способствует развитию творческой мысли с мотивацией профессионального роста и умением грамотно выражать свои мысли устно и письменно.

Методические указания предназначены для студентов ВШТЭ СПбГУПТД., занимающихся по направлению 18.03.01. «Химическая технология».

## 1. Химические основы технологии твердых веществ и сорбентов

Реакционная способность твердых веществ, на поверхности которых наблюдаются адсорбционные эффекты, определяется ее физико-химическими свойствами. Различают два основных типа адсорбции – физическую и химическую. В курсе коллоидной химии подробно изучают физическую сорбцию (капиллярную конденсацию), а также зависимость адсорбционных эффектов от температуры и давления.

В настоящих методических указаниях рассматривается адсорбция с точки зрения химии твердого тела, в основе которой лежат представления о том, что реальная поверхность твердого вещества химически неоднородна. Обрыв периодичности кристаллической решетки приводит к активации координационной сферы поверхностных атомов и гибридизации связей, к изменению эффективных зарядов, межатомных углов и расстояний, порядка расположения атомов на поверхности. Неоднородность поверхности определяет ее химические свойства, конкретизируя при этом спектр активных поверхностных центров, в качестве которых могут выступать как поверхностные атомы решетки с более или менее связанным электроном, так и поверхностные функциональные группы, образовавшиеся при взаимодействии с молекулами из окружающей среды. Состав и реакционная способность поверхности твердого вещества зависят от природы вещества, способа его получения, от содержания примесей, от условий хранения, степени гидратации и т.п.

## 2. Основы современных методов синтеза силикагеля

Силикагели — адсорбенты, обладающие развитой пористой структурой, широко применяются в промышленности и вызывают большой интерес у исследователей в связи с возможностью контролировать их структуру во время синтеза в зависимости от условий его проведения. Силикагели обладают высокой адсорбционной способностью, избирательностью адсорбционного действия, способностью подвергаться многократной регенерации без потери адсорбционной активности.

Технология получения силикагеля — это золь-гель процесс, включающий следующие стадии: получение золя кремниевой кислоты, гелеобразование и сушку. При этом условия проведения каждой из стадий процесса оказывают влияние на пористую структуру конечного продукта.

Промышленное производство силикагеля основано на осаждении аморфного

кремнезема из силикатов щелочных металлов минеральными кислотами ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ). Силикагели также выделяют из концентрированных золей коллоидного кремнезема взаимодействием щелочного силиката с солью аммония. Наиболее чистый силикагель может быть получен гидролизом соединений кремния ( $\text{SiCl}_4$ , алкоксидов кремния).

## 2.1. Золь-гель метод

Золь-гель метод (гидролитическая поликонденсация) – это метод получения материалов, включающий получение золя с последующим переводом его в гель, т. е. в коллоидную систему. Основное преимущество золь-гель метода заключается в высокой степени гомогенизации компонентов реакции, что достигается благодаря растворению исходных веществ в растворе.

Сущность метода заключается в следующем. Гель, отмытый от солей дистиллированной или подкисленной водой, сушат определенное время при комнатной температуре или при  $100^\circ\text{C}$ . Студни, приготовленные выпариванием водных золей, сушат при температуре  $80\text{--}100^\circ\text{C}$  и затем  $180\text{--}200^\circ\text{C}$ . На рис. 1 представлена основа золь-гель метода - схема перехода истинного раствора в золь и далее в гель.

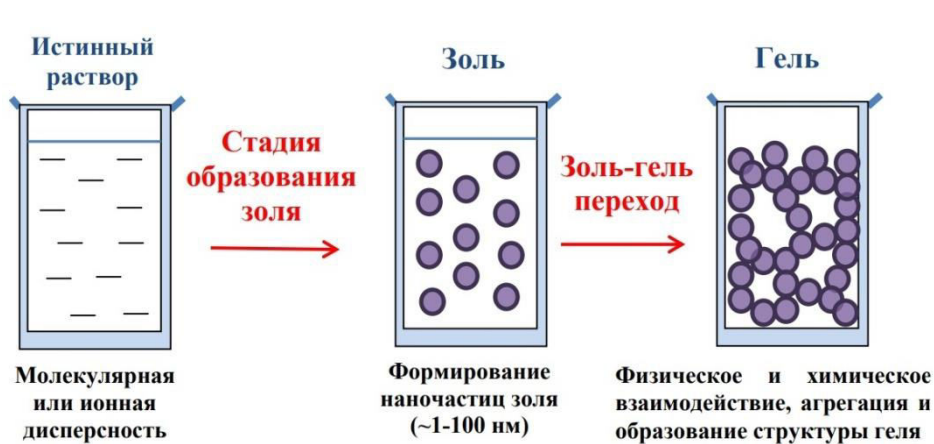
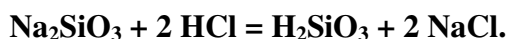


Рис.1. Основа золь-гель метода - схема перехода истинного раствора в золь и далее в гель.

