

**Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Уральский государственный медицинский
университет»
Министерства здравоохранения Российской Федерации
(ФГБОУ ВО УГМУ Минздрава России)**

Кафедра фармации и химии

ПРАКТИКУМ ПО КОЛЛОИДНОЙ ХИМИИ

**ЕКАТЕРИНБУРГ
2018**

Афанасьева Т. А., Тхай В. Д., Вовнова Т. М.

Практикум по коллоидной химии для студентов фармацевтического факультета. Екатеринбург: УГМУ, 2018. 48 с.

Рецензент: профессор, д. ф. н. Петров А. Ю.

ПРЕДИСЛОВИЕ

Одной из основных базисных дисциплин в подготовке провизоров, наряду с физической химией, является коллоидная химия. Она является теоретической основой для глубокого изучения специальных дисциплин: технология изготовления лекарственных препаратов, фармацевтическая химия, фармакология. Лабораторный практикум по коллоидной химии помогает формированию у студентов навыков экспериментальной работы, методов решения практических задач фармации.

Целью данного методического руководства является оказание помощи студентам фармацевтического факультета при подготовке и проведении лабораторных работ по основным разделам курса коллоидной химии.

Во введении кратко изложен теоретический материал по данной теме.

Схема оформления отчетов лабораторных работ:

1. дата выполнения работы;
2. название работы;
3. цель работы;
4. сущность метода выполнения работы;
5. последовательность выполнения работы;
6. результаты (таблицы и графики);
7. выводы;
8. применение материала по данной теме в фармации, медицине;
9. ответы на контрольные вопросы.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. К.И.Евстратова, Н.А.Купина, Е.Е.Малахова. Физическая и коллоидная химия. М.: Высшая школа, 1990
2. М.И.Равич-Щербо, В.В.Новиков. Физическая и коллоидная химия. М.: Высшая школа, 1980.
3. Ю.А.Ершов, В.А.Попков, А.С.Берлянд. Общая химия. М.: Высшая школа, 1993.
4. Д.А.Фридрихсберг. Курс коллоидной химии. Л.: Химия, 1984.

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|----|
| ПРЕДИСЛОВИЕ | 3 |
| РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА | 4 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1. | |
| ПОВЕРХНОСТНЫЕ ЯВЛЕНИЯ. АДСОРБЦИЯ | 6 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. | |
| ПОВЕРХНОСТНЫЕ ЯВЛЕНИЯ И АДСОРБЦИЯ. АДСОРБЦИЯ НА ГРАНИЦЕ ТВЕРДОЕ ТЕЛО – РАСТВОР | 12 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3. | |
| ПОЛУЧЕНИЕ КОЛЛОИДНО-ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ | 16 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4. | |
| УСТОЙЧИВОСТЬ И КОАГУЛЯЦИЯ КДС | 20 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5. | |
| ГРУБОДИСПЕРСНЫЕ СИСТЕМЫ | 23 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6. | |
| ПОЛУЧЕНИЕ РАСТВОРОВ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ (ВМС) | 27 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7. | |
| РАЗРУШЕНИЕ РАСТВОРОВ ВМС | 29 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8. | |
| СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ. СВОЙСТВА СТУДНЕЙ И ГЕЛЕЙ | 33 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9. | |
| ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРЕДНЕЙ МОЛЯРНОЙ МАССЫ ПОЛИВИНИЛОВОГО СПИРТА (ПВС) ВИСКОЗИМЕТРИ- ЧЕСКИМ МЕТОДОМ | 38 |
| ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 10. | |
| СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ СУСПЕНЗИЙ С ПОМОЩЬЮ ТОРСИОННЫХ ВЕСОВ | 43 |

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

ПОВЕРХНОСТНЫЕ ЯВЛЕНИЯ. АДсорбция

Введение

Актуальность темы обусловлена тем, что адсорбция широко распространена и играет важную роль в жизнедеятельности растительных и животных организмов. Процессы фотосинтеза, питания, обмена веществ характеризуются явлениями адсорбции на первых этапах превращений веществ. Так, первые стадии действия ферментов сводятся к адсорбции субстрата на поверхности ферментного комплекса.

Явления адсорбции нашли практическое применение при лечении инфекционных заболеваний (активированный уголь способен удерживать болезнетворные микроорганизмы – возбудители дизентерии, брюшного тифа и др.), выведении из организма ядовитых веществ и токсинов, очистке питьевой воды. Теория адсорбции объясняет возникновение некоторых болезней в организме человека (кессонная болезнь). Основанная на явлении адсорбции хроматография используется не только как метод анализа и идентификации веществ, но и при изготовлении лекарственных препаратов, инъекционных растворов.

В процессе обучения студенты, будущие провизоры, с темой «Адсорбция» могут встретиться при изучении следующих дисциплин: физика, фармакология, кожно-венерические болезни, судебная медицина, реанимация, психиатрия, хирургия, охрана окружающей среды, гигиена.

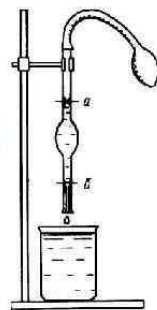
Для определения величины поверхностного натяжения, а следовательно, и поверхностной активности веществ, в данной лабораторной работе используется **метод сталагмометрии**.

Метод сталагмометрии заключается в счете числа капель стандартной жидкости, поверхностное натяжение которой известно (например, вода) и числа капель исследуемой жидкости, вытекающих через капилляр сталагмометра.

Методы определения поверхностного натяжения

можно определять различными методами:

- Подсчет капель (сталагмометрия – метод неточен) см рис.,
- Отрыв кольца,
- Поднятие жидкости в капилляре,
- Максимальное давление образования пузырька (см рис.)



Сталагмометр

Метод сталагмометрии основан на том, что в момент отрыва капли от капилляра сталагмометра сила тяжести капли равна поверхностному натяжению:

$$mg = 2\pi r\sigma, \text{ где}$$

r – радиус капилляра;

m – масса капли жидкости: $m = \frac{\rho V}{n}$;

V – объем жидкости в сталагмометре от верхней до нижней метки;

ρ – плотность;

n – число капель.

Для исследуемой жидкости x :

$$\frac{\rho_x V}{n_x} \cdot g = 2\pi r \cdot \sigma_x \Rightarrow \sigma_x = \frac{\rho_x \cdot V \cdot g}{n_x 2\pi r} \quad (*)$$

$\frac{V \cdot g}{2\pi r}$ – постоянная сталагмометра

Постоянную сталагмометра можно определить, зная число капель стандартной жидкости, например, H_2O (n_{H_2O}) и ее поверхностное натяжение

$$\frac{V \cdot g}{2\pi r} = \sigma_{\text{H}_2\text{O}} \frac{n_{\text{H}_2\text{O}}}{\rho_{\text{H}_2\text{O}}}$$

Подставив в уравнение (*), получаем

$$\sigma_x = \sigma_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \frac{n_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \rho_x}{\rho_{\text{H}_2\text{O}} \cdot n_x} -$$

уравнение для расчета поверхностного натяжения.

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

Расширить и закрепить знания по теоретическим основам физико-химии поверхностных явлений. Овладеть техникой измерения величины поверхностного натяжения жидкостей методом сталагмометрии. Исследовать влияние химической природы веществ на их поверхностную активность. Изучить зависимость адсорбции от природы адсорбента и растворителя.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

ОПЫТ 1. Определение поверхностной активности веществ

Выполнение: отсчитайте число капель стандартной жидкости и исследуемого раствора, вытекающих из сталагмометра в пределах верхней и нижней меток. Для каждого раствора опыт повторите два раза и выберите среднее значение. Сначала определите число капель при вытекании воды, затем водных растворов NaCl и Na-мыла. Результаты измерения занесите в табл. 1. Этот же сталагмометр возьмите для выполнения опыта 2.

