

Методичні вказівки до лабораторних занять з дисципліни
«НАУКОВІ ДОСЛІДЖЕННЯ ЗА ТЕМОЮ МАГІСТЕРСЬКОЇ РОБОТИ»

Під час опанування дисципліною «Наукові дослідження за темою магістерської роботи» студент обирає методи досліджень за темою своєї дипломної роботи, планує і здійснює експериментальні та теоретичні дослідження, проводить інтерпретацію і узагальнення отриманих результатів. Слід відмітити, що результатом наукових досліджень є нові знання, призначені для створення нових або вдосконалення існуючих матеріалів, продуктів, пристроїв, методів, технологій тощо. Тому не випадково лабораторні роботи займають більшу частку часу в опануванні дисципліною «Наукові дослідження за темою магістерської роботи», що свідчить про важливість цієї компоненти в навчальному плані. Лабораторні роботи обираються студентом відповідно до завдань магістерської роботи та виконуються на її об'єктах досліджень. Таке «перенесення» методик експериментальних досліджень на нові об'єкти потребує від студента вільного володіння практичними навичками та теоретичними знаннями в рамках спеціальності «161- Хімічні технології та інженерія».

Лабораторна робота № 1

Методи визначення складу комплексних сполук у розчинах

Дослідження рівноваги у розчинах комплексних сполук із застосуванням фізико-хімічних методів виміру дає можливість установити хімічне поведіння речовин у розчині, визначати склад і стійкість комплексів. Визначення цих величин можна проводити і фотометричним методом.

Запропоновано велике число методів фотометричного визначення складу комплексних сполук, але в основі всіх цих методів лежить або метод молярних відношень (метод насичення), або метод ізомолярних серій (метод Остромисленського-Жоба).

При дослідженні методом молярних відношень вимірюється оптична густина серії розчинів, що містять компоненти комплексоутворювача M^{n+} і ліганда L^- . Серія розчинів готується таким чином, щоб концентрація M^{n+} у всіх розчинах підтримувалася постійною, а концентрація ліганда змінювалася, або навпаки.

Вимірюють оптичну густину приготовлених розчинів і будують графік у координатах $A = f(L^-/M^{n+})$. Одержують криві зі зломом у точці, де молярні співвідношення компонентів $M^{n+}:L^-$ відповідають стехіометричному співвідношенню їх у комплексі, а вихід комплексної сполуки максимальний.

Лабораторна робота № 2

Спектрофотометричне визначення складу комплексу алюміній рутинату методом ізомолярних серій.

Запропоновано велике число методів фотометричного визначення складу комплексних сполук, але в основі всіх цих методів лежить або метод молярних відношень, або метод ізомолярних серій.

В методі ізомолярних серій змішують перемінні кількості металу і ліганду з таким розрахунком, щоб постійною була величина суми мілімолей. Для цього зручно використовувати розчин з однаковою молярною концентрацією іону-метала і ліганду. Склад розчинів є функцією концентрації обох вихідних розчинів. При змішуванні розчинів у співвідношенні Me:L від 1:8 до 8:1, вихід комплексу з ростом кількості мілімолей металу на початку збільшується, зростає і вимірювана оптична густина. Максимальна концентрація комплексу міститься в розчині, у якому співвідношення концентрацій компонентів, що змішується, дорівнює їхньому співвідношенню в комплексі. Оптична густина для цього розчину буде максимальною. Потім лімітуючим компонентом стає ліганд і вихід комплексу зменшується. Для визначення складу комплексу будують графік залежності $A=f[C_L/(C_{Me}+C_L)]$, що представляє собою криву, звернену своєю вершиною в протилежний бік від вісі складу. Опускають перпендикуляр їх точки перетину на вісь абсцис, ця точка перетину з віссю відповідає складу комплексу – молярному співвідношенню Me:L у розчині.