### Стадии синтеза силикагеля.

На первой стадии получается золь из раствора силиката натрия под действием сильной, например, соляной кислоты, осаждается гидроксид кремния и образуется золь кремниевой кислоты:



Вторая стадия – это превращение золя  $\text{H}_2\text{SiO}_3$  в гель в результате формирования пространственной сетки. Получаемые таким образом сорбенты микропоры, переходные по

размеру поры (мезопоры) и макропоры. В соответствии с классификацией IUPAC мезопористыми называют материалы с диаметром пор от 2,0 до 50,0 нм.

Данный метод позволяет достичь высокой степени чистоты материалов на всех стадиях синтеза при минимуме затрат. Становится возможным получение сорбентов, которые характеризуются: монофазной кристаллической структурой, обладающей высокой степенью совершенства; строго стехиометрическим составом; отсутствием посторонних фаз.

Дополнительные возможности этого метода заключаются в его модификации - замещении воды органической жидкостью с учетом рН геля и его возраста. Указанный метод дает возможность получать адсорбенты, обладающие наряду с большой адсорбционной ёмкостью высокоразвитой удельной поверхностью.

## 2.2. Синтез высокоупорядоченных силикагелей

Молекулярный импринтинг (англ. molecular imprinting) – это метод получения «молекулярных отпечатков», основанный на полимеризации функциональных мономеров в присутствии специально введенных целевых молекул-шаблонов (темплатов). Он используется для получения высокоселективных сорбентов и катализаторов, структурно настраиваемых на целевой сорбат или реагент на наноуровне. При этом распознавание становится возможным благодаря присутствию в таких материалах участков, способных к специфическому (комплементарному) взаимодействию с молекулами-матрицами или близкими к ним по структуре соединениями по принципу ключ-замок. В понятие комплементарности входит соответствие участка молекулы-матрицы как по размеру и форме, так и по наличию в отпечатке дополняющих функциональных групп, способных к взаимодействию с функциональными группами молекулы-шаблона. Метод получения твердых материалов с молекулярными отпечатками включает три этапа. На первом этапе смесь функциональных мономеров и молекулярной матрицы смешивают в подходящем растворителе до начала реакции. При этом происходит образование устойчивого комплекса молекул мономеров и вещества-матрицы, благодаря которому молекулы мономеров определенным образом располагаются и фиксируются вокруг молекулы матрицы. На втором этапе происходит реакция, и в результате полимеризации или поликонденсации предполимеризационных комплексов образуется сильно сшитый полимер с жесткой структурой, содержащий молекулу-матрицу. На третьем этапе удаляют молекулярную матрицу из полимерной сетки. Для этого полученный полимер обрабатывают растворителем, сушат, измельчают, просеивают до нужного размера частиц, и в результате в материале образуются поры — трехмерные отпечатки, которые в идеале способны к специфическим взаимодействиям с молекулами-матрицами или близкими к ним по структуре соединениями. В зависимости от типа связи (ковалентная или нековалентная) между молекулами исходного реагента и матрицы различают ковалентный и нековалентный импринтинг.

Границы изменения пористости в этом случае зависят от природы промывочного органического растворителя, предыстории геля и его возраста.

Получение мезопористых силикатов с упорядоченным распределением пор методом темплатного синтеза возможно также с использованием поверхностно активных веществ (ПАВ). При высоких концентрациях ПАВ в водных растворах образуются трубчатые поры разнообразных размеров.