Таблица 1

| Исследуемый раствор | Среднее число капель, n | σ , Эрг/см ² | ПАВ или ПИАВ | Полож. или отриц. адсорбция |
|---------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------|-----------------------------|
| Вода | | 72,75 | | |

| | | | | |
|-----------------|--|--|--|--|
| Раствор NaCl | | | | |
| Раствор Na-мыла | | | | |

Величины поверхностного натяжения рассчитайте по формуле:

$$\sigma_x = \sigma_{H_2O} \cdot \frac{n_{H_2O} \cdot \rho_x}{n_x \cdot \rho_{H_2O}}$$

где: σ_{H_2O} – 72,75 Эрг/см²;

n_{H_2O} – число капель воды;

n_x – число капель исследуемой жидкости;

ρ_x – плотность исследуемой жидкости, г/см³;

ρ_{H_2O} – плотность воды, г/см³.

ВЫВОДЫ:

1. На основании полученных результатов в таблице укажите поверхностно-активные и поверхностно-инактивные вещества. Поясните их свойства.
2. В результате какого явления происходит изменение σ при добавлении исследуемых веществ?
3. Изобразите изотермы поверхностного натяжения и адсорбции для NaCl и Na-мыла.

ОПЫТ 2. Определение солей желчных кислот в моче в двух пробах методом сталагмометрии

Методом сталагмометрии определите поверхностное натяжение мочи 1 и мочи 2. Среднее число капель воды, вытекающей из сталагмометра, возьмите из 1-ого опыта.

Поверхностное натяжение мочи в норме колеблется в пределах 57-68 Эрг/см².

Таблица 2

| Исследуемая жидкость | Среднее число капель, n | σ , Эрг/см ² | Концентрация желчи |
|----------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------|
|----------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------|

| | | | |
|----------|--|-------|--|
| Вода | | 72,75 | |
| Моча № 1 | | | |
| Моча № 2 | | | |

ВЫВОДЫ:

1. Поясните, почему σ мочи отличается от σ воды?
2. Укажите роль солей желчных кислот в моче (ПАВ или ПИАВ).
3. Зарисуйте изотерму поверхностного натяжения для солей желчных кислот.
4. Определите содержание солей желчных кислот (нормальное, выше нормы, ниже нормы). Покажите на изотерме.

ОПЫТ 3. Зависимость величины адсорбции от природы сорбтива

Выполнение: в пробирку налейте смесь (1:1) водных растворов метиленовой сини и эозина (флуоресцина) и добавьте немного измельченного мела. Содержимое пробирки взболтайте и фильтруйте через предварительно смоченный фильтр на воронке. Сравните цвет полученного фильтрата с цветом исходной смеси красителей.

ПРИМЕЧАНИЕ: формула метиленовой сини – $C_{16}H_{18}N_3^+Cl^-$, флуоресцина – $C_{20}H_{12}O_5$, эозина – $C_{20}H_8O_5Br_4$.

ВЫВОДЫ:

1. Учитывая взаимную полярность сорбента и красителей, поясните, почему сорбируется только метиленовая синь.
2. Укажите вид адсорбции красителя на меле.
3. Составьте схему адсорбции.
4. Выполняются ли правила адсорбции: основное и Ребиндера.

ОПЫТ 4. Зависимость величины адсорбции от природы растворителя

Выполнение: в одну пробирку налейте около 5 мл водного раствора метиленовой сини, а в другую – столько же спиртового раствора этого красителя. В каждую

пробирку добавьте равные порции активированного угля. Содержимое пробирок взболтайте и быстро фильтруйте. Сравните окраски фильтратов. Аналогично проведите опыт адсорбции на меле.

ВЫВОДЫ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Оцените влияние химической природы веществ на их поверхностную активность.
2. Определите зависимость адсорбции от природы адсорбента и растворителя.
3. Поясните, почему краситель лучше адсорбируется из водного раствора, учитывая полярность сорбента и растворителей (правило Ребиндера).
4. Сравните величину адсорбции красителя на угле и меле.
5. Составьте схемы адсорбции.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Сравните поверхностное натяжение воды и водных растворов: NaCl, Na₂SO₄, этилового спирта, стирального порошка «Лотос», к какому типу веществ относятся эти вещества: ПАВ или ПИАВ? Изобразите изотермы поверхностного натяжения для этих растворов.
2. Исследуйте влияние природы сорбента и сорбтива на процесс адсорбции на примере: водный раствор метиленовой сини C₁₆H₁₈N₃⁺Cl⁻, водный раствор FeCl₃, адсорбент – уголь. Сделайте выводы о влиянии природы растворителя на процесс адсорбции. Составьте схемы адсорбции.
3. Исследуйте процесс адсорбции красителя метил-виолет на угле и на меле из водного и спиртового растворов. Сделайте выводы о влиянии природы растворителя на процесс адсорбции. Сравните полноту адсорбции на угле и на меле. Составьте схемы адсорбции.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 ПОВЕРХНОСТНЫЕ ЯВЛЕНИЯ И АДСОРБЦИЯ. АДСОРБЦИЯ НА ГРАНИЦЕ ТВЕРДОЕ ТЕЛО – РАСТВОР

Введение

Адсорбция – концентрирование вещества из объема фаз на поверхности раздела между ними, например, газа или раствора на поверхности твердого тела. Адсорбция применяется в фармацевтической технологии для очистки воды, глюкозы, извлечения компонентов из растительного сырья, адсорбционной сушки и т.д.

Адсорбционными свойствами обладают активированный уголь, бентонит, белая глина, карбонат кальция, гидроксид алюминия, крахмал и т.д.

1. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА. Адсорбция уксусной кислоты на угле

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

Научиться экспериментально определять величину адсорбции из растворов твердыми сорбентами. Рассчитать удельную адсорбцию CH_3COOH на угле, построить изотерму адсорбции.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

1. Из исходного раствора уксусной кислоты с молярной концентрацией 0,4 моль/л приготовьте по 100 мл последовательным разбавлением вдвое пять растворов следующих концентраций: 0,2; 0,1; 0,05; 0,025; моль/л.
2. В шесть сухих склянок с пробками добавьте по 1 г активированного угля, предварительно растертого в ступке в порошок.
3. В каждую из склянок влейте по 50 мл приготовленных растворов уксусной кислоты и энергично встряхивайте в течение 30 мин.
4. Определите точную концентрацию исходных растворов кислоты путем титрования 0,1 М раствором щелочи с фенолфталеином. Для титрования отберите пипеткой объемы кислоты, указанные в табл. 1. Титрование каждого раствора проводите не менее 2 раз. Если результаты титрования отличаются более чем на 0,2 мл, титрование повторите.

Таблица 1

Результаты титрования

| Приближенная концентрация исходных растворов кислоты, моль/л | 0,4 | 0,2 | 0,1 | 0,05 | 0,025 |
|---|-----|-----|-----|------|-------|
| Объем раствора кислоты для титрования, мл | 2 | 5 | 10 | 20 | 20 |
| $V_{\text{щелочи}}$ в точке эквивалентности при титровании до адсорбции, мл | | | | | |
| $V_{\text{щелочи}}$ в точке эквивалентности | | | | | |

| | | | | | |
|--|--|--|--|--|--|
| при титровании после адсорб- ции, мл | | | | | |
|--|--|--|--|--|--|

Концентрацию растворов кислоты рассчитайте по закону эквивалентов по формуле: $v_{\text{NaOH}}^{\ominus} = v_{\text{CH}_3\text{COOH}}^{\ominus}$.