Для визначення відношення молярних концентрацій, що відповідають максимальному виходу комплексу, який утворюється при взаємодії рутину з хлоридом алюмінію, готують розчин рутину і хлориду алюмінію однакової молярної концентрації. Змішують ці розчини таким чином, щоб сумарний об'єм їх залишався постійним. Вимірюють оптичну гуστину приготовлених серій розчинів. На підставі отриманих даних будують графік залежності (оптична густина від співвідношення компонентів ізомолярної серії) і визначають максимум поглинання. Максимальне поглинання буде мати той розчин, в якому кількість комплексної сполуки, що утворилась, є найбільшою. Об'ємне співвідношення компонентів ізомолярної серії, в якій спостерігається максимальне оптичне поглинання, відповідає стехіометричному співвідношенню речовин, які входять в комплексну сполуку.

Вимірювання оптичної густини проводять при постійних значеннях іонної сили та рН розчинів. Буферний розчин для підтримки постійного значення рН середовища обирають таким чином щоб між компонентами ізомолярної серії та буферної суміші комплексоутворення не проходило.

Лабораторна робота №3

Спектрофотометричне визначення рівноважних концентрацій спражених кислотно-основних форм барвників та знаходження положення їх ізобестичних точок.

Абсорбційна молекулярна спектроскопія відноситься до ефективних методів вивчення хімічних рівноваг в розчинах. Визначення констант рівноваг цим методом полягає у використанні трьох законів: закону діючих мас, основного закону світло поглинання і закону адитивності оптичних густин.

Використання абсорбційної молекулярної спектроскопії для визначення констант рівноваг в розчинах розглянемо на прикладі визначення констант протеолітичних рівноваг.

Припустимо, що полоси поглинання молекулярної і іонізованої форм кислоти НА знаходяться в різних областях спектра. У відповідності з законом діючих мас при збільшенні рН розчину концентрація молекулярної форми кислоти зменшується, а іонізованої збільшується. При цьому при довжині хвилі $\lambda_{\text{НА}}$, що відповідає полосі поглинання молекулярної форми, оптична густина розчину кислоти буде зменшуватися і досягне мінімуму, а при довжині хвилі $\lambda_{\text{А}}$, що відповідає полосі поглинання іонізованої форми, вона, навпаки, буде рости і досягне максимуму в момент повної іонізації кислоти.

Спектри поглинання еквімолекулярної і іонізованої форм зазвичай перетинаються в так званій ізобестичній точці $\lambda_{\text{і.т.}}$. Ізобестичні точки проявляються досить чітко лише при постійних температурі та іонній силі. В ізобестичних точках молярні коефіцієнти поглинання молекулярної і іонізованої форми рівні.

Поглинання світла розчином кислоти НА, що містить молекулярну і іонізовану форму, при будь-якій довжині хвилі визначається виразом:

$$A = \varepsilon_{\text{НА}} \cdot C \alpha_{\text{НА}} + \varepsilon_{\text{А}} \cdot C \alpha_{\text{А}}, \quad (1)$$

де A – оптична густина розчину кислоти;

$\varepsilon_{\text{НА}}$ і $\varepsilon_{\text{А}}$ – молярні коефіцієнти поглинання молекулярної та іонізованої форм;

$\alpha_{\text{НА}}$ і $\alpha_{\text{А}}$ – їх молярні частки

C – загальні (аналітична) концентрація кислоти в розчині.