Полимеризация полисиликатов на поверхности мицелл ПАВ приводит к формированию жесткой силикатной структуры. Удаление органических темплатов (ПАВ) достигается предварительной экстракцией их этанолом с последующим прокаливанием при температурах 540-550 °С

## **2.3. Лабораторная работа №1**

### **Синтез силикатного сорбента темплатным способом**

Силикатные сорбенты готовят в тефлоновых сосудах осаждением гелей поликремневой кислоты из водных коллоидных растворов  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  и  $\text{K}_2\text{SiO}_3$  ( $\text{pH} > 10$ ). Коагуляция достигается сначала высаливанием в результате смешивания с равным объемом этанола (70%-й раствор в  $\text{H}_2\text{O}$ ). Оптически активные матричные вещества (левомецитин, аскорбиновая кислота) вводятся в коллоидную систему в виде 0,1-0,25%-х растворов в  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  из расчета около 10 мкг хирального агента на 1 г силикатного материала вместе с высаливающей жидкостью. На следующем этапе обработку осадка проводят 5%-м раствором  $\text{HCl}$ . После этого осадок промывают дистиллированной водой до  $\text{pH} \sim 8$ , а затем таким же объемом этанола для удаления темплатного агента. Полученное твердое вещество сушат в эксикаторе с силикагелем при  $t = 20^\circ\text{C}$ , 30 ч. После растирания в фаянсовой ступке для опытов отсеивают фракцию с размером зерна менее 0,016 мм.

#### ***Контрольные вопросы***

1. В чем заключается сущность золь-гель метода?
2. Какие материалы называют мезопористыми?
3. В чем заключается принцип темплатного метода синтеза силикагелей и каковы пути его совершенствования?

#### ***Библиографический список***

1. Карпов С.И. и др. Перспективы синтеза и использования упорядоченных мезопористых материалов при сорбционно-хроматографическом анализе, разделении и концентрировании физиологически активных веществ (обзор)  
<http://www.sorpchrom.vsu.ru/articles/20130201>.



2. Конькова Т. В. и др. Синтез силикагелей с контролируемой пористой структурой // Журнал неорганической химии, 2014.Т.59.№11. - С. 1457-1461.
3. <http://naukarus.com/sintez-silikageley-s-kontroliruemoy-poristoy-strukturoy>

### 3. Свойства поверхности твердого тела

Поверхность твердых веществ представляет собой обрыв кристаллической решетки, нарушение целостности структуры твердого тела, т.е. его дефект. Она представляет собой совокупность центров Льюиса и Бренстеда как основного, так и кислотного типов. Принадлежность центров к льюисовскому (апротонному) типу определяются наличием акцепторного, или донорного, поверхностного состояния, локализованного на неполностью координированных атомах вещества на его поверхности. Кислоты и основания Бренстеда образуются в результате адсорбции молекул воды или ее фрагментов на соответствующих центрах Льюиса. В случае акцепторного состояния  $\text{Э}^+$  образуется кислота, а в случае донорного состояния ЭО: - основание (рис.2). Сила кислотных центров поверхности твердого тела определяется способностью поверхностных групп переводить адсорбированные молекулы основания из нейтральной в сопряженную кислотную форму. При протекании реакции с переносом протона от поверхности к адсорбату кислотная сила выражается функцией кислотности Гаммета  $\text{H}_0$ .

$$\text{H}_0 = \text{pK}_a + \lg\left(\frac{[\text{B}]}{[\text{BH}^+]}\right),$$

где  $\text{pK}_a$  характеризует активность протона, это отрицательный логарифм константы кислотности адсорбата;  $[\text{B}]$  и  $[\text{BH}^+]$  – соответственно, концентрации нейтрального основания и сопряженной кислоты.

Перенос электронной пары от адсорбата к поверхности, отображаемый функцией кислотности,  $\text{H}_0$  определяется уравнением:

$$\text{H}_0 = -\lg\alpha_A,$$

где  $\alpha_A$  – активность кислоты Льюиса или акцептора электронной пары.

