

Министерство образования и науки Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

**«Санкт-Петербургский государственный университет
промышленных технологий и дизайна»**

Кафедра теоретической и прикладной химии

КОЛЛОИДНАЯ ХИМИЯ

Седиментационный метод анализа дисперсных систем

Методические указания и интерактивная лабораторная работа
для всех форм обучения по направлениям подготовки

18.03.01 «Химическая технология», 18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие
процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии», 20.03.01
«Техносферная безопасность», 29.03.01 «Технология изделий легкой
промышленности» (Технология кожи и меха)

Составители:

Р. И. Ибрагимова

Н. П. Новоселов

С. Ф. Гребенников

Л. И. Холохонова

Е. И. Зайцева

Санкт-Петербург
2018

Утверждено на заседании кафедры
16.05.2018 г., протокол № 6
Рецензент Н. И. Свердлова

Методические указания содержат рекомендации по изучению темы дисциплины «Коллоидная химия» «Седиментационный метод анализа дисперсных систем» и выполнению интерактивной лабораторной работы. Описаны методы и теоретическое обоснование седиментационного анализа для определения дисперсионных характеристик суспензий, сформулированы контрольные вопросы, рекомендована дополнительно к лекциям учебная литература. Приведена инструкция по выполнению лабораторной работы в интерактивном режиме, даны рекомендации по обработке экспериментальных данных. Методические указания разработаны для студентов всех форм обучения, изучающих «Коллоидную химию» по направлениям подготовки 18.03.01 «Химическая технология», 18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии», 20.03.01 «Техносферная безопасность», 29.03.01 «Технология изделий легкой промышленности» (Технология кожи и меха).

Учебное электронное издание сетевого распространения
Издано в авторской редакции

Системные требования:
электронное устройство с программным обеспечением для воспроизведения
файлов формата PDF

Режим доступа: http://publish.sutd.ru/tp_get_file.php?id=2018221, по паролю.
–Загл. с экрана.

Дата подписания к использованию 24.05.2018 г. Рег. № 221/18

ФГБОУВО «СПбГУПТД»
Юридический и почтовый адрес:
191186, СанктПетербург, ул. Большая Морская, 18.
<http://sutd.ru>

ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

Целью лабораторной работы является:

- 1) ознакомление с теоретическим обоснованием седиментационного анализа;
- 2) ознакомление с условиями применения гравиметрического (весового) метода для характеристики дисперсной системы;
- 3) освоение весового метода седиментационного анализа суспензии;
- 4) получение кривой накопления осадка (седиментационной кривой).

Выполнение работы предполагает:

- 1) экспериментальное определение изменения массы седиментационного осадка от времени оседания;
- 2) выполнение контрольного задания для получения доступа к дополнительным данным;
- 3) расчёт по полученным данным дисперсионных характеристик суспензии;
- 4) построение интегральной и дифференциальной кривых распределения частиц по размерам и фракционному составу суспензии.

Методические указания состоят из теоретической и практической частей.

Теоретическая часть содержит краткую характеристику объектов исследования, описание методов дисперсионного анализа. В теоретической части изложены принципы и теоретическое обоснование седиментационного анализа, метод графического анализа экспериментальных данных. По окончании теоретической части студентам предлагаются вопросы для контроля усвоения материала.

Практическая часть включает описание рабочей установки, инструкцию по выполнению интерактивной лабораторной работы, порядок обработки экспериментальных данных, расчет характеристик суспензии, построение зависимостей и оформление отчета.

1 ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ ДИСПЕРСИОННОГО АНАЛИЗА

1.1 Дисперсность и седиментационный анализ дисперсных систем

Дисперсность придает веществам новые качественные признаки. Так, например, прочность вещества значительно увеличивается с уменьшением размера его частиц ниже определенного предела. Изменяются значения температуры кипения, плавления диспергированного вещества по сравнению со свойствами макрофазы. С увеличением дисперсности вещества возрастает

скорость диффузии частиц, повышается реакционная способность и растворимость. Оптические свойства дисперсных систем также определяются дисперсностью частиц – окраска многих коллоидов изменяется в зависимости от размеров частиц. Дисперсность веществ играет важную роль во многих технологических процессах: качество композиционных материалов зависит от размеров составляющих его частиц, кроющая способность красок определяется степенью измельченности пигмента. Степень дисперсности следует учитывать для обеспечения безопасных условий получения некоторых материалов. Например, при производстве муки, сахарной пудры, при добыче угля может возникать смесь частиц с воздухом взрывоопасной концентрации.

Дисперсионный анализ – это совокупность методов измерения размеров частиц и их распределения в системе. В дисперсионном анализе используют свойства, характерные для той или иной группы дисперсных систем.

Так, для характеристики дисперсности коллоидных (высокодисперсных) систем обычно определяют $r_{\text{ср}}$ (значение среднего радиуса частиц), например, методами диффузии, осмоса, диффузионно-седиментационного равновесия, оптическими методами.

Низкодисперсные системы полидисперсны, кинетически неустойчивы, в них наблюдается седиментация – оседание частиц дисперсной фазы в гравитационном поле. Для характеристики таких систем применяют седиментационный анализ, который позволяет оценить фракционный состав и распределение частиц по размерам.