Підставляючи $\alpha_{\text{НА}} = [\text{H}^+] / ([\text{H}^+] + K_{\text{НА}})$ і $\alpha_{\text{А}} = K_{\text{НА}} / ([\text{H}^+] + K_{\text{НА}})$ (2)

в рівняння 1 замінюючи в ньому $\varepsilon_{\text{НА}} C$ на $A_{\text{НА}}$ і $\varepsilon_{\text{А}} C = A_{\text{А}}$ (3)

одержуємо $A = \{A_{\text{НА}} [\text{H}^+] / ([\text{H}^+] + K_{\text{НА}})\} + \{A_{\text{А}} K_{\text{НА}} / ([\text{H}^+] + K_{\text{НА}})\}$ (4)

Вирішивши рівняння (4) відносно $K_{\text{НА}}$ (константа дисоціації кислоти НА), одержимо:

$$K_{\text{НА}} = \frac{(A - A_{\text{НА}})}{(A_{\text{А}} - A)} \cdot [\text{H}^+] = \frac{(A - A_{\text{НА}})}{(A_{\text{А}} - A)} \cdot 10^{-\text{pH}} \quad (5)$$

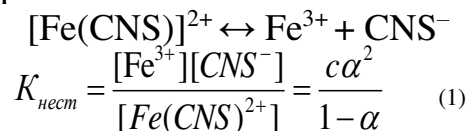
Рівняння (5) є основним для розрахунку $K_{\text{НА}}$.

Для визначення величини $K_{\text{НА}}$ готують серію еквімолярних розчинів кислоти з різними значеннями рН, що знаходяться в інтервалі $\text{p}K_{\text{НА}} - 2 \leq \text{pH} \leq \text{p}K_{\text{НА}} + 2$, використовуючи відповідні буфери. Значення рН приготовлених розчинів вимірюють на іонометрі зі скляним електродом. Спектри поглинання цих розчинів реєструють в кюветах з однаковою товщиною. По одержаним спектрам поглинання вибирають довжину хвилі, при якій різниця в поглинанні молекулярної і іонізованої форм буде максимальною. При вибраній довжині хвилі визначають значення $A_{\text{НА}}$ (для розчинів з $\text{pH} \leq \text{p}K_{\text{НА}} - 2$) і $A_{\text{А}}$ (для розчинів з $\text{pH} \geq \text{p}K_{\text{НА}} + 2$). При цій же довжині хвилі вимірюють оптичні густини A_i розчинів, що мають проміжні значення рН: від $\text{pH} = \text{p}K_{\text{НА}} - 2$ і до $\text{pH} = \text{p}K_{\text{НА}} + 2$. Визначені величини рН і значення оптичних густин $A_{\text{НА}}$, $A_{\text{А}}$, A_i підставляють у формулу (5) і отримують сукупність значень $K_{\text{НА}}$ і, які обробляють статично.

Лабораторна робота №4

Визначення ступеня дисоціації і константи нестійкості залізо-тіоціанатного комплексу $[\text{Fe}(\text{CNS})]^{2+}$ методом насичення

Сутність методу зводиться до наступного. У водному розчині комплекс $[\text{Fe}(\text{CNS})]^{2+}$ дисоціює по рівнянню:



Дисоціацію комплексу придушують додаванням надлишкової кількості Fe^{3+} . Величину ступеня дисоціації визначають фотометрично, виходячи з вимірних значень оптичної густини по формулі: $\alpha = (A_5 - A_1) / A_5$,

де A_5 – оптична щільність розчину при подавленій дисоціації;

A_1 – оптична щільність розчину при еквімолярних кількостях компонентів.

У розведених розчинах при еквімолярних кількостях Fe^{3+} і CNS^- -іонів можливе утворення тільки одного комплексу $[\text{Fe}(\text{CNS})]^{2+}$. В міру збільшення концентрації Fe^{3+} дисоціація комплексу зменшується. При великому надлишку Fe^{3+} комплекс дисоціює незначною мірою; у цьому випадку рівноважна концентрація комплексу буде максимальною і дорівнюватиме загальній концентрації тіоціанат-іона (лімітуючого компонента).

У випадку утворення комплексу у відсутності надлишку однієї з речовин дисоціація комплексу максимальна. Тоді значення ступеня дисоціації можна визначити як відношення:

$$\alpha = \frac{C_{\text{ЗАГ}} - C_{\text{НЕДИС}}}{C_{\text{ЗАГ}}} = \frac{A_n - A_1}{A_n} \quad (2)$$

Лабораторна робота № 5

Вольтамперометричні методи аналізу. Вольтамперометричне визначення органічних речовин. Інверсійна вольтамперометрія.