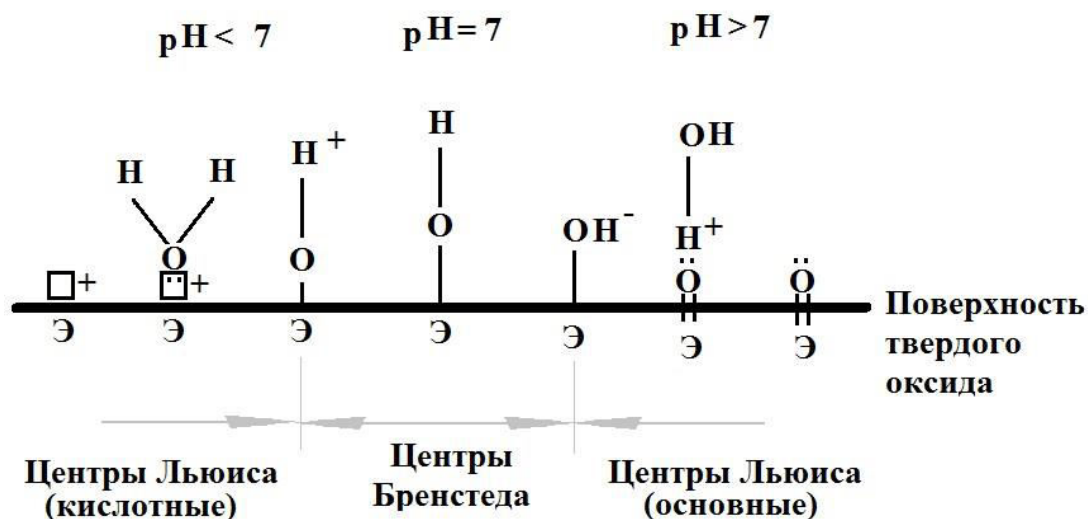


Рис 2. Распределение активных центров на поверхности твердого оксида по силе ионизации и кислотно-основным свойствам.

Силу кислотных центров поверхности твердых веществ оценивают визуально по изменению окраски адсорбированного индикатора. В случае идентичности окраски кислотной формы индикатора с адсорбированной формой, функция  $N_0$  равна или ниже значений  $pK_a$  данного индикатора. Меньшие значения соответствуют большей кислотности твердого вещества. Аналогично при адсорбции на твердом основании кислотной формы индикатора появляется окраска, характерная для его сопряженной основной формы. Это указывает на то, что на поверхности имеются центры основной силы. Изменением цвета индикаторов на поверхности твердого тела в определенном интервале значений  $pK_a$  оценивается сила кислотности вещества. Промежуточная окраска адсорбированного индикатора на твердой поверхности вещества соответствует равному содержанию его кислотной и основной форм, что указывает на присутствие на поверхности кислотных и основных центров данной силы  $N_0 = pK_a$ .

Константа диссоциации индикатора  $K_a$  является мерой энергии химической связи между реагирующими компонентами, в качестве которых выступают центр адсорбции и молекула индикатора. Таким образом, подбирая и применяя большое количество индикаторов с различными значениями  $pK_a$ , можно визуально оценить силу кислотно-основных центров, присутствующих на поверхности (таблица).

Существует ряд других способов оценки кислотно-основных характеристик центров твердых веществ с применением инструментальных методов анализа.

Концентрацию кислотных центров, например, ммоль/г или ммоль/м<sup>2</sup>, измеряют после определения их силы методом аминного титрования в органических растворителях, а также фотометрическим и потенциометрическим методами в водных растворах.

Свойства твердого тела зависят от его предыстории, т. е. от методов его получения и обработки. Влияние внешних электрических и магнитных полей может быть охарактеризовано, прежде всего, двумя составляющими: поляризацией (наведение или усиление электрических зарядов) внутри частиц вещества и ориентацией (расположение в пространстве частиц определенным образом, соответственно направлениям силовых линий полей). Таким образом экспериментатор может влиять на формирование внутренней структуры сорбента, а также его поверхности, если на определенном этапе реакцию

смесь, предназначенную для этого синтеза подвергать действию внешних электрических и магнитных полей.

### 3.1. Лабораторная работа №2

#### Определение кислотно-основных свойств поверхности сорбентов фотометрическим методом с применением индикаторов

Для исследования поверхности сорбентов с целью определения количества функциональных групп и их идентификации используется индикаторный метод, который основан на том, что индикатор, адсорбируясь на поверхности, меняет свою окраску, которая является мерой кислотности (основности) поверхности, содержащей активные центры Льюиса и Бренстеда. Распределение активных центров на поверхности твердого вещества по кислотной силе является одним из основных параметров, по которому можно контролировать поверхность и изменения ее в различных процессах. Для этой цели используют набор индикаторов Гаммета с различными значениями  $pK_a$ .