Поскольку NaOH – однокислотное основание, CH₃COOH – одноосновная кислота, то молярная концентрация раствора совпадает с молярной концентрацией эквивалента кислоты (щелочи). Поэтому $v_{\text{NaOH}}^{\ominus} = C_{\text{щ}}^{\ominus} \cdot V_{\text{щ}}$, а $v_{\text{CH}_3\text{COOH}}^{\ominus} = C_{\text{к}}^{\ominus} \cdot V_{\text{к}}$; отсюда:

$$C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = C_{\text{CH}_3\text{COOH}} \cdot V_{\text{CH}_3\text{COOH}}$$

$$C_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot \bar{V}_{\text{NaOH}}}{V_{\text{CH}_3\text{COOH}}},$$

где $C_{\text{CH}_3\text{COOH}}$ – молярная концентрация раствора кислоты, моль/л;

$V_{\text{CH}_3\text{COOH}}$ – объем раствора кислоты, мл;

C_{NaOH} – молярная концентрация раствора щелочи, моль/л;

\bar{V}_{NaOH} – средний объем щелочи по результатам титрования, мл.

5. Отфильтруйте смеси после адсорбции, отдельно из каждой склянки, отбрасывая первые порции фильтра.

6. Определите равновесную концентрацию растворов уксусной кислоты после адсорбции путем титрования 0,1 М раствором натриевой щелочи, соблюдая те же правила, что и при определении начальной концентрации кислоты (см. раздел 4).

7. Рассчитайте величину адсорбции в ммоль/г по формуле:

$$A = \frac{C_0 - C}{m} \cdot V,$$

где C_0 – исходная концентрация раствора уксусной кислоты, ммоль/л;

C – равновесная концентрация раствора уксусной кислоты после адсорбции, ммоль/л;

V – объем раствора кислоты, взятый для адсорбции, л;

m – масса адсорбента, г.

8. Полученные результаты занесите в табл. 2.

Таблица 2

Результаты эксперимента

| № пп | C_0 , ммоль/л | $C_{\text{равн.}}$, ммоль/л | A , ммоль/г |
|------|-----------------|------------------------------|---------------|
| 1 | | | |
| 2 | | | |
| 3 | | | |
| 4 | | | |
| 5 | | | |
| 6 | | | |

ВЫВОДЫ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

Запишите экспериментально определенную величину адсорбции уксусной кислоты на угле.

Зарисуйте схему адсорбции уксусной кислоты на угле из водного раствора.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Сравните величины адсорбции на угле уксусной и пропионовой кислоты. Изобразите на графике (качественно) изотермы адсорбции этих веществ.

2. Изобразите схемы адсорбции на угле и меле бутанола-1 из водного раствора. Сравните степень адсорбции. Ответ поясните.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 ПОЛУЧЕНИЕ КОЛЛОИДНО-ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ

Введение

Коллоидные растворы широко распространены в природе и играют большую роль в функционировании живых организмов. Биологические жидкости организма (кровь, моча, слюна и др.), содержащие малорастворимые соли кальция, магния, а также холестерин и другие вещества, представляют собой коллоидные растворы. Изменение их состояния может быть причиной некоторых заболеваний организма.

Многие лекарственные формы также являются коллоидными растворами. Коллоидные процессы являются технологическими операциями приготовления лекарственных препаратов. Так, изготовление эмульсий, мазей, кремов сводится к диспергированию лекарственных веществ в подходящих средах.

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

1. Дать общую характеристику КДС и сформулировать необходимые условия их получения.
2. Рассмотреть методы получения КДС и строение коллоидных частиц.

3. Научиться экспериментально получать коллоидные растворы и определять знак заряда коллоидных частиц.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

ОПЫТ 1. Получение коллоидного раствора берлинской лазури (железа (III) гексацианоферрата (II))

а) к 5 мл раствора $K_4[Fe(CN)_6]$ $\omega = 1 \%$ добавьте 1-2 капли раствора $FeCl_3$ $\omega = 2 \%$. Укажите цвет полученного коллоидного раствора;

б) к 5 мл раствора $FeCl_3$ добавьте 4-5 капель раствора $K_4[Fe(CN)_6]$. Также укажите цвет полученного раствора.

Определите знак заряда гранулы в полученных коллоидных растворах капиллярным методом.

Капиллярный метод определения знака заряда гранулы.

На фильтровальную бумагу поместите каплю коллоида. Наблюдайте и зарисуйте края пятна. На отрицательно заряженной поверхности бумаги капля КДС с положительно заряженными гранулами образует пятно с четкими краями, т.к. происходит адсорбция частиц КДС. Капля КДС с отрицательно заряженными гранулами образует пятно с размытыми краями «лучиками», т.к. коллоид растекается по капиллярам бумаги, не сорбируясь.

ВЫВОДЫ:

1. Определите метод получения КДС.
2. Запишите уравнение реакции.
3. Укажите стабилизатор для коллоида а) и б).
4. Покажите строение частиц коллоида. Напишите формулы мицелл. Укажите их составные части.
5. Определите знак заряда гранулы зольей. Подтвердите это капиллярным методом. Зарисуйте фильтровальную бумагу, с помещенными на ней каплями КДС.

ОПЫТ 2. Получение коллоидного раствора гидроксида железа (III) различными способами

а) к 50 мл кипящей воды быстро, но по частям, прилейте 10 мл раствора хлорида железа (III). $\omega(\text{FeCl}_3) = 2\%$. Полученный золь имеет красно-бурый цвет;

б) к 2 мл раствора FeCl_3 прилейте 0,2 мл NaOH . Выпадет осадок гидроксида железа (III). К полученному осадку по каплям добавляйте раствор FeCl_3 до его исчезновения.

ВЫВОДЫ:

1. Определите метод получения КДС.
2. Запишите уравнение реакции.
3. Укажите стабилизатор.
4. Покажите строение частиц коллоида. Напишите формулы мицелл. Укажите их составные части.

ОПЫТ 3. Получение коллоидного раствора серы

К 5 мл раствора серной кислоты добавьте 5 мл тиосульфата натрия $C = 0,1$ моль/л. Через некоторое время наблюдайте появление опалесценции.

ВЫВОДЫ:

1. Определите метод получения КДС.
2. Укажите стабилизатор.
3. Покажите строение частиц коллоида. Напишите формулы мицелл. Укажите их составные части.

ОПЫТ 4. Получение коллоидного раствора канифоли

К 20 мл воды, нагретой до появления пара, прилейте 1 мл спиртового раствора канифоли $\omega = 1\%$. Наблюдайте образование коллоидного раствора.

ВЫВОДЫ:

1. Определите метод получения КДС.
2. Укажите стабилизатор.

3. Покажите строение частиц коллоида. Напишите формулы мицелл. Укажите их составные части.

ВЫВОДЫ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Какие методы получения КДС использованы в данной лабораторной работе?
2. Какие условия необходимы для получения КДС?

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Что такое коллоидно-дисперсные системы?
2. Какие методы получения КДС известны?
3. Биологическая роль КДС. Примеры.
4. Виды стабилизаторов. На чем основано их действие?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4 УСТОЙЧИВОСТЬ И КОАГУЛЯЦИЯ КДС

Введение

Устойчивость и коагуляция коллоидных систем является одной из центральных проблем коллоидной химии; имеет большое практическое значение в фармации, медицине, биологии. Процессы коагуляции имеют большое значение для жизнедеятельности организмов, т.к. коллоиды клеток и биологические жидкости (кровь, желчь, моча) подвержены коагуляции и постоянно испытывают воздействие электролитов. Поэтому для сохранения постоянства физико-химических условий в организме и при экспериментах *in vitro* необходимо соблюдать постоянство не только концентраций, но и качественного состава электролитов. Старение и разрушение коллоидных растворов может происходить вследствие высаливающего и коагулирующего действия электролитов при их добавлении к коллоидному раствору.