Седиментацией (от лат. *sedimentum* – осадок) называют процесс оседания частиц дисперсной фазы в жидкой или газообразной среде под действием силы тяжести. Всплывание частиц (например, капель в эмульсиях) носит название обратной седиментации. Скорость оседания частиц не зависит от их природы, а определяется размером частиц, разностью плотностей частиц и среды и вязкостью среды. Если частицы легче среды (например, капли масла в эмульсиях), то частицы всплывают, а не оседают.

Зная скорость оседания частиц, можно вычислить радиус частиц. На этом основан седиментационный анализ размеров грубодисперсных частиц в порошках, суспензиях, эмульсиях, различных взвесах и т. д.

Суспензия – это низкодисперсная система с твердой дисперсной фазой (размер частиц $10^{-6} - 10^{-4}$ м) и жидкой дисперсионной средой. В суспензиях частицы дисперсной фазы находятся во взвешенном состоянии и могут свободно перемещаться по всему объему. В реальных системах частицы обычно неоднородны по размерам. В задачу седиментационного анализа входит

определение распределения частиц по размерам, то есть относительного содержания различных фракций в полидисперсной системе. *Фракцией* называют совокупность частиц, имеющих размеры, лежащие в определенных интервалах, например фракция 1 – 5 мкм, фракция 6 – 10 мкм и т. д.

Определение дисперсного состава суспензий основано на разнообразных методах седиментационного анализа. К ним относят: отмучивание – разделение суспензии на фракции путем многократного отстаивания и сливания; измерение плотности столба суспензии; метод отбора массовых проб; накопление осадка на чашке весов; электрофотоседиментометрия (измерение оптической плотности); седиментометрия в поле центробежных сил.

1.2 Гравиметрический (весовой) метод седиментационного анализа

При седиментационном анализе измеряется скорость накопления осадка во времени или другие пропорциональные ей величины. В гравитационном поле анализ по методу накопления и взвешивания осадка проводится с помощью седиментометров различных конструкций.

Например, седиментометр Н. А. Фигуровского представляет собой установку, состоящую из тонкой упругой стеклянной нити, один конец которой закреплён в штативе. К свободному концу подвешивается лёгкая чашечка, изготовленная, например, из алюминиевой фольги. Эта чашечка погружается в высокий цилиндр с исследуемой суспензией так, чтобы она находилась почти у дна. Частицы суспензии, оседая на чашечку, заставляют прогибаться стеклянную нить. Для измерения высоты прогиба нити служит вертикальная шкала, помещённая сзади неё. При достаточно упругой нити высота её прогиба прямо пропорциональна массе осевших на чашечку частиц. Измерения проводятся следующим образом. В хорошо перемешанную суспензию опускается чашечка седиментометра и в этот момент начинается отсчёт времени. Через определённые промежутки времени измеряется и записывается высота, на которую опустился свободный конец стеклянной нити. Измерения производятся до тех пор, пока не закончится оседание частиц.

Более усовершенствованными являются приборы, позволяющие контролировать во времени непосредственно массу оседающих частиц. Это седиментометры, в которых основным элементом являются электронные микровесы или торсионные весы, например, седиментатор С. Одена (*рис. 1*).

По показанию весов через определенные промежутки времени записывают изменение массы частиц, оседающих на чашку 8, помещенную в стеклянный цилиндр с суспензией 7.

По мере оседания частиц их масса на чашке увеличивается вначале быстро, так как прежде всего оседают наиболее тяжелые частицы, затем все медленнее.

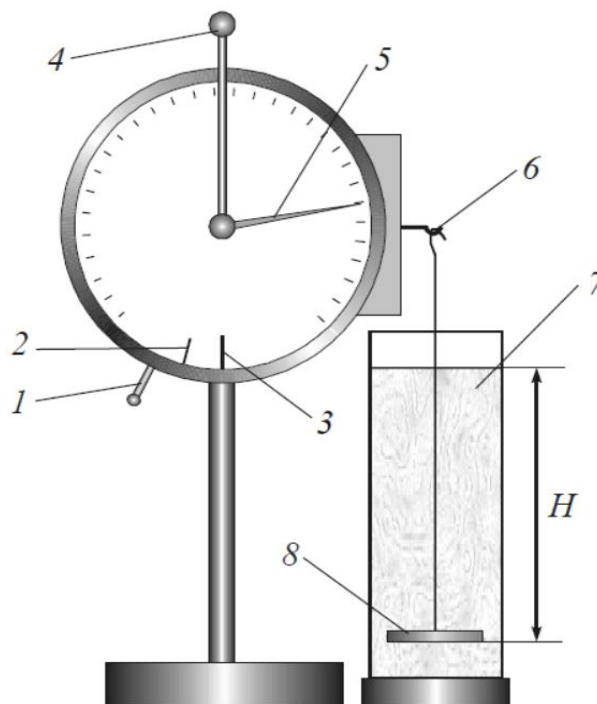


Рис 1. Седиментометр С. Одена: (1 – 5) – торсионные весы; 6 – крючок; 7 – стеклянный цилиндр с суспензией; 8 – чашка для осадка

По данным взвешивания осадка устанавливают зависимость массы выпавшего осадка от времени оседания и получают *кривую седиментации* $m(t)$. Анализируя кинетическую зависимость, определяют распределение частиц по размерам и фракционный состав системы (содержание дисперсной фазы в заданных интервалах радиусов частиц).