Выполнение анализа по данной методике состоит в следующем. В мерных колбах вместительностью  $100 \text{ см}^3$  готовят стандартные водные растворы красителей концентрации  $C_{\text{ind}} \cong 10^{-4}$  моль/л. В первую серию калиброванных пробирок емкостью  $5 \text{ см}^3$  из мерных колб вносят определенные объемы растворов красителей  $V_K$ , разбавляют до  $5 \text{ см}^3$  дистиллированной водой, перемешивают и через 10 мин фотометрируют на фотоколориметре или на спектрофотометре в кюветах с длиной оптического пути 10 мм относительно растворителя – дистиллированной воды при длине волны, соответствующей максимальному поглощению каждого красителя в пределах абсорбционности ( $A$ ) 0,12-1,4. Измеряют значения абсорбционности  $A_0$  растворов красителей до сорбции на образце. После фотометрирования содержимое кювет переливают обратно в пробирку и добавляют навески образца  $m_1 \cong 0,010$  г. После установления адсорбционного равновесия в течение 2 ч измеряют значения величины абсорбционности  $A_1$ . Параллельно проводится холостой опыт, для чего во вторую серию калиброванных пробирок емкостью  $5 \text{ см}^3$  помещают навески образца  $m_2 \cong m_1$ , добавляют объем дистиллированной воды  $V_{H_2O} = 5 \text{ см}^3 - V_K$  и выдерживают в течение 2 ч. Затем раствор декантируют в другую пробирку, добавляют определенный объем красителя  $V_K$ , доводят до  $5 \text{ см}^3$  дистиллированной водой, выдерживают в течение 30 мин и измеряют значение абсорбционности  $A_2$ .

При измерениях возможны следующие случаи:

1) если при сорбции индикатора на образце значение  $pH$  раствора не изменяется, тогда

абсорбционность раствора индикатора до сорбции должна быть больше, чем после сорбции, т.е.  $A_0 > A_1$ ;

2) если взаимодействие индикатора с поверхностью образца не происходит вообще, то все три значения абсорбционности равны между собой:

$$A_0 \equiv A_1 \equiv A_2;$$

3) если взаимодействие индикатора с поверхностью образца приводит к изменению значений pH среды, но сорбции не происходит, то абсорбционность раствора в «холостом» опыте равна абсорбционности раствора индикатора  $A_1$

$$A_2 \equiv A_1;$$

4) в случае адсорбции индикатора на поверхности образца с изменением значения pH среды величина абсорбционности  $A_2$  может быть как больше, так и меньше  $A_0$ . Абсорбционность раствора индикатора после сорбции  $A_1$  может быть больше абсорбционности раствора до сорбции  $A_0$  в случае, если величина  $A_2$  больше  $A_0$ .

Изменение абсорбционности в результате адсорбции на поверхности образца  $\Delta A$  находят по разности  $A_1$  и  $A_2$ :

$$\Delta A = |A_0 - A_1| \pm |A_0 - A_2|.$$

Количество индикатора с соответствующей  $K_a$ , адсорбированного на поверхности, эквивалентное количеству адсорбционных центров, кислотно-основные свойства которых не ниже этих свойств индикатора, рассчитывают по формуле:

$$g_{ind} = \frac{C_{ind} \times V_{ind}}{A_0} \times \left( \left| \frac{|A_0 - A_1|}{m_1} \pm \frac{|A_0 - A_2|}{m_2} \right| \right),$$

где  $g_{ind}$  – количество индикатора, адсорбированного на поверхности образца, моль/г;

$C_{ind}$  – концентрация раствора индикатора, моль/мл;

$V_{ind}$  – объём стандартного раствора индикатора, см<sup>3</sup>;

$A_0, A_1, A_2$  – абсорбционности растворов соответственно окислению;

$m_1, m_2$  – навески образца, г.

Знак «-» соответствует однонаправленному изменению  $A_1$  и  $A_2$  относительно  $A_0$ , т.е.  $A_1$  и  $A_2$  меньше  $A_0$  или  $A_1$  и  $A_2$  больше  $A_0$ .

Знак «+» соответствует разнонаправленному изменению  $A_1$  и  $A_2$  относительно  $A_0$ .

Кривые распределения центров адсорбции строят в координатах

$$g_{ind} = f(pK_a).$$

Поверхность объекта исследований анализируют по порядку распределения кислотно-основных центров с использованием набора индикаторов с  $pK_a = -4,4 \div +17,12$  (таблица).