При длительном хранении настоек, в силу указанных выше причин, возможна коагуляция экстрактивных веществ, находящихся в настойках в коллоидном состоянии. Выделение экстрактивных веществ в осадок может сопровождаться адсорбцией на их поверхности действующих веществ, в том числе ядовитых, что необходимо учитывать при изготовлении лекарств с

настойками, содержащими алкалоиды и другие ядовитые вещества. Поэтому в фармации для обеспечения устойчивости препаратов коллоидной дисперсности широко используют защитное действие ВМС.

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

1. Рассмотреть устойчивость КДС и факторы устойчивости.
2. Изучить механизм коагуляции электролитами. Рассмотреть правило аддитивности, антагонизма и синергизма ионов.
3. Экспериментально определить порог коагуляции электролита. Определить зависимость коагулирующей способности иона электролита от его заряда. Проверить выполнение правила Шульце-Гарди.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

ОПЫТ 1. Определение порога коагуляции электролита

В 5 пробирок налейте по 9 мл раствора NaCl различной концентрации, в другие 5 пробирок – по 9 мл раствора MgSO₄ также различной концентрации. В каждую пробирку добавьте по 1 мл золя Fe(OH)₃ и перемешайте. Наблюдайте появление помутнения в пробирках. Смотрите в пробирку сверху: если раствор остался прозрачным – коагуляции нет (-), если помутнел – коагуляция есть (+). Результаты наблюдений занесите в таблицу. Для каждого электролита отметьте пороговую концентрацию.

Таблица

| Элект-ролит | Концентрация электролита, моль/л | | | | | Пороговая концентрация моль/л | Порог коагуляции ммоль/л | Коагулирующее действие | Ион, вызывающий коагуляцию |
|-------------|----------------------------------|---|---|---|---|-------------------------------|--------------------------|------------------------|----------------------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | | | |
| | | | | | | | | | |

| | | | | | | | | | |
|------|--|--|--|--|--|--|--|--|--|
| NaCl | | | | | | | | | |
| MgSO | | | | | | | | | |
| 4 | | | | | | | | | |

Рассчитайте для каждого электролита порог коагуляции и коагулирующее действие.

ВЫВОДЫ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Покажите строение мицеллы золя $\text{Fe}(\text{OH})_3$, полученного по реакции обмена.
2. Сравните коагулирующее действие NaCl и MgSO_4 . Какие ионы вызывают коагуляцию?
3. Объясните различия в коагулирующем действии этих электролитов.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Какие вещества могут обладать защитным действием по отношению к коллоидным растворам? Что является мерой защитной способности вещества?
2. Напишите мицеллу иодида серебра (стабилизатор – нитрат серебра). Какой из электролитов: KCl , KNO_3 , K_3PO_4 будет обладать наиболее сильным коагулирующим действием?
3. Пороги коагуляции электролитов KCl , MgCl_2 , AlCl_3 соответственно равны, ммоль/л: 50; 0,717; 0,093. Определите знак заряда коллоидной частицы.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 ГРУБОДИСПЕРСНЫЕ СИСТЕМЫ

Грубодисперсные системы (ГДС) широко распространены в природе, имеют большое значение в биологической и медико-санитарной практике. Многие лекарственные препараты готовятся в виде грубодисперсных систем. Порошки, пасты, суспензии («Антигриппин», «Алмагель»), эмульсии, мази и кремы («Санорин», «Левомиколь»), пены («Пантенол») используются для лечения заболеваний внутренних органов, кожи, слизистой оболочки. Аэрозоли («Каметон», «Тантум Верде») широко применяются для введения лекарственных препаратов в организм через дыхательные пути.

Изучение способов получения и свойств ГДС необходимо фармацевтам для качественного приготовления лекарств.

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

1. Овладеть методами получения и осаждения ГДС.
2. Изучить свойства ГДС.
3. Научиться определять тип эмульсий.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

ОПЫТ 1. Получение порошка мела

Кусочек мела разотрите пестиком в фарфоровой ступке. Полученный порошок оставьте для следующего опыта.

ВЫВОДЫ:

1. Какое вещество является дисперсной фазой и что является средой?
2. Какой метод получения порошка был использован?

ОПЫТ 2. Получение суспензии мела

В пробирку насыпьте немного порошка мела, полученного в опыте 1, и налейте 5 мл воды. Взболтайте содержимое.

ВЫВОДЫ:

1. Какой метод получения ГДС был использован?
2. Какой тип суспензии получен?
3. Какие вещества выполняют роль стабилизатора, дисперсной фазы и среды?
4. Покажите строение частицы суспензии.

ОПЫТ 3. Получение суспензии иода

К спиртовому раствору иода прилейте воды до выпадения кристаллов иода.

ВЫВОДЫ:

1. Какой метод получения суспензии был использован? Опишите механизм осаждения.
2. Какой тип суспензии получен?
3. Какие вещества выполняют роль стабилизатора, дисперсной фазы и среды?
4. Покажите строение частицы суспензии.

ОПЫТ 4. Получение пены

Налейте в пробирку 5 мл воды и через капиллярную трубку продуйте воздух. Повторите опыт, заменив воду раствором мыла.

ВЫВОДЫ:

1. Объясните, почему пена не образуется в чистой воде и образуется в растворе мыла.
2. Какие вещества выполняют роль дисперсной фазы, среды, стабилизатора (пенообразователя)?
3. Покажите строение пены.
4. Какой метод получения ГДС был использован?

ОПЫТ 5. Получение эмульсии масла

В одну пробирку налейте 3 мл дистиллированной воды, в другую – 2 мл дистиллированной воды и 1 мл 2 % раствора мыла. В каждую пробирку добавьте 5-6 капель масла и тщательно встряхните. Устойчивую эмульсию сохраните для следующего опыта.

ВЫВОДЫ:

1. Почему в первой пробирке жидкости быстро расслоились?
2. Объясните образование устойчивой эмульсии во второй пробирке.
3. Какие вещества выполняют роль дисперсной фазы, среды и стабилизатора (эмульгатора)?
4. Покажите строение эмульсии, укажите ее тип.
5. Какой метод получения эмульсии был использован?

ОПЫТ 6. Определение типа эмульсии

а) метод смешивания

Поместите на предметное стекло каплю эмульсии (полученную в опыте 5), рядом – каплю воды. Наклоняя стекло, приведите обе капли в соприкосновение. Наблюдайте, сольются ли обе капли в одну.

ВЫВОДЫ:

1. С дисперсной фазой или средой взаимодействует вода?
2. Определите тип эмульсии

б) метод адсорбции

На фильтровальную бумагу нанесите каплю эмульсии. Наблюдайте, будет ли происходить адсорбция.

ВЫВОДЫ:

1. Каким сорбентом является фильтровальная бумага: полярным или неполярным?
2. Определите тип эмульсии.

ОПЫТ 7. Осаждение эмульсии

В пробирку налейте 2-3 мл молока. Затем добавьте 2-3 капли раствора CaCl_2 . Отметьте, что изменений не произошло. Пробирку с молоком нагрейте на водяной бане до выпадения осадка.