1.3 Теоретическое обоснование седиментационного анализа

При седиментации (оседании) частиц в гравитационном поле их движение осуществляется под действием силы F_g , равной весу частиц с учетом выталкивающей силы Архимеда:

$$F_g = v\rho g - v\rho_0 g = vg(\rho - \rho_0),$$

где v – объем частицы, м^3 ; g – ускорение свободного падения, $9,81 \text{ м/с}^2$; ρ и ρ_0 – плотность частицы и дисперсионной среды, кг/м^3 соответственно.

Для сферической частицы радиусом r объем $v = 4/3 \pi r^3$, тогда сила тяжести равна

$$F_g = 4/3 \pi r^3 g(\rho - \rho_0). \quad (1)$$

Частицы дисперсной фазы в гравитационном поле оседают, если их плотность больше плотности дисперсионной среды (седиментация), или всплывают, если их плотность меньше плотности дисперсионной среды (обратная седиментация).

Движению частиц в дисперсионной среде противодействует возникающая сила вязкого сопротивления (сила трения) $F_{тр}$. Согласно закону Стокса для сферических частиц силу сопротивления $F_{тр}$ определяют по формуле

$$F_{тр} = BV_{сед},$$

где $B = 6\pi\eta r$ – коэффициент вязкого сопротивления (коэффициент трения); η – динамическая вязкость, Па·с; $V_{сед}$ – скорость движения частицы, м/с.

Тогда

$$F_{тр} = 6\pi\eta r V_{сед}. \quad (2)$$

Ускоренное движение частицы происходит до тех пор, пока сила тяжести F_g (1) не уравновесится силой вязкого сопротивления $F_{тр}$ (2):

$$6\pi\eta r V_{сед} = 4/3 \pi r^3 g(\rho - \rho_0). \quad (3)$$

С этого момента движение становится равномерным, и частица оседает с постоянной скоростью. Из уравнения получаем формулу для скорости седиментации частиц дисперсной фазы в гравитационном поле:

$$V_{сед} = \frac{4/3 \pi r^3 g(\rho - \rho_0)}{6\pi\eta r}.$$

Окончательно формула для определения скорости оседания частиц (формула Стокса) имеет вид

$$V_{сед} = \frac{2gr^2(\rho - \rho_0)}{9\eta}. \quad (4)$$

Таким образом, скорость седиментации пропорциональна квадрату радиуса оседающей частицы (4).

Из формулы (4) запишем выражение (5) для определения радиуса частицы дисперсной фазы

$$r = \sqrt{\frac{9\eta V_{\text{сед}}}{2g(\rho - \rho_0)}}. \quad (5)$$

Все величины под корнем (5), кроме скорости $V_{\text{сед}}$, постоянны, обозначим их соотношение K :

$$K = \sqrt{\frac{9\eta}{2g(\rho - \rho_0)}}. \quad (6)$$

Значение постоянной K (6) определяется свойствами дисперсионной среды и дисперсной фазы, а также ускорением силы тяжести. С учетом (6) уравнение (5) запишется

$$r = K \sqrt{V_{\text{сед}}}. \quad (7)$$

При оседании частица дисперсной фазы движется в суспензии вертикально и за время t проходит путь длиной H – от верхнего уровня суспензии до дна чашки, следовательно, можно рассчитать линейную скорость седиментации как H/t , тогда радиус частицы равен

$$r = K \sqrt{\frac{H}{t}}. \quad (8)$$

Уравнения (1) – (8) справедливы при следующих условиях.

1. *Частицы имеют сферическую форму.* Реальные суспензии содержат частицы, отличающиеся по форме от сферической. Поэтому, применяя формулу Стокса (4) для анализа реальных дисперсных систем, надо учитывать, что рассчитанный радиус будет радиусом воображаемой шарообразной частицы из того же материала, оседающей с такой же скоростью, что и реальная частица изучаемой суспензии. Такой радиус называют *эквивалентным*.

2. *Отсутствует взаимодействие между частицами.* Чтобы выполнялось это условие, седиментационный анализ суспензий следует проводить при небольших концентрациях (не более 1,0 – 1,5 мас. %), когда расстояние между

частицами превышает их размеры не менее, чем в 10 раз, и соседние частицы не влияют на оседание каждой отдельной частицы.

3. *Отсутствует скольжение дисперсионной среды непосредственно по поверхности частиц дисперсной фазы.* Тогда трение является внутренним (вязким) – граница движения частицы относительно среды находится внутри дисперсионной среды. Это учитывается в уравнении Стокса коэффициентом вязкости. Внутреннее трение возможно, если жидкая дисперсионная среда хорошо смачивает твердые частицы. Тогда молекулы жидкости, расположенные на твердой поверхности, движутся вместе с частицей, и скольжение происходит между слоями жидкости. Поэтому в седиментационном анализе рекомендуется использовать жидкость, хорошо смачивающую твердые частицы.

4. *Движение частиц должно быть ламинарным с постоянной скоростью.* В связи с этим седиментационный анализ применяется для частиц с размерами от 1 до 100 мкм. Частицы размером более 100 мкм значительную часть пути оседают с такой скоростью, при которой происходит турбулентное движение жидкости, и уравнение Стокса становится неприменимым. А частицы размером менее 0,1 мкм, наоборот, оседают крайне медленно и могут образовывать седиментационно устойчивые системы, в которых диффузия уравнивает седиментацию или превалирует над ней.