Если известны параметры посадочной площадки красителя при адсорбции на сорбенте, рассчитывается удельная поверхность образца:

$$S = \omega \times N \times E, \text{ м}^2/\text{г},$$

где  $\omega$  - посадочная площадка красителя,  $\text{м}^2$ ;

$N$  - число Авогадро,  $\text{моль}^{-1}$ ;

$E$  - сорбционная емкость,  $\text{моль}/\text{г}$ .

#### Кислотно-основные индикаторы

Индикатор	$pK_a$	Индикатор	$pK_a$
2,4-Динитроанилин	-4,4	2,4,6-Трихлорфенол	+6,0
2,4-Дихлор-6-нитроанилин	-3,22	Бромкрезоловый пурпурный	+6,4
2-Нитродифениламин	-2,1	о-Нитрофенол	+6,9
4-Хлор-2-нитроанилин	-0,91	п-Нитрофенол	+7,1
о-Нитроанилин	-0,29	Бромтимоловый синий	+7,3
Пикриновая кислота	+0,71	Феноловый красный	+8,0
Кристаллический фиолетовый	+0,8	м-Нитрофенол	+8,4
м-Нитроанилин	+1,1	м-Хлорфенол	+9,02
Бриллиантовый зелёный	+1,3	п-Хлорфенол	+9,38
Фуксин(основание)	+2,1	Пирокатехин	+9,45
п-Нитроанилин	+2,5	Фенол	+10,0
о-Хлорнитроанилин	+2,64	Нильский голубой А	+10,5

м-Хлорнитроанилин	+3,34	Тропеолин О	+11,8
Метилловый оранжевый	+3,46	Индигокармин	+12,9
п-Хлорнитроанилин	+3,98	Гликоль	+14,18
Бромфеноловый синий	+4,1	2,4,6-Тринитро-м-ксилол	+16,50
Метилловый красный	+5,0	м-Динитробензол	+16,8
Хризоидин	+5,5	2,4-Динитротолуол	+17,12

### ***Контрольные вопросы***

1. Чем определяются кислотно-основные свойства поверхностей твердых оксидов ?
2. Дайте определение функции Гаммета.
3. Какую информацию можно получить с помощью индикаторного метода анализа поверхности твердого оксида?

### ***Библиографический список***

1. Комиссаренков А.А. и др. Сорбционные технологии / СПбГТУРП. - СПб.-2015.
2. Кислотно-основные свойства поверхности твердых веществ: метод. указ. / А.П. Нечипоренко. —Л. : ЛТИ. им. Ленсовета. - 1989.
3. Донорно-акцепторные свойства поверхности твердофазных систем. Индикаторный метод: учебное пособие / А.П. Нечипоренко. – СПб. : Лань, 2017.-281 с.

## **4. Практическая работа**

### **Изучение влияния магнитного поля на распределение кислотно-основных центров адсорбции на поверхности силикагеля**

**Цель данной практической работы** – выяснить, существует ли влияние использования внешнего магнитного поля в процессе коагуляции силикатов на адсорбцию кислотно-основных индикаторов получаемыми сорбентами.

1. Пользуясь указаниями из Лабораторной работы №1, проведите синтез образца

силикатного сорбента.

2. Проведите аналогичный синтез образца силикатного сорбента, используя для его модификации магнитное поле. Коагуляцию в магнитном поле осуществляют под действием постоянного магнита. Магнитный поток в сосудах на магнитной мешалке типа ММ-5, измеренный в динамических условиях с помощью измерителя ИМП-05 с последующим пересчетом на статические условия опыта и не превышает  $\Phi \leq 0,1$  Вб.

3. Проведите холостой опыт – осуществите синтез образцов следующим образом:

- в первом случае проведите синтез под действием внешнего магнита, но без введения хиральной органической матрицы
- во втором случае проведите синтез без магнитного поля и без введения матрицы.

4. Имея таким образом четыре образца и следуя инструкциям из Лабораторной работы №2, получите для каждого из них спектр распределения кислотно-основных центров адсорбции органических индикаторов и сравните их. Какие выводы можно сделать?