ВЫВОДЫ:

1. Покажите строение эмульсии.
2. Укажите тип эмульсии и эмульгатора.
3. Объясните, почему не происходит коалесценции при добавлении раствора CaCl_2 .
4. Опишите механизм «коллоидной защиты».
5. Почему при нагревании выпадает осадок?

Выводы по лабораторной работе представьте в виде заполненной таблицы:

| Вид ГДС | Агрегатное состояние и полярность | | Наличие стабилизатора и его тип | Примеры |
|--------------|-----------------------------------|----|---------------------------------|---------|
| | ДФ | ДС | | |
| 1. порошок | | | | |
| 2. суспензия | | | | |
| 3. пена | | | | |
| 4. эмульсия | | | | |

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Сравните агрегативную и кинетическую устойчивость ГДС, КДС и растворов НМС.
2. Какие виды ГДС можно получить, если имеются: вода; толуол; бутанол-1; $Mg(OH)_2$? Для каждой ГДС покажите строение частицы дисперсной фазы, укажите способ получения.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6 ПОЛУЧЕНИЕ РАСТВОРОВ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ (ВМС)

Введение

По происхождению ВМС подразделяются на природные и синтетические. К важнейшим природным полимерам относятся белки и полисахариды. Белки являются основой всех живых организмов. Они составляют существенную часть живой клетки и обеспечивают ее жизнедеятельность. Белки входят в состав кожи, мышц, сухожилий, нервов и крови, а также ферментов и гормонов, содержатся во многих растительных и животных продуктах.

Из синтетических ВМС в фармации используются поливиниловый спирт, поливинилпир-ролидон, полиэтиленоксиды. Они применяются в качестве стабилизаторов суспензий, эмульсий, а также для приготовления мазевых и суппозиторных основ. Особенности получения растворов ВМС необходимо учитывать при приготовлении лекарственных препаратов.

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

1. Познакомиться с процессом получения растворов ВМС, его особенностями и влиянием различных факторов на переход ВМС в раствор.
2. Познакомиться с объяснением снижения растворимости ВМС в присутствии электролитов, понятием лиотропных рядов.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

ОПЫТ 1. Выделение тепла при набухании крахмала

Налейте в стаканчик около 10 мл воды и измерьте ее температуру. Добавьте примерно 2 г крахмала, перемешайте и отметьте показания термометра. Укажите Δt .

ВЫВОДЫ:

Дайте объяснение изменению температуры на этой стадии набухания ВМС.

ОПЫТ 2. Получение истинного раствора желатина (животный белок) в воде

Измельченный желатин поместите в пробирку и добавьте холодной дистиллированной воды. Дайте ему набухнуть, после этого установите пробирку в стакан с горячей водой, стоящий на электроплитке («водяная баня»). Нагрейте желатин в пробирке до его растворения.

ВЫВОДЫ:

1. Приведите схему получения раствора ВМС.
2. Объясните различие в условиях прохождения двух стадий его набухания (с термодинамической точки зрения).
3. Приведите строение частиц белка в воде.

ВЫВОДЫ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. В чем заключаются особенности получения растворов ВМС?

2. Стадии процесса растворения ВМС.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. От каких факторов зависит растворение ВМС?
2. Тепловые эффекты стадий процесса растворения.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7 РАЗРУШЕНИЕ РАСТВОРОВ ВМС

Введение

Растворы ВМС очень устойчивы, т.к. они лиофильны и гомогенны. При нарушении этих двух свойств растворы ВМС разрушаются. Вариантов разрушения два. Первый называется *высаливанием*, при нем не изменяется структура белка. Второй – *денатурация* – приводит к изменению структуры белка.

Высаливание происходит при введении в раствор электролитов и неэлектролитов, обладающих дегидратирующим действием, в результате чего наблюдается выпадение белка в осадок. При использовании раствора высаливающего агента разной концентрации возникает возможность фракционного высаливания белков с различной молекулярной массой. Если высаливающая активность реагента недостаточна, то при выделении ВМС возможно образование промежуточного продукта – коацервата. Это свойство растворов ВМС используется при микрокапсулировании лекарств пролонгированного действия с неприятным запахом и вкусом.

Денатурация белков связана с глубокими изменениями структуры белка при воздействии физических и химических факторов. Изменения внутри- и

межмолекулярных связей могут быть объяснены протонированием основных группировок ($-NH_2$, $-COO^-$), разрушением s-s мостиков, образованием гидрофобных хелатов и т.д.

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

1. Познакомиться с высаливанием белков: а) по схеме Кройта (при этом сделать выводы о факторах устойчивости ВМС) и б) с использованием свойств веществ в лиотропных рядах Гофмейстера.
2. Познакомиться с процессом денатурации белка растворами кислот, солей тяжелых металлов.
3. Разобраться с объяснением явления «коллоидной защиты», имеющим большое биологическое значение.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

ОПЫТ 1 (демонстрационный). Осаждение ВМС по схеме Кройта

В 3 пробирки наливают примерно по 3 мл раствора белка куриного яйца. В первую добавляют разбавленный раствор $(NH_4)_2SO_4$, во вторую – осушенный спирт, в третью – сухой раствор $(NH_4)_2SO_4$. Отмечают и записывают результаты наблюдения. Затем в первую пробирку добавляют осушенный спирт, во вторую – разбавленный раствор $(NH_4)_2SO_4$. Результаты наблюдения записывают.

ВЫВОДЫ:

1. Приведите схему Кройта. Укажите результаты наблюдения после добавления разбавленного раствора $(NH_4)_2SO_4$ и осушенного спирта к раствору белка. Объясните различие в этих случаях. Укажите основной и дополнительный факторы устойчивости.
2. Объясните механизм высаливания белка.

ОПЫТ 2. Осаждение белков кислотами. Проба Геллера (действие концентрированной HNO_3)

К 5 каплям концентрированной HNO_3 в пробирке осторожно добавьте 3 капли раствора белка. На границе двух жидкостей наблюдайте образование белого кольца.

ВЫВОДЫ:

1. Механизм денатурации белка при действии концентрированной HNO_3 .
2. Является ли этот процесс обратимым?

ОПЫТ 3. Осаждение белков солями тяжелых металлов (Cu^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+}) и образование КДС внутрикомплексного соединения

К 10 каплям раствора белка добавьте 2 капли 10 %-го раствора CuSO_4 . Наблюдайте выпадение осадка. Затем добавьте еще раствора CuSO_4 . Запишите наблюдения.

ВЫВОДЫ:

1. Напишите уравнение реакции и объясните механизм денатурации белка в рассматриваемом случае.
2. Объясните, почему реакция является необратимой?
3. Объясните исчезновение осадка при добавлении избытка раствора CuSO_4 .

ОПЫТ 4. Явление «коллоидной защиты»

Налейте в 2 пробирки по 5 мл коллоида $\text{Fe}(\text{OH})_3$, но в одну добавьте 5 мл раствора желатина. Прилейте по 6-7 капель разбавленного раствора $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Наблюдайте помутнение в той из них, в которой отсутствует желатин.

ВЫВОДЫ:

1. Сделайте вывод об устойчивости КДС, защищенного желатином, дайте объяснение.

2. Приведите примеры проявления защиты белками крови КДС и частиц холестерина, присутствующих в ней.
3. Когда явление «коллоидной защиты» используется для диагностики заболевания
4. Что происходит при снятии «коллоидной защиты»?

ВЫВОДЫ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Факторы устойчивости растворов ВМС. Какой фактор является основным?
2. Высаливание и денатурация – отличие в механизмах этих явлений.
3. Как выбрать электролит для высаливания белков?