1.4 Основы методики седиментационного анализа

При седиментационном анализе используется не непосредственное наблюдение за скоростью оседания отдельных частиц, а измерение суммарного параметра, прямо зависящего от размера частиц. Таким параметром является масса осадка, который накапливается на чашке прибора при оседании частиц из столба жидкой суспензии высотой H .

Принцип метода состоит в том, что через определенные интервалы времени взвешивают чашку, опущенную в суспензию, и по нарастанию ее массы судят о соотношении различных фракций в суспензии. При этом каждая фракция считается монодисперсной. Монодисперсной является система, в дисперсионной среде которой находятся частицы одного размера. Смесь двух монодисперсных систем, различающихся размерами частиц, представляет собой бидисперсную систему.

Как правило, все реальные дисперсные системы полидисперсны (число фракций 2 и более), поэтому при седиментационном анализе реальную

суспензию рассматривают как совокупность монодисперсных систем с разными размерами частиц дисперсной фазы.

Рассмотрим процесс седиментации в монодисперсной системе (рис. 2, а). В монодисперсной системе оседание частиц одинаковых по размеру происходит с одной и той же скоростью.

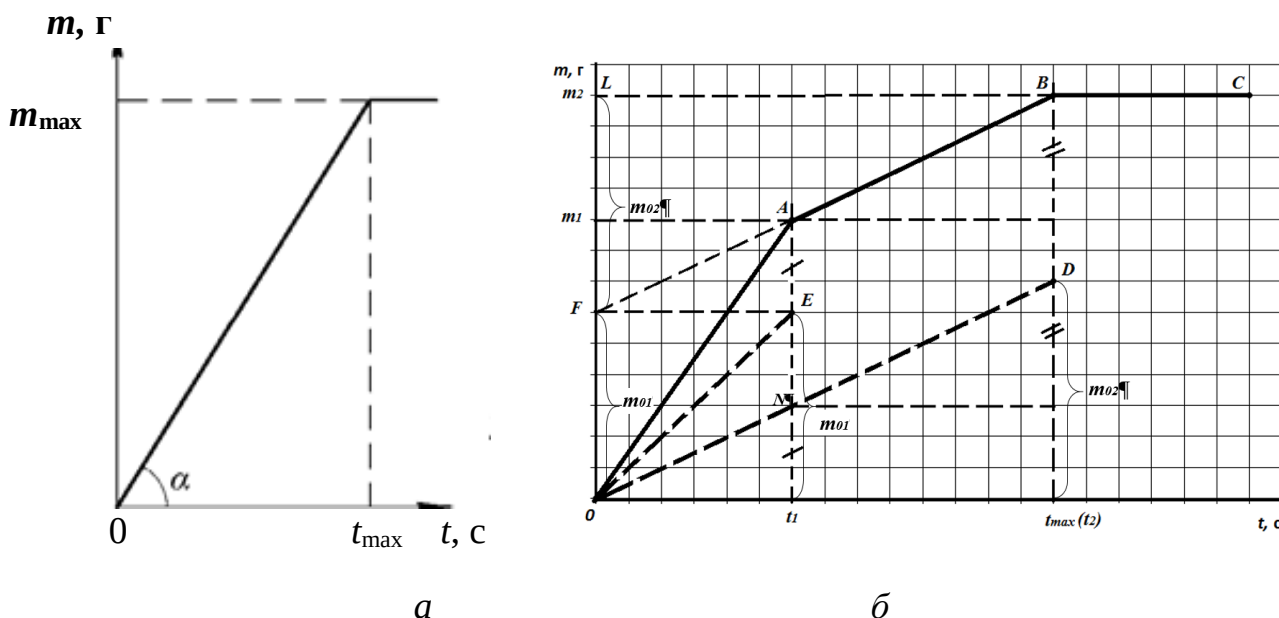


Рис. 2. Зависимость массы седиментационного осадка дисперсной системы от времени:
а – монодисперсная; б – бидисперсная

Поэтому, если первоначально частицы равномерно распределены в системе, то масса накапливающегося осадка увеличивается пропорционально времени оседания, т. е. скорость накопления осадка dm/dt постоянна и зависимость $m(t)$ является линейной – на рис. 2, а представлена прямой линией, выходящей из начала координат. Тангенс угла наклона прямой характеризует скорость накопления осадка:

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{dm}{dt} = \text{const.}$$

В монодисперсной системе при постоянной скорости накопления осадка ($dm/dt = \text{const}$) за время от 0 до $t_{\max}$ произойдет полное оседание всех частиц. Начиная с $t_{\max}$ оседание частиц и накопление осадка прекращается ($dm/dt = 0$), и на графике $m(t)$ появляется излом. За время седиментации (от 0 до $t_{\max}$) частицы, находящиеся в верхней части суспензии, преодолеют расстояние H от верхнего уровня суспензии до дна чашки.

Таким образом, в случае монодисперсной системы скорость оседания частиц выразится как $dH/dt = H/t_{\max}$, и радиус частиц можно определить по формуле (9)

$$r = K \sqrt{\frac{H}{t_{\max}}}. \quad (9)$$

А теперь обратимся к бидисперсной системе. В бидисперсной системе, состоящей из двух монодисперсных фракций, в одно и то же время с разной скоростью оседают частицы разного размера. Процесс оседания в этих фракциях (в предположении их взаимной изоляции) описывается линейной зависимостью $m(t)$ – прямыми ОЕ и ОД (рис. 2, б)

Суммарная графическая зависимость $m(t)$, характеризующая процесс одновременного оседания частиц разных фракций, представляет собой ломаную линию ОАВС (рис. 2, б). Получена она на основе следующих рассуждений.