Вольтамперометрія базується на отриманні та аналізі поляризаційних або вольтамперних кривих, які реєструють при електролізі речовини в електрохімічних комірках особливої конструкції. Вольтамперна крива – це крива залежності сили струму від напруги.

Засновником вольтамперометрії є чеський хімік Ярослав Гейровський, який в 1922 р. розробив полярографічний метод аналізу. Гейровський проводив електроліз на ртутному капаючому електроді, і цей вид вольтамперометрії почали називати полярографією. Діаметр краплі ртуті капаючого ртутного електроду в момент відриву становить $\sim 0,1$ мм, швидкість витікання – 1 крапля за секунду. Крапля ртуті є катодом. В якості аноду виступає донна ртуть або будь-який допоміжний електрод з великою поверхнею. Зв'язок дифузійного струму з концентрацією іону виражається рівнянням Ільковича, що лежить в основі даного методу:

$$I_d = 605 \cdot n \cdot D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6} \cdot C,$$

де I_d – дифузійний струм, мкА;

n – число електронів прийнятих або відданих в процесі електродної реакції;

C – концентрація визначуваної речовини, ммоль/л;

D – коефіцієнт дифузії ($\text{см}^2/\text{с}$);

m – маса краплі, яка витікає з капіляра в 1 с, мг/с;

τ – період крапання, с.

Найважче визначити $D \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6}$ – характеристика капіляра, завжди в роботах вказується. $D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6}$ знаходять за допомогою стандартних розчинів.

Якщо замість полярограми $I(E)$, реєструвати **диференціальні полярограми** в координатах $dI/dE - E$, то замість S-образних хвиль будуть спостерігатися піки. Це дає можливість поліпшити роздільну здатність полярографічного методу.

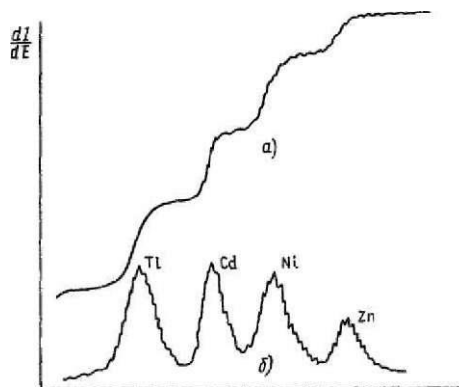


Рис. Інтегральна (а) і диференціальна (б) полярограми для суміші металів

У методі **осцилографічної полярографії** зміна зовнішньої напруги, що накладається на комірку, відбувається дуже швидко. Вольтамперограми одержують у вигляді зображення, що світиться на екрані осцилографа. Всю осцилополярограму вдається записати під час життя однієї краплі ртуті. Струм у максимумі вище граничного дифузійного. Чутливість методу осцилографічної полярографії досягає порядку 10^{-6} М, тобто на порядок краще, ніж у класичної полярографії.

Напругу, що поляризує, можна подавати на електрод не безупинно за лінійним законом, як у класичній і осцилографічній полярографії, а окремими короткочасними імпульсами. Імпульсна полярографія, особливо один з її варіантів - **диференціальна імпульсна полярографія** - найбільш сучасний високочутливий метод. На постійну напругу, що повільно змінюється за лінійним законом, накладають короткочасні (до 60 мс) імпульси постійної напруги рівної амплітуди (50 - 100 мВ). На кожен краплю подають один

імпульс. Результуюча крива (диференціальна імпульсна полярограма) записується в координатах $\Delta I(E)$. Висота піка пропорційна концентрації полярографічно-активної речовини. Межа виявлення $5 \cdot 10^{-8}$ М.