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Какой электролит обладает лучшим высаливающим действием NaCl или $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$?
2. Какие виды денатурации белков известны? Какие явления вызывают денатурацию? Приведите примеры.
3. Биологическая роль осаждения ВМС из растворов. Примеры.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8 СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ. СВОЙСТВА СТУДНЕЙ И ГЕЛЕЙ

Введение

Процессы образования студней и гелей в концентрированных дисперсных системах называются структурообразованием. В живом организме примером студня, образованного молекулами ВМС, служат протоплазма клетки, кожа, хрусталик глаза, клеточные мембраны. Для этих систем, как для любого студня, характерны процессы обезвоживания, набухания; свойства пластичность, эластичность, способность восстанавливать форму после механического воздействия; такие необычные свойства, как старение (синерезис), способность разжижаться при механических воздействиях (тиксотропия), образование осадков в виде отдельных слоев или колец (периодические реакции). Биологическая роль синерезиса проявляется в уменьшении проницаемости клеточных мембран, ухудшении зрения в пожилом возрасте, старении кожи человека и многих других процессах. Образование слоистых камней в желчном

пузыре и почках объясняется периодическими реакциями в соответствующих биологических жидкостях.

Растворы ВМС используют в технологии изготовления лекарственных и вспомогательных веществ. В зависимости от концентрации они образуют растворы различной вязкости.

ВМС используются в технологии практически всех лекарственных форм: как основа для мазей, суппозитариев, пилюль и др.; как стабилизаторы; как пролонгирующие компоненты; как вещества, исправляющие вкус; кроме того, как упаковочные и укупорочные материалы.

Введение в технологию новых ВМС позволило создать новые лекарственные формы: многослойные таблетки длительного действия; спансулы (гранулы, пропитанные растворами ВМС); глазные лекарственные пленки; микрокапсулы; детские лекарственные формы и др.

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

1. Научиться получать студни и гели.
2. Ознакомиться со свойствами студней и гелей.

ПРИМЕЧАНИЕ: опыты № 6, 7, 8 необходимо выполнить за 3-4 недели до проведения этой лабораторной работы.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ РАБОТЫ

ОПЫТ 1. Получение геля кремниевой кислоты.

Исследование свойств ксерогеля

1.1 В пробирку налейте 5 мл 20 %-го раствора силиката натрия и 3 мл 2 н раствора серной кислоты, сразу же перемешайте. Аморфный продукт быстро переходит в гель. Механически перемешайте образовавшийся гель, запишите наблюдения. Посмотрите, будет ли происходить повторное гелеобразование.

1.2. В пробирку положите несколько кусочков ксерогеля кремниевой кислоты, добавьте 5 мл

дистиллированной воды, перемешайте. Запишите наблюдения.

ВЫВОДЫ:

1. Запишите уравнение получения кремниевой кислоты.
2. Определите, какой из реагентов в избытке.
3. Постройте мицеллу золя кремниевой кислоты с выбранным стабилизатором.
4. Приведите схему гелеобразования, укажите условия и механизм протекания этого процесса, факторы, влияющие на него.
5. Объясните, в чем заключается отличие процессов гелеобразования и коагуляции КДС?
6. Объясните. При каких условиях возможен переход геля в золь? Что такое тиксотропия?
7. Как получают ксерогель? Возможно ли набухание «ксерогеля»?
8. Является ли гелеобразование обратимым процессом?
9. Существуют ли золи, которые не превращаются в гели ни при каких условиях?

ОПЫТ 2. Получение студня желатина

2.1. В пробирку налейте 2-3 мл горячего 6 %-го раствора желатина и охладите под струей холодной воды. Что образовалось в результате этого опыта? Запишите наблюдения.

2.2. В пробирку насыпьте небольшое количество измельченного желатина, добавьте холодной дистиллированной воды, перемешайте и дайте постоять 10-15 минут. Что образовалось в результате этого опыта? Запишите наблюдения.

ВЫВОДЫ:

1. Какой процесс называют застудневанием, какой – набуханием?
2. Приведите схему застудневания, укажите условия и механизм протекания этого процесса, факторы, влияющие на него.

3. Как из студня получить сухое ВМС?
4. Как получить гель методом набухания?

ОПЫТ 3 (демонстрационный). Периодические реакции в тонких пленках студня

Приготовьте концентрированный раствор желатина, добавьте к нему соль $K_2Cr_2O_7$, раствор залейте тонкой пленкой в чашку Петри и охладите. После того, как пройдет процесс образования студня, в середину чашки нанесите несколько капель раствора $AgNO_3$. Через несколько недель наблюдайте образование осадка в виде колец. Полученную слоистую структуру называют «кольца Лизеганга».

ВЫВОДЫ:

1. Какая реакция протекает в студне?
2. Зарисуйте образовавшиеся слои осадка.
3. Объясните причину периодического отложения осадков в студне.
4. Объясните, почему от центра к краю чашки расстояние между слоями осадка увеличивается, а их толщина уменьшается?

ОПЫТ 4 (демонстрационный). Периодические реакции в толстом слое студня

Приготовьте концентрированный раствор желатина, добавьте к нему соль $MgCl_2$, раствор залейте в пробирку и охладите. После того, как пройдет процесс образования студня, в пробирку налейте 1 мл раствора NH_4OH . Через несколько недель наблюдайте образование осадка в виде слоев. Полученную слоистую структуру называют «кольца Лизеганга».

ВЫВОДЫ:

1. Какая реакция протекает в студне?
2. Зарисуйте образовавшиеся слои осадка.
3. Объясните причину периодического отложения осадков в студне.

4. Объясните, почему в пробирке сверху вниз расстояние между слоями осадка увеличивается, а их толщина уменьшается?

ОПЫТ 5 (демонстрационный). Определение состава синергической жидкости

Концентрированный раствор крахмала залейте в пробирку и охладите. Полученный студень оставьте в холодильнике на 2-4 недели. За это время на поверхности студня выделяется жидкость. Цель опыта – исследовать ее состав. Для этого к студню крахмала добавьте водный раствор I_2 . Наблюдения запишите.

ВЫВОДЫ:

1. Что называют синерезисом?
2. В чем заключается механизм этого процесса?
3. Чем является синергическая жидкость: чистым растворителем или разбавленным раствором ВМС?

ВЫВОДЫ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

1. Факторы, влияющие на геле- и студнеобразование.
2. Какие основные свойства студней и гелей изучены?

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Оцените скорость синерезиса при $pH_{\text{раствора}} = \text{ИЭТ}$.
2. Как определить ИЭТ белка по степени застудневания? Опишите методику определения.
3. На каких пищевых продуктах можно легко пронаблюдать явление синерезиса?
4. Дайте краткую характеристику процессов студне- и гелеобразования

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРЕДНЕЙ МОЛЯРНОЙ
МАССЫ ПОЛИВИНИЛОВОГО СПИРТА (ПВС)
ВИСКОЗИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Введение

Вязкость (динамическая) – свойство текучих тел (жидкостей и газов) оказывать сопротивление перемещению одной их части относительно другой.

Течение жидкости можно рассматривать как перемещение тонких слоев жидкости, движущихся параллельно друг другу. Слой жидкости, непосредственно прилегающие к твердой поверхности, можно считать неподвижным. Остальные слои двигаются относительно неподвижного слоя. Чем дальше слои жидкости отстоят от поверхности, тем больше скорость их движения.

Различают несколько видов вязкости. Они представлены в таблице 1.