К моменту времени t_1 частицы с радиусом r_1 полностью осядут (прямая ОЕ). Масса этой фракции m_{01} соответствует отрезку ОЕ на оси ординат. В то же время будут оседать частицы второй фракции с радиусом r_2 (участок ОН на прямой ОД).

Методом сложения ординат точек N и F получим точку А (прямая ОА), ордината которой соответствует общей массе m_1 осевших частиц обеих фракций ко времени t_1 . Из рис. 2, б можно определить значение отрезка АЕ, соответствующего массе $(m_1 - m_{01})$ частиц второй фракции, выпавших ко времени t_1 одновременно с более крупными частицами.

Дальнейшее увеличение массы седиментационного осадка происходит за счет оседания частиц только второй фракции – отрезок АВ (линия АВ параллельна ОД).

Суммарная масса частиц, осевших ко времени t_2 , соответствует отрезку ОL на оси ординат и равна

$$m_2 = m_{01} + m_{02}.$$

При $t > t_2$ масса осевших частиц не меняется, чему соответствует горизонтальный участок ВС на суммарной графической зависимости ОАВС (рис. 2, б).

Продолжим участки АВ и ВС до пересечения с осью ординат (точки F, L). Продолжение участка АВ отсекает на оси ординат отрезок OF, соответствующий массе первой фракции m_{01} с более крупными частицами, а

отрезок, отсекаемый продолжением участков АВ и ВС, соответствует массе частиц второй фракции с мелкими частицами: $FL = m_{02}$.

Отсюда следует, что продолжение линейной зависимости оседания второй (прямая АВ) и последующих фракций до пересечения с осью ординат делит её на отрезки, отвечающие массам последовательно осаждаемых фракций.

Приведенные выше рассуждения можно применить к полидисперсной системе, состоящей из 3-х, 4-х и т. д. монодисперсных фракций. В этих случаях число прямолинейных участков на линии седиментации будет равно числу фракций в системе. При увеличении числа фракций для реальной полидисперсной суспензии ломаная линия превратится в плавную кривую седиментации, близкую к параболе (рис. 3).

Если в нескольких точках на седиментационной кривой (см. рис. 3), соответствующих разному времени оседания ($t_1, t_2 \dots t_{\max}$), провести касательные к ней, они отсекут на оси ординат отрезки, равные массе частиц, оседающих за соответствующие промежутки времени; m_1 – за время t_1 ; m_2 – за время t_2 ; m_3 – за время t_3 ; $m_{\max}$ – за время $t_{\max}$; $m_{\max}$ – максимальная масса седиментационного осадка за все время оседания.

1.5 Графический метод обработки кривой оседания полидисперсной системы

В полидисперсной системе содержатся частицы различных размеров; значения r распределены в некотором интервале от $r_{\min}$ до $r_{\max}$. Такая система может быть охарактеризована функцией распределения массы частиц по размерам $f(r)$; седиментационный анализ позволяет получить эту функцию путем графической обработки кривой седиментации $m(t)$.

Рассмотрим этот процесс подробнее. При седиментации полидисперсной системы накопление осадка на чашке происходит в результате одновременного оседания частиц всех размеров (первоначально равномерно распределенных по высоте H). При этом частицы каждого размера оседают с определенной скоростью dH/dt_r пропорциональной квадрату их радиуса (5), и могут быть охарактеризованы определенным временем их полного оседания t_r .

В начале оседания полидисперсной системы (до тех пор, пока оседают частицы всех размеров и ни одни из них не выпали в осадок полностью) скорость накопления осадка будет постоянна, т. е. $dm/dt = \text{const}$. Этому периоду оседания соответствует прямолинейный начальный участок ОА (в интервале

времени от 0 до $t_{\min}$) седиментационной кривой полидисперсной системы (рис. 3, а). Прямолинейный характер зависимости $m(t)$ сохраняется до тех пор, пока при $t = t_{\min}$ полностью выпадут все частицы самого большого радиуса $r_{\max}$, имеющие наибольшую скорость оседания $(dH/dt)_{\max}$. Это значит, что частицы с радиусом $r = r_{\max}$, находившиеся в самом верхнем слое суспензии, за время $t_{\min}$ пройдут весь путь H .