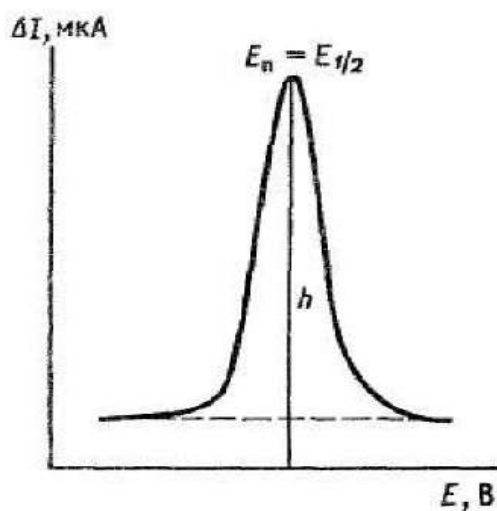


Рис. Диференціальна імпульсна полярограма.

У методі **переміннострумової полярографії** на електроди одночасно з лінійно зростаючою постійною напругою подається синусоїдальної форми перемінна напруга з фіксованою частотою і невеликою амплітудою. Метрологічні характеристики цього методу (мінімальна визначувана концентрація $5 \cdot 10^{-7}$ М, роздільна здатність 50 мВ) такі ж, як і у метода диференціальної імпульсної полярографії.

Істотне збільшення чутливості дає **інверсійна вольтамперометрія**. Сутність цього методу полягає у виділенні визначуваного елемента з дуже розведеного розчину шляхом електролізу на ртутній краплі з наступним анодним розчиненням отриманої амальгами. Залежність сили струму від напруги при анодному розчиненні має вигляд характерного піка, глибина якого h пропорційна концентрації визначуваного іона, а потенціал мінімуму E_{\min} визначається природою іона.

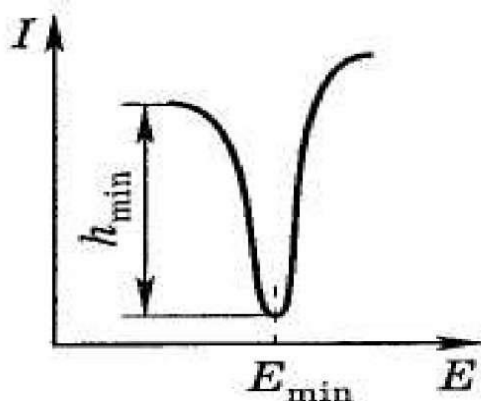
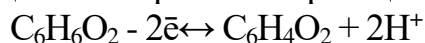


Рис. Крива анодного розчинення

Межа виявлення в методі інверсійної вольтамперометрії на 2 - 3 порядки нижче межі виявлення у звичайних полярографічних методиках.

Визначення концентрації гідрокінону та розрахунки за вольтамперною кривою. В розчині гідрокінона при анодній поляризації на платиновому електроді проходить електрохімічна реакція:



На полярограмі є площадка, яка відповідає граничному току дифузії молекул гідрокінона ($i_{\text{гр}}$).

Для визначення концентрації гідрокінона в досліджуваному розчині можна скористатися методом добавок стандартного розчину. Таким чином отримують дві вольтамперні криві – полярограми досліджуваного розчину та розчину після додавання стандартного розчину гідрокінона. Обчислення концентрації проводять за рівнянням:

$$C_x = \frac{C_{\text{ст}}}{\frac{I_{x+\text{ст}} \cdot (V_x + V_{\text{ст}})}{I_x \cdot V_{\text{ст}}} - \frac{V_x}{V_{\text{ст}}}}$$

де C_x , $C_{\text{ст}}$ – відповідно концентрації досліджуваного та стандартного розчинів;

I_x , $I_{x+\text{ст}}$ – граничний струм досліджуваного розчину та після додавання стандартного розчину.