Таблица 1

| № пп | Вид вязкости | Обозначение | Формула | Примечание |
|---------|--------------|-------------|---------|------------|
|---------|--------------|-------------|---------|------------|

| | | | | |
|----|---|---------------|---|---|
| 1. | Вязкость динамическая (или просто вязкость) | η | $\eta = \frac{F}{S} \cdot \frac{dx}{dv}$ | F – сила; S – поверхность перемещаемых слоев; dx/dv – градиент скорости |
| 2. | Вязкость кинематическая | ν | $\nu = \eta / \rho$ | ρ – плотность жидкости |
| 3. | Вязкость относительная | $\eta_{от}$ | $\eta_{от} = \eta / \eta_0$ | η – вязкость раствора; η_0 – вязкость чистого растворителя |
| 4. | Вязкость удельная | $\eta_{уд}$ | $\eta_{уд} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0}$ | - * - |
| 5. | Вязкость приведенная | $\eta_{прив}$ | $\eta_{прив} = \frac{\eta_{уд}}{C}$ | C – концентрация вещества |
| 6. | Вязкость характеристическая (используется, если зависимость $\eta_{прив}$ от C является нелинейной) | $[\eta]$ | $[\eta] = \lim_{C \rightarrow 0} \eta_{прив}$ | |

Определение средней молярной массы полимера

Наибольшее распространение для определения молярной массы полимеров получило соотношение Марка-Куна-Хаувинка:

$$[\eta] = KM^\alpha, \quad (1)$$

где α – (как и K) – постоянная для данного гомологического ряда и растворителя.

Значение α лежит, в основном, в пределах от 0,5 до 1,0. По известным значениям $[\eta]$, K и α вычисляют M. Логарифмируя (1), имеем:

$$\lg [\eta] = \lg K + \alpha \lg M \quad (2)$$

$$\lg M = \frac{\lg [\eta] - \lg K}{\alpha};$$

В итоге:
$$M = 10^{\frac{\lg [\eta] - \lg K}{\alpha}} \quad (3)$$

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

1. Научиться экспериментально определять вязкость растворов ВМС.
2. Овладеть техникой измерения вязкости вискозиметром.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТЫ

1. Приготовьте вискозиметр к работе. Его устройство и принцип работы приведены ниже.
2. Измерьте время истечения 10 см³ растворителя (дистиллированная вода) t₀ через капилляр не менее трех раз. Разница в отсчетах не должна превышать 0,5 с.
3. Измерьте время истечения 10 см³ растворов ПВС различных концентраций (г/100 см³): 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5. Измерение времени истечения растворов начинают с самого разбавленного. При переходе к раствору более высокой концентрации удаляют из вискозиметра прежний раствор и споласкивают его раствором исследуемой концентрации.
4. Результаты измерений вносят в таблицу.

| Концентрация (С) ПВС, г/100 см ³ | V, см ³ | t, с | | | t _{ср} , с | η _{отн} | η _{уд} | η _{уд} /С, см ³ /Г |
|---|--------------------|------|---|---|---------------------|------------------|-----------------|--|
| | | 1 | 2 | 3 | | | | |
| 0 | | | | | | | | |

| | | | | | | | | |
|-----|----|--|--|--|--|--|--|--|
| 0,1 | | | | | | | | |
| 0,2 | 10 | | | | | | | |
| 0,3 | | | | | | | | |
| 0,4 | | | | | | | | |
| 0,5 | | | | | | | | |

5. Рассчитайте:

а) относительную вязкость

$$\eta_{от} = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t \cdot \rho}{t_0 \cdot \rho_0}, \quad (4)$$

где η – динамическая вязкость исследуемого раствора, Н сек/м²;

η_0 – вязкость стандартной жидкости, для дистиллированной воды при 293 К она равна $1,002 \cdot 10^{-3}$ Н сек/м² (Па·с);

t – время истечения исследуемого раствора через капилляр, с;

t_0 – время истечения стандартной жидкости, с;

ρ – плотность исследуемого раствора, кг/м³;

ρ_0 – плотность стандартной жидкости, кг/м³.

Если различием в плотностях раствора и стандартной жидкости можно пренебречь, тогда:

$$\eta_{от} = \frac{t}{t_0} \quad (5)$$

б) удельную вязкость

$$\eta_{уд} = \frac{t - t_0}{t_0} \quad (6)$$

в) приведенную вязкость

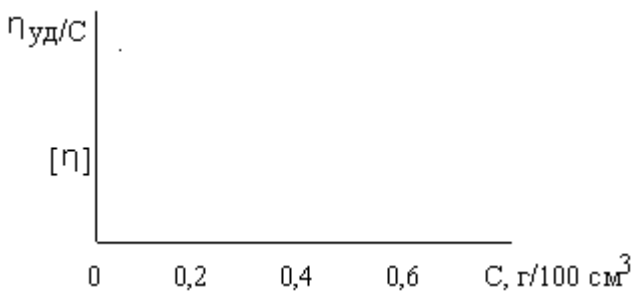
$$\eta_{пр} = \eta_{уд} / C, \quad (7)$$

где C – концентрация растворов ПВС, г/100 см³.

6. Постройте график зависимости $\eta_{уд} / C = f(C)$ и найдите

характеристическую вязкость $\lim_{C \rightarrow 0} \left[\frac{\eta_{уд}}{C} \right]$ методом

экстраполяции:



Зависимость приведенной вязкости от концентрации раствора

7. Рассчитайте молярную массу ПВС по уравнению Марка-Куна-Хаувинка:

$$[\eta] = KM^\alpha, \quad (8)$$

где K , α – постоянные для данного гомологического ряда и растворителя, $K = 5,6 \cdot 10^{-4}$;

$$\alpha = 0,7.$$

После логарифмирования получаем:

$$\lg [\eta] = \lg K + \alpha \lg M, \quad \lg M = (\lg [\eta] - \lg K) / \alpha$$

ВЫВОДЫ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

Запишите значение полученной молярной массы ПВС. Сравните значение полученной молярной массы с известным значением средней молярной массы ПВС (3000 – 110000).

Особые условия выполнения работы

1. Соблюдать осторожность при работе с вискозиметром.
2. Время истечения стандартной жидкости и растворов ПВС должно измеряться при одинаковой температуре.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. В чем сходство и различие растворов ВМС и лиофобных зелей?

2. Что такое вязкость, как она определяется и в каких единицах выражается?
3. От чего зависит вязкость растворов ВМС? Как определить характеристическую вязкость раствора ВМС?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 10 **СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ СУСПЕНЗИЙ** **С ПОМОЩЬЮ ТОРСИОННЫХ ВЕСОВ**

Введение

Сущность седиментационного анализа состоит в определении размера частиц ДФ суспензий и ее фракционного состава с помощью изучения скорости оседания частиц ДФ различного размера.

Седиментационный анализ используют в фармацевтической практике для определения размера частиц, их распределения по фракциям. На основании этого можно сделать вывод о седиментационной устойчивости препаратов, использующихся в виде суспензий. Седиментационный анализ также используют в клинической лаборатории для качественной оценки функционального состояния эритроцитов. Скорость оседания эритроцитов (СОЭ) значительно изменяется при различных заболеваниях и позволяет сделать заключение о состоянии организма.

Суспензия – вид ГДС, в которых дисперсионной средой является жидкость, дисперсной фазой – твердое вещество. Суспензии – седиментационно-неустойчивые

системы, и твердая фаза в них оседает под действием силы тяжести частиц ДФ.