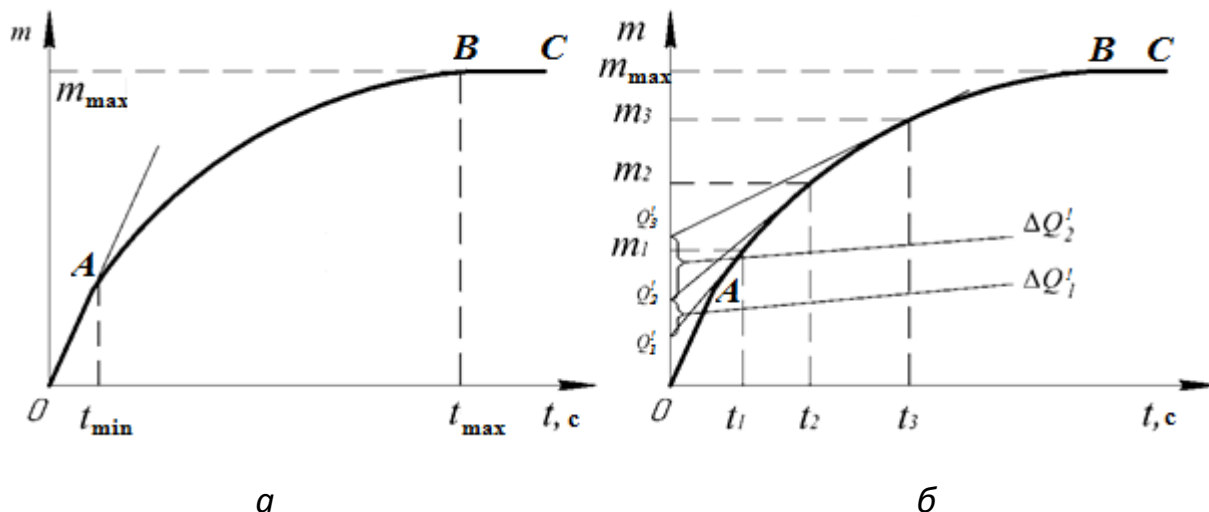


Рис. 3 Кривая седиментации полидисперсной суспензии:
а – определение $t_{\min}$ и $t_{\max}$; б – построение касательных

С момента времени $t_{\min}$ скорость накопления осадка dm/dt уменьшается. Соответственно, кривая зависимости $m(t)$ отклоняется от прямолинейного хода. В последующие моменты времени (при $t > t_{\min}$), будет заканчиваться осаждение все более мелких частиц, и скорость накопления будет продолжать уменьшаться, пока, наконец, при $t = t_{\max}$ не выпадут полностью самые мелкие частицы с $r = r_{\min}$. Тогда оседание прекращается ($dm/dt = 0$), а седиментационная кривая переходит в горизонтальную прямую BC (рис. 3, а).

Координаты конца первого прямолинейного участка (точка A) и начала второго (точка B) дают возможность определить время и скорость оседания самых крупных и самых мелких частиц, тем самым определить и значения их радиусов с помощью уравнений (8), (9).

Время $t_{\min}$ определяется по графику зависимости $m(t)$ путем проведения через начало координат касательной к седиментационной кривой (рис. 3, а). Касательная должна совпадать с начальным прямолинейным участком

зависимости $m(t)$. Абсцисса точки А отрыва касательной от седиментационной кривой соответствует времени $t_{\min}$.

Время $t_{\max}$ определяют, проводя касательную к седиментационной кривой так, чтобы она совпадала со вторым прямолинейным (горизонтальным) участком этой кривой. Точку отрыва В этой касательной сносят на ось абсцисс и определяют время $t_{\max}$ (рис. 3, а). Ордината этой точки соответствует массе всех выпавших частиц (100 %) – $m_{\max}$

В основе графического метода определения фракционного состава фаз суспензии лежит уравнение Сведберга–Одена, которое описывает накопление осадка в процессе оседания частиц:

$$m_i(t) = Q_i^l + (dm/dt)_i t_i,$$

где m_i – общая масса осадка, накопившегося ко времени t ; Q_i – масса частиц, полностью осевших к данному времени; $(dm/dt)_i$ – скорость накопления осадка в момент времени t_i , обусловленная не полностью выпавшими частицами, которые еще продолжают оседать. (Графически dm/dt отвечает тангенсу угла наклона касательной к седиментационной кривой в точке с абсциссой t_i).

Величина Q_i^l численно равна отрезку, отсекаемому на оси ординат касательной, проведенной к седиментационной кривой в точке, соответствующей времени $t = t_i$.

Следующий этап седиментационного анализа заключается в определении дисперсионных характеристик суспензии при оседании в период времени от $t_{\min}$ до $t_{\max}$. Для этого на седиментационной кривой (рис. 3, б) выбирают 7 – 8 точек, соответствующих наибольшей кривизне, опускают из них перпендикуляры на ось абсцисс и определяют соответствующие этим точкам значения t_1 , t_2 и т. д., (значения $t_{\min}$, $t_{\max}$ определяют, как указано выше, см. рис 3, а).

Рассчитывают значения эквивалентных радиусов $r_{\max}$, r_1 и r_2 и т. д. по формулам (8), (9).

В выбранных точках проводят касательные до пересечения с осью ординат (см. рис. 3, б) и графически определяют массовое содержание фракций, выпавших ко времени t_1 , t_2 и т. д. (значение отрезка Q_i^l). Далее по формуле (10) рассчитывают относительное содержание частиц во фракциях Q_i , (% мас.).

$$Q_i, (\%) = (Q_i^l / m_{\max}) 100 \%. \quad (10)$$

Величины Q_1 (%), Q_2 (%) и т. д. представляют собой массовую долю фракций с радиусами частиц соответственно $r > r_1$, $r > r_2$ и т. д.

По полученным данным строят интегральную (суммарную) кривую распределения частиц по радиусам $Q = f(r)$ (рис. 4, а). При построении интегральной кривой на оси абсцисс откладывают значения $r_{\min}$, $r_{\max}$ и эквивалентных радиусов, а на оси ординат относительное содержание частиц Q_i , (%) во фракциях.