Визначення методом ІВА вмісту в розчинах мікродомішок важких металів. Аналіз вмісту металів проводять методом інверсійної вольтамперометрії з використанням полярографа ПУ-1 з триелектродною коміркою (робочий електрод – срібний амальгований, хлорсрібний електрод порівняння і платиновий допоміжний макроелектрод).

З наважки відповідних солей d-металів та плюмбуму необхідно приготувати по одному літру розчинів з концентрацією 1,00 мг/см³ (основний розчин). Робочі розчини (10 мкг/см³) необхідно готували перед їх використанням у дослідах шляхом розведення. Ці розчини використовують для побудови градууювальних графіків.

Аліквоти робочих розчинів по 10,00 см³ необхідно перенести в мірні колби на 50,00 см³, додати по 0,5 мл 1% розчину Hg(NO₃)₂ і довести до мітки 0,1 М розчином HCl. Далі розчин з колби переливають в електрохімічну комірку і включають магніту мішалку. Вимірювання вмісту металів розпочинають з електрохімічного очищення індикаторного електрода при потенціалі +0,1 В протягом 10 сек. Потім проводять накопичення металів на поверхні електроду при потенціалі катодного виділення -1,2 В протягом 180 сек при перемішуванні магнітною мішалкою. Далі перемішування припиняють і через 30 с проводять анодне розчинення в межах від -1,2 до -0,1 В з реєстрацією вольтамперної кривої процесу анодного розчинення плівки ртуті. По висоті зареєстрованих інверсійних піків (наприклад, при потенціалах

-0,54 В для Cd, -0,40 В для Pb) за допомогою попередньо побудованих градуювальних графіків визначають концентрації металів.

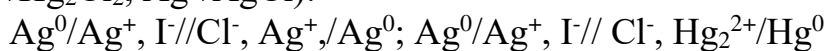
Лабораторна робота № 6

Потенціометрія як метод дослідження властивостей речовин.

Визначення добутку розчинності аргентум йодиду

Одним з найважливіших переваг потенціометричного методу є те, що виконання вимірів помітно не впливає на рівноваги в розчині. Сучасні прилади дозволяють вимірювати потенціал практично у відсутності струму. Цю особливість використовують для розрахунку термодинамічних констант. Наприклад потенціометричний метод використовують для визначення добутків розчинності (ДР), констант стійкості (β) та нестійкості ($K_{\text{нест}}$) сполук аргентуму з неорганічними і органічними лігандами.

Для визначення добутків розчинності AgI збирають гальванічний елемент, в якому індикаторним електродом є срібний (срібний дріт), а електродом порівняння – насичений каломельний електрод або хлоридсрібний ($\text{Hg}_2^{2+}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2, \text{Ag}^+/\text{AgCl}$):



Сполучення комірок з індикаторним електродом і електродом порівняння відбувається за допомогою сольового мостика, заповненого насиченим розчином калій нітрату та агар-агаром.

Спочатку визначають реальний стандартний потенціал E_0^p в реальних умовах. Для цього готують декілька (4-5) еталонних розчинів AgNO_3 з відомою концентрацією і вимірюють потенціал срібного електрода. За рівнянням Нернста розраховують E_0^p :

$$E_{\text{вим}} = E_0^p + 0,059 \lg[\text{Ag}^+]; E_0^p = E_{\text{вим}} - 0,059 \lg[\text{Ag}^+],$$

де $E_{\text{вим}}$ - виміряна електрорушійна сила (ЕРС)

Обчислюють середнє значення E_0^p , яке потім використовують для розрахунку рівноважної концентрації іонів аргентуму $[\text{Ag}^+]$ при надлишку іонів I^- :