Седиментация – процесс оседания частиц ДФ в жидкой среде под действием собственной силы тяжести. Скорость оседания частиц не зависит от их природы, а определяется размером частиц, разностью плотностей частиц (ρ) и дисперсионной среды (ρ_0) и вязкостью среды (η). В соответствии с законом Стокса скорость оседания шарообразных частиц с радиусом r равна:

$$V = \frac{2g(\rho - \rho_0)r^2}{9\eta}$$

Измерив скорость оседания частиц, можно по уравнению Стокса вычислить радиус частиц. На этом основан седиментационный анализ размеров грубодисперсных частиц в порошках, суспензиях, эмульсиях. Радиус частиц далее вычисляют по формуле:

$$r = K\sqrt{V}, \text{ где } K = \sqrt{\frac{9\eta}{2(\rho - \rho_0)g}}$$

Процесс седиментации приводит к установлению седиментационного равновесия, при котором скорость диффузии становится равной скорости осаждения. Если при установившемся седиментационно-диффузионном равновесии основная масса частиц дисперсной фазы окажется в осадке, систему считают кинетически (седиментационно) неустойчивой. К кинетически неустойчивым относятся суспензии, эмульсии и т.п. Если же частицы, в основном, остаются во взвешенном состоянии, система является седиментационно-устойчивой. К таким системам относятся золи. В реальных системах частицы обычно неоднородны по размерам, и в задачу седиментационного анализа входит определение распределения частиц по размерам, т.е. относительного содержания различных фракций в полидисперсной системе.

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ

1. Закрепить понятия о суспензии и седиментационном анализе.
2. Овладеть навыками работы с торсионными весами.
3. Научиться рассчитывать фракционный состав дисперсных систем

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

1. Установите торсионные весы на устойчивом месте.
2. Определите массу пустой чашки в дисперсионной среде (вода) с точностью до 0,002 мг. Для этого в цилиндр налейте 250 мл дистиллированной воды, установите его под коромыслом весов, и опустите в воду чашку на подвеске (длина подвески 15-20 см). Чашка должна находиться на одинаковом расстоянии от стенок цилиндра. Откройте арретир и определите массу пустой чашки.
3. Измерьте линейкой с точностью до ± 1 мм глубину погружения чашки от поверхности жидкости до дна чашки (h , м), закройте арретир и снимите чашку с коромысла весов.
4. Приготовьте суспензию вещества (задается преподавателем) с концентрацией 2 масс.%. Для этого навеску вещества (BaSO_4 , тальк, глина) $\sim 1,25$ г, взятую на весах, тщательно растирают в ступке, добавляя немного воды из цилиндра ($\sim 1-2$ мл). Затем суспензию перенесите количественно во второй цилиндр, добавляя постепенно воду из первого цилиндра. Суспензию перемешивайте мешалкой в течение 2-3 минут.
5. Установите цилиндр с суспензией под коромысло весов, подвесьте чашку на коромысло, откройте арретир и измерьте изменение массы осадка на чашке с течением времени, причем первый замер произведите через 15-20 с от начала опыта. Дальнейшие отсчеты делайте сначала через 30 с, затем через 1, 2, 5 минут. Если два последних показания весов, взятых с интервалом 5 мин, совпадут, опыт можно закончить.

6. Результаты эксперимента занесите в таблицу 1.

ПРИМЕЧАНИЕ: число строк в таблице 1 определяется числом замеров.

Таблица 1

| Время отсчета от начала опыта, с | Масса чашки с осадком, мг | Масса осадка, мг | Процентное содержание фракции, Q_i |
|----------------------------------|---------------------------|------------------|--------------------------------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |

Процентное содержание отдельных фракций (Q_i) рассчитывается по формуле:

$$Q_i = \frac{m_i}{m_{\max}} \cdot 100,$$

где: m_i – масса осадка, накопившегося на чашке весов к моменту времени τ , мг;

m_{\max} – максимальная масса осадка, накопившегося на чашке весов к моменту времени τ_{\max} , мг.

7. По результатам опыта постройте график зависимости массы осадка Q_i (%) от времени, с:

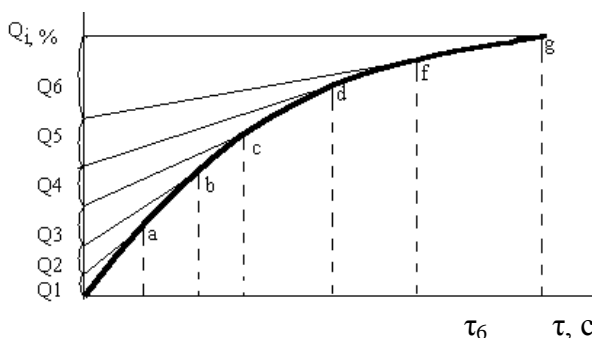


Рис. 1. Зависимость массы осадка от времени для полидисперсной системы.

Полученную кривую подвергают обработке: в местах наибольшей кривизны линии выбирают 5-6 точек (а, b, с, ...), проводят касательные к кривой в этих точках, и восстанавливают перпендикуляры на ось времени. При этом отрезки на оси ординат (Q_i) соответствуют процентному содержанию фракций, накопившихся на чашке весов к соответствующему моменту времени.

8. Далее рассчитайте радиус частиц для каждой фракции по уравнению:

$$r = K\sqrt{V}, \quad \text{где} \quad K = \sqrt{\frac{9\eta}{2(\rho - \rho_0)g}}, \quad \text{а} \quad V = \frac{h}{\tau}$$

ρ – плотность дисперсной фазы, кг/м^3 ;

ρ_0 – плотность дисперсионной среды, кг/м^3 ;

η – вязкость среды, $\text{Н}\cdot\text{с/м}^2$ [$\text{Па}\cdot\text{с}$];

g – ускорение свободного падения, м/с^2 ;

h – расстояние, которое частица проходит за

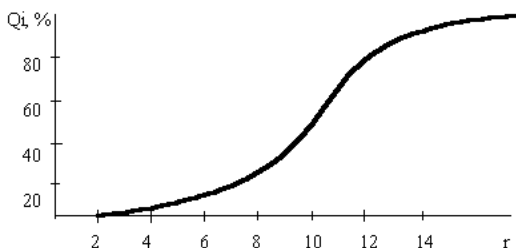
время τ , м.

9. Получаемые данные занесите в таблицу 2.

Таблица 2

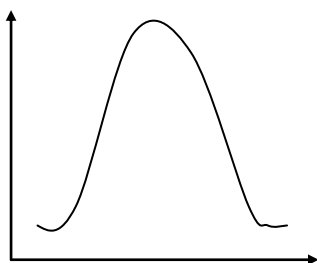
| Время оседания частиц | Радиус частиц, м | Содержание фракций, % |
|-----------------------|------------------|-----------------------|
| | | |
| | | |
| | | |

10. Постройте интегральную кривую распределения частиц по радиусам. Для этого на оси ординат откладывают содержание фракций Q_i (%) с размером частиц r_1, r_2 и т.д., а по оси абсцисс – значения радиусов частиц r_1, r_2 до r_{max} . Интегральную кривую можно строить, начиная с больших радиусов. В этом случае кривая будет расположена по убывающей:



На основании интегральной кривой постройте дифференциальную кривую распределения частиц по размерам: для этого вычислите величины приращения процентного содержания частиц $\Delta Q_i/\Delta r$ и отложите их в зависимости от радиуса частиц:

$$\frac{\Delta Q_i}{\Delta r}$$



$r, \text{ м}$

ВЫВОДЫ ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

Укажите радиус частиц преимущественной фракции и сделайте вывод о дисперсности исследуемой суспензии – моно- или полидисперсная система.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Что такое суспензия?

2. Понятие о седиментационном анализе.
3. Что такое дисперсность, как она определяется?
4. Как по виду дифференциальной кривой распределения по радиусам дать характеристику суспензии (моно-, би-, полидисперсная суспензия)?