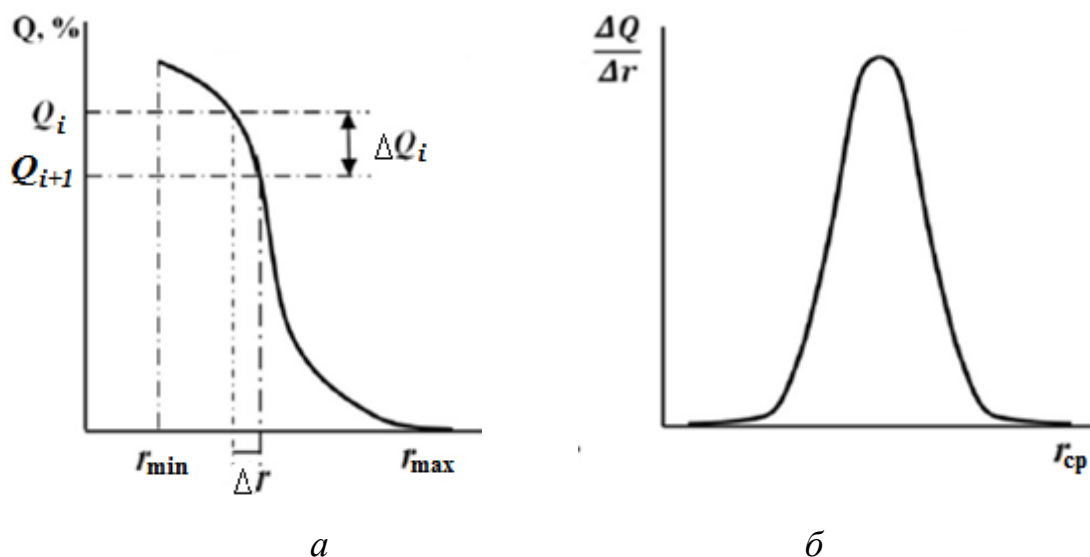


Рис. 4. Кривые распределения частиц по радиусам:
а – интегральная; б – дифференциальная

Кривая интегральной функции распределения отображает содержание Q (% мас.) частиц с радиусами, большими данного r . Пользуясь интегральной кривой распределения, можно легко определить долю определенной узкой фракции с граничными радиусами r_1 и r_2 – отрезок $Q_1Q_2 = \Delta Q$ (рис. 4, а).

Дифференциальная кривая распределения частиц по радиусам представляет собой зависимость $\Delta Q / \Delta r = f(r)$. Данные для построения дифференциальной кривой распределения находят, обрабатывая интегральную кривую следующим образом. Через равные интервалы радиусов Δr , которые выбираются произвольно, строят ординаты до пересечения с интегральной кривой, сносят эти точки на ось ординат, находят значение ΔQ – разность между двумя соседними ординатами (рис. 4, а) и рассчитывают отношение $\Delta Q / \Delta r$. Число отрезков Δr , на которые разбивают абсциссу, должно быть не менее 8 – 10.

Затем, откладывая на оси абсцисс значения среднего радиуса $r_{\text{ср.}}$ частиц данной фракции, а на оси ординат значение $\Delta Q/\Delta r$, получают дифференциальную кривую (рис. 4, б).

Дифференциальную кривую можно построить другим способом. Откладывая на оси абсцисс значения эквивалентных радиусов r , а на оси ординат $\Delta Q/\Delta r$, строят прямоугольники, беря за основания равные интервалы радиусов Δr . В полученной гистограмме площадь каждого прямоугольника представляет собой содержание фракции осадка в пределах выбранного интервала радиусов Δr . Соединив плавной кривой середины верхних оснований прямоугольников, получают дифференциальную кривую распределения, по которой можно определить $r_{\text{н.в.}}$ – наиболее вероятный радиус частиц в данной дисперсной системе.

График дифференциальной функции распределения $dQ/dr = f(r)$ дает наглядное представление о фракционном составе суспензии.

Чем уже кривая распределения и выше ее максимум, тем ближе система к монодисперсной; наоборот, чем кривая более растянута и чем ниже ее максимум, тем суспензия более полидисперсна.

Положение максимума на дифференциальной кривой соответствует среднему радиусу фракции, массовая доля которой в данной суспензии максимальна.

1.6 Контрольные вопросы

1. Что такое дисперсность системы? Какие количественные характеристики дисперсности существуют?
2. Какие методы дисперсионного анализа Вам известны? Укажите области их применения.
3. В чем суть седиментационного анализа? На каких законах основано его применение для определения размера частиц?
4. Напишите уравнение Стокса для скорости седиментации в гравитационном поле. Каков физический смысл входящих в него величин? Какие параметры системы влияют на скорость оседания частиц?
5. Каковы условия применения закона Стокса при седиментации? Какие отклонения наблюдаются при несоблюдении этих условий?
6. Какие системы называют монодисперсными и полидисперсными? Что служит характеристикой полидисперсности системы?

7. Каково назначение интегральных и дифференциальных кривых распределения частиц по размерам? Как изменится вид кривых распределения по мере приближения полидисперсной системы к монодисперсной?

8. Как построить интегральную кривую распределения частиц по радиусам? Какие данные необходимы для ее построения?

9. Как построить дифференциальную кривую распределения по размерам? Как получить данные, необходимые для ее построения?