### ***Библиографический список***

1. Дмитриевич И.Н. и др. Физико-химические методы анализа. Ч.1. Электрохимические методы анализа: учебное пособие для студентов заочной формы обучения / СПбГТУРП. - СПб., 2014.
2. ГОСТ 16187-70-ГОСТ 16190-70. Сорбенты. Методы испытаний.
3. ГОСТ 12597-67 Сорбенты. Метод определения массовой доли воды в активных углях и катализаторах на их основе.
4. Иванов А.Р., Прилепский Э.Б. Попытка получения сорбента, селективного по отношению к биологически активным компонентам эфирного масла *Eucalyptus Dives*.// Вестник СПбГУ, 2005. Сер.4. Вып. 3.—С.45—47.

## **ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ И ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ**

### **Общие правила работы в лаборатории**

1. До начала работы, используя учебное пособие (практикум), учебник и конспект лекций, подготовьтесь к ней.

2. В химической лаборатории работайте в халате. В лаборатории запрещается снимать и развешивать верхнюю одежду, громко разговаривать, принимать пищу, курить.
3. Звуковые сигналы мобильных телефонов во время занятий должны быть отключены.
4. Запрещается покидать помещение лаборатории без разрешения преподавателя.
5. Запрещается без разрешения преподавателя включать и выключать электричество на рабочих столах, водяные краны, приборы.
6. Рабочее место содержите в чистоте, не загромождайте его лишними предметами. На рабочем столе должно находиться только то, что нужно для выполнения текущей работы.
7. Храните портфели, сумки и другие вещи в специально отведенных местах.
8. Реактивы, предназначенные для общего пользования, находятся в специально отведенных для них местах (под тягой, на полках рабочих мест или на специальных столах), нельзя перемещать их оттуда. После взятия требуемого количества реактива немедленно возвращайте на место пробки или пипетки от них, чтобы не спутать пробки от разных реактивов. Если к бутылки с раствором не прилагается пипетка, используйте чистую пипетку, которую после этого промойте. Твердые реактивы берите из тары шпателем или фарфоровой ложкой.
9. Если реактив взят в избытке и не израсходован полностью, нельзя возвращать его обратно в тару (склянку или банку).
10. По окончании работы уберите свое рабочее место, выключите приборы, которые Вы использовали, закройте краны с водой. Сдайте свои рабочие места лаборанту.
11. Запрещается проводить опыты, не относящиеся к данной работе, без разрешения преподавателя.
12. При создании нестандартной ситуации в лаборатории немедленно сообщите преподавателю и выйдите из лаборатории.

### **Техника безопасности и меры предосторожности**

1. Все опыты, связанные с применением или образованием ядовитых веществ а также вредных паров и газов, проводите только в вытяжном шкафу, дверцы которого должны быть опущены на треть.
2. В случае прекращения работы вентиляционных установок все опыты в вытяжных шкафах должны быть прекращены.
3. Запрещается проводить любые опыты с взрывчатыми и огнеопасными смесями.
4. Опыты с легковоспламеняющимися веществами проводите в малых количествах (не более 2 мл) и вдали от открытого огня.
5. При нагревании растворов и веществ в пробирке используйте держатель. Не обращайтесь отверстие пробирки в сторону работающих.
6. Не наклоняйтесь над сосудом, в котором происходит нагревание или кипячение жидкости, во избежание попадания брызг в лицо.
7. При необходимости определить запах паров (выделяющегося газа) легким движением ладони направьте струю газа от горла сосуда к себе и осторожно вдохните.



8. При разбавлении концентрированных кислот и щелочей небольшими порциями вливайте кислоту (или концентрированный раствор щелочи) в воду, непрерывно помешивая образующийся раствор.
9. Если склянка с легко воспламеняющейся жидкостью опрокинулась или разбилась, немедленно выключите все находящиеся вблизи источники открытого огня, засыпьте разлитую жидкость песком, соберите его и перенесите в предназначенный для этого железный ящик.
10. При попадании концентрированного раствора кислоты на кожу промойте место ожога струей воды в течение нескольких минут. После этого можно либо промыть обожженное место 2–3% раствором соды, либо вымыть с мылом.
11. При ожоге концентрированными растворами щелочей промойте обожженное место струей воды до тех пор, пока кожа не будет казаться скользкой, после чего промойте 1% раствором уксусной кислоты и снова водой.
12. При термическом ожоге охладите пораженное место, для чего поместите его под струю холодной воды. После охлаждения смажьте мазью от ожогов.
13. При сильных ожогах после оказания первой помощи обратитесь к врачу.
14. При попадании раствора любого реактива в глаз немедленно промойте его большим количеством воды, после чего сразу же обратитесь к врачу.
15. При отравлении газообразными веществами (сероводородом, хлором, парами брома) выйдите (выведите пострадавшего) на свежий воздух, а затем обратитесь к врачу.