Для визначення рівноважної концентрації $[\text{Ag}^+]$ готують серію розчинів, які містять постійну концентрацію іонів срібла і різний надлишок KI . Вимірюють потенціал срібного електрода в гетерогенній системі ($\text{AgI}, \text{Ag}^+, \text{I}^-$) і розраховують рівноважну концентрацію срібла за рівнянням:

$$\lg[\text{Ag}^+] = \frac{E_{\text{вим}} - E_0^p}{0,059} = -a$$

$$[\text{Ag}^+] = 10^{-a}$$

Рівноважна концентрація йодиду, що знаходиться в розчині над осадом, дорівнює загальній молярній концентрації йодиду мінус ту кількість йодиду, яка зв'язана з іонами Ag^+ в осад AgI . Зв'язану концентрацію йодиду беруть рівній вихідній концентрації аргентуму.

$$[\text{I}^-] = C(\text{I}^-) - C(\text{AgI}).$$

$$C(\text{AgI}) = C(\text{Ag}^+)$$

Маючи рівноважні концентрації іонів аргентуму і йодиду в насиченому розчині AgI, розраховують $DP_{AgI}=[Ag^+]\cdot[I^-]$.

Лабораторна робота № 7.

Адсорбційне модифікування поверхні часток суспензій

Мета роботи: дослідження впливу катіонного ПАР на величину і знак електрокінетичного потенціалу часток суспензій у воді.

Для адсорбційного модифікування поверхні часток наповнювачів найбільше часто використовують іоногенні ПАР (ІПАР). Специфіка адсорбції таких ПАР обумовлена тим фактом, що у водних середовищах на поверхні полярних адсорбентів виникає електричний заряд і формується подвійний електричний шар. У результаті цього адсорбція ПАР багато в чому визначається електростатичною взаємодією поверхнево-активних іонів і заряджених центрів на поверхні адсорбенту й, на відміну від адсорбції неіоногенних ПАР, може бути як фізичною, так і хімічною. Розглянемо можливі варіанти адсорбції ІПАР із водних розчинів на адсорбентах різної полярності.

Лабораторна робота № 8.

Адсорбція на поверхні часток суспензій. Побудова ізотерм адсорбції.

Більшість косметичних засобів є ліофобними дисперсними системами (креми, зубні пасти тощо). У ліофобних системах дисперсна фаза і дисперсійне середовище істотно розрізняються за своєю природою і мають досить великий надлишок поверхневої енергії. Із цієї причини ліофобні дисперсні системи термодинамічно нестійкі і частки в них схильні до агрегації. Однак і такі системи можуть бути агрегативно стійкими, якщо на поверхні часток є захисні шари: сольватні, подвійні електричні або адсорбційні. Наявність таких шарів на міжфазній поверхні приводить до зменшення поверхневого натягу і виникнення потенційного бар'єра, що перешкоджає зближенню часток на малі відстані.

Захисні шари на частках створюються переважно шляхом адсорбційного модифікування на поверхні. Адсорбцію проводять із розчинів ПАР або полімерів. Таким чином, на міжфазній поверхні можуть формуватися адсорбційні шари різної товщини і будови. Це дозволяє не тільки підвищити агрегативну стійкість дисперсних систем, але і вирішувати завдання досягнення необхідної ліофільності поверхні часток, усунення або створення гідрофільно-гідрофобної мозаїчності поверхні, зміни знака поверхневого електричного заряду. Адсорбція компонентів косметичного засобу на частках дисперсної фази визначає органолептичні властивості, такі, як запах, колір. У косметичних масках зміна параметрів змочування мінерального наповнювача дозволяє регулювати консистенцію і тактильні відчуття.

При фізичній адсорбції між адсорбатом і адсорбентом можливі тільки фізичні взаємодії, що не приводять до утворення нових хімічних зв'язків. Хімічна адсорбція (хемосорбція) супроводжується хімічною взаємодією між адсорбентом і адсорбатом, тоді як при іонообмінній адсорбції має місце обмін іонів між адсорбентом і адсорбатом.

Лабораторна робота № 9.

КОЛОРИМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ СОЛЮБІЛІЗУЮЧОЇ ЗДАТНОСТІ РОЗЧИНУ ПАР

Солюбiлiзуючу здатнiсть ПАР часто оцiнюють за допомогою масло-розчинних барвникiв, якi практично нерозчиннi у водi. Солюбiлiзацiя барвникiв спричиняє iнтенсивне забарвлення розчину ПАР. За оптичною густиною (A) розчину за допомогою калiбрувального графiка визначають кiлькiсть солюбiлiзованого барвника в одиницi об'єму розчину.

По концентрацiйнiй залежностi оптичної густини солюбiлiзованих розчинiв ПАР можна визначити ККМ, екстраполюючи початкову дiлянку кривої до перетинання з вiссю концентрацiї. Значення ККМ, знайденi за солюбiлiзацiєю барвника, як правило, заниженi (через вплив солюбiлiзата), але при цьому може бути отримана додаткова iнформацiя про кiнетику перерозподiлу солюбiлiзованої речовини i будову мiцели.

Дифiльна будова молекул ПАР визначає iх характерну колоїдну властивiсть – здатнiсть молекул i iонiв ПАР асоцiюватися в розчинi з утворенням мiцел рiзної структури. Достовiрно встановлено, що вуглеводневе ядро мiцел являється рiдким, що добре пояснює можливiсть утворення змiшаних мiцел ПАР, а також таку особливiсть мiцелярних розчинiв ПАР як можливiсть розчиняти (солюбiлiзувати) малорозчиннi у водi речовини.

Явище солюбiлiзацiї (колоїдної розчинностi) представляє значний практичний iнтерес. Воно широко застосовується при виробництвi косметичних препаратiв. Наприклад, малорозчиннi у водi косметичнi ароматизатори перебувають у косметичних композицiях, як правило, в емульгованому або солюбiлiзованому станi. Солюбiлiзованi косметичнi композицiї (тонiки, лосьони i iн.) являють собою термодинамiчно агрегативно стiйкi, прозорi рiдини або рiдини, що опалiсцiюють.

У водних розчинах ПАР при солюбiлiзацiї має мiсце рiвноважний розподiл гiдрофобної речовини мiж водною i мiцелярною фазами. Процес солюбiлiзацiї включає наступнi стадiї:

- розчинення солюбiлiзата у водi;
- дифузiя молекул солюбiлiзата з об'єму розчину до мiцели ПАР;
- перерозподiл солюбiлiзата в мiцелу (солюбiлiзацiя або колоїдна розчиннiсть).

При цьому незалежно вiд того рiдкою чи твердою є речовина, яка солюбiлізується, у мiцелi її стан є аналогiчним рiдкому стану.

Лабораторна робота № 10

Визначення концентрацiї та молярної маси пектинiв

Властивостi полiсахаридiв значною мiрою залежать вiд iх молярної маси. Тому працівникам, що мають справу з полiсахаридами, необхідно умiти визначати iх молярну масу. Найпростiшим методом визначення молярної маси ВМС є вiскозиметричний.

Методика роботи. В мірних колбах на 50 мл приготувати чотири розчини пектину в інтервалі концентрацій 0,1-1,0 г/100 мл (за вказівкою викладача). За допомогою капілярного віскозиметра Оствальда визначити в'язкість розчинів. Вимірювання полягають у порівнянні часу витікання (τ) даного об'єму розчину полімеру через капіляр віскозиметра з відповідним часом (τ_0) для розчинника. У широке коліно віскозиметра піпеткою ввести 10 мл розчинника. Грушою затягнути рідину вище верхньої мітки віскозиметра. Виміряти час витікання розчинника між верхньою та нижньою мітками τ_0 . Дослід повторити тричі та визначити середнє арифметичне значення часу витікання розчинника. Віскозиметр звільнити від розчинника і заповнити розчином пектину з найменшою концентрацією. Виміряти час витікання рідини τ . По черзі виміряти час витікання розчинів усіх приготованих концентрацій.