2 ИНСТРУКЦИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ИНТЕРАКТИВНОЙ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ «СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ СУСПЕНЗИИ»

2.1 Подготовка к эксперименту. Описание установки

В данной лабораторной работе для седиментационного анализа суспензий используют седиментометр (*рис. 5*). Установка включает весы для взвешивания осадка и таймер для регистрации времени оседания частиц суспензии. К электронным микровесам подвешивается на тонкой стеклянной нити чашечка. Чашечка опущена в стеклянный цилиндр, заполненный суспензией.

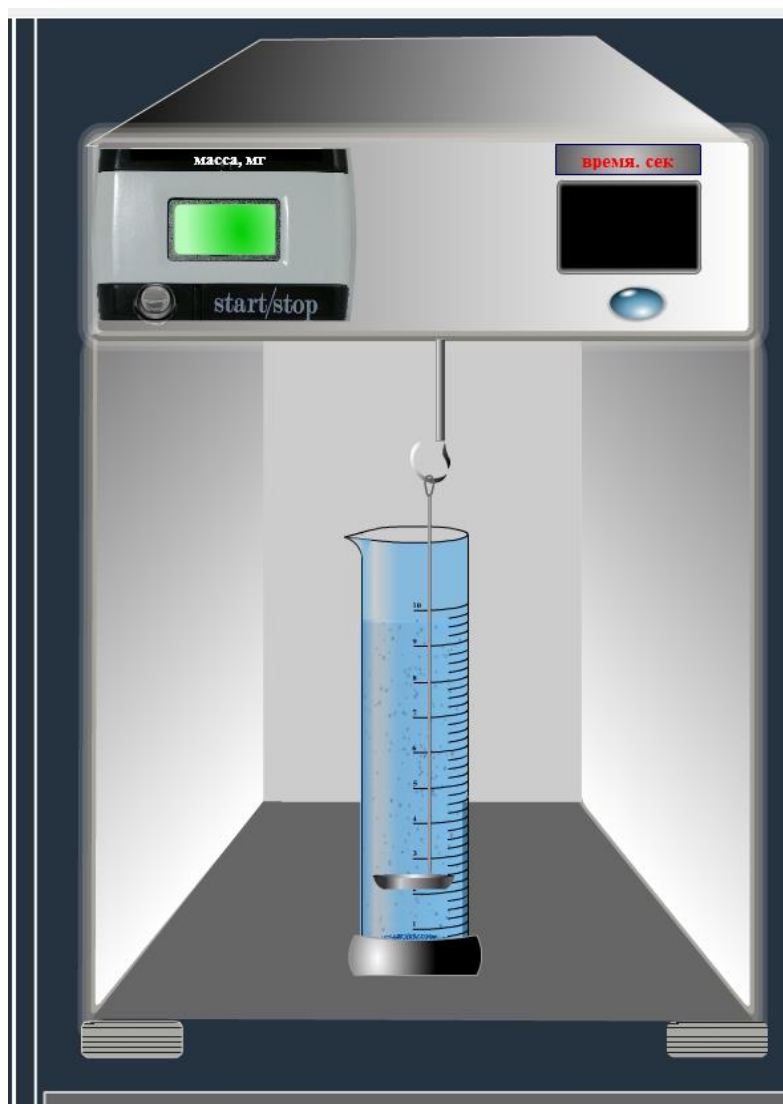


Рис. 5. Седиментометр – установка для измерения массы седиментационного осадка

Перед началом эксперимента

а) подготовьте рабочую тетрадь;

б) в рабочей тетради нарисуйте таблицу для записи экспериментальных данных (*табл. 1*);

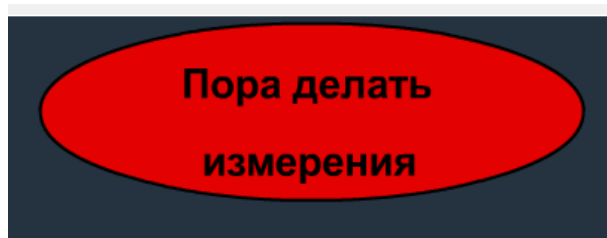
Обратите внимание: для построения седиментационной кривой необходимо фиксировать изменение массы осадка до полного оседания всех частиц дисперсной фазы ($m_{\max}(t) = \text{const}$). Постепенно седиментация замедляется, поэтому интервалы между взвешиваниями приходится увеличивать. В данной работе эксперимент выполняется в три этапа с разными интервалами времени оседания, что отражено в *табл. 1*.

Т а б л и ц а 1. Экспериментальные данные для построения седиментационной кривой

Этап 1		Этап 2		Этап 3	
Время оседания частиц от начала эксперимента t , с	Масса m , мг	Время оседания частиц от начала эксперимента t , с	Масса m , мг	Время оседания частиц от начала эксперимента t , с	Масса m , мг
5		80		720	
10		100		840	
15		120		960	
и т.д. до 60 сек (через каждые 5 секунд)		и т.д. по сигналу до 600 сек		и т.д. по данным виртуального лаборанта до 3600 сек	
...		...		...	
60		600		3600	
					до $m_{\max} = \text{const}$

В течение примерно одной минуты (этап 1) показания весов удобно записывать с интервалом 5 секунд между взвешиванием, так как на начальной стадии процесса частицы оседают достаточно быстро.

На втором этапе изменение массы осадка суспензии