#### **. Требования пожарной безопасности во время работы в кабинете химии**

1. Подготовить к работе необходимое оборудование и приборы, проверить их исправность.
2. Убедиться в наличии и исправности первичных средств пожаротушения, а также укомплектованности медицинской аптечки необходимыми медикаментами.
3. Кабинет химии запрещается использовать в качестве классной комнаты для занятий по другим предметам и для проведения сборов.
4. Пребывание учащихся в лаборантской и в помещении кабинета химии разрешается только в присутствии учителя (преподавателя) физики.
5. Студенты не допускаются к выполнению обязанностей лаборанта кабинета химии.
6. Лабораторные работы, лабораторный практикум учащимися проводятся только в присутствии учителя (преподавателя) химии или лаборанта.
7. Запрещается пользоваться разбитой или треснутой стеклянной посудой, применять приборы и устройства, не соответствующие требованиям безопасности труда, а также самодельные приборы. Не применять оборудование, приборы, провода и кабели с открытыми токоведущими частями.
8. Не оставлять без присмотра работающие электронагревательные приборы; не пользоваться приборами с открытой спиралью.
9. Все электрические приборы должны иметь указатели напряжения, на которое они

рассчитаны и полярность.

10. Категорически запрещается применять бензин в качестве топлива в спиртовках.

### **Правила работы с химическими реактивами**

Сыпучие реактивы из банки (тары) отбирают шпателем или фарфоровой ложкой, растворы (жидкости) наливают из склянок либо отбирают прилагаемыми (вставленными в пробку) пипетками. Просыпанный (пролитый) реактив или реактив, по ошибке взятый в избытке, нельзя возвращать обратно в тару. Его следует утилизировать. Утилизация отходов (остатков) реактивов и нейтрализация полученных в результате экспериментов смесей производится следующим образом: водные растворы неопасных веществ (кислот и оснований малой концентрации) выливают в раковину. Отходы органических растворителей, солей серебра и ртути собирают в вытяжном шкафу в отдельные склянки с соответствующими надписями. Растворы, содержащие аммиак, сероводород, хлор и другие опасные летучие вещества, следует выливать в раковину под тягой. После этого сосуд ополаскивают водой и эту воду тоже выливают в раковину под тягой. Только после этого сосуд можно окончательно вымыть в обычной раковине.

### **Мытье посуды**

Стекланную посуду считают чистой, если вода не образует отдельных капель на стенках, а стекает равномерной пленкой. Удалять загрязнения со стенок посуды можно различными методами: механическими, химическими или комбинируя их. К механическим способам можно отнести мытье посуды теплой водой с помощью щеток (ершей) или мытье паром. Физико-химические методы заключаются в удалении загрязнений с помощью органических растворителей (бензин, ацетон, спирты и др.), поверхностноактивных моющих средств или фосфата натрия. Химические методы – мытье посуды хромовой смесью, раствором перманганата калия, смесью соляной кислоты и пероксида водорода, концентрированным раствором щелочи или серной кислотой

### ***Библиографический список***

1. <https://kopilkaurokov.ru/himiya/prochee/laboratornaiarabotapokhimiitiekhnikabiezopasnostiosnovnyiepravilarabotyvkhimichieskoilaboratorii>
2. <https://40420s024.edusite.ru/p25aa1.html>

Антон Рубенович Иванов

# ОСНОВЫ ХИМИИ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ

Теоретические основы и методики выполнения  
анализа

Методические указания по курсовой работе  
для студентов заочной формы обучения

Редактор и корректор Т.А.Смирнова

Техн.редактор Л.Я.Титова

Темплан 2020 г., поз. 51

---

Подп. к печати 18.05.2020. Уч.-изд. л. 1,25; усл.-печ. л. 1,25.

Изд. №51. Э.И.

---

Высшая школа технологии и энергетики СПбГУПТД, 198095,

СПб., ул.Ивана Черных, 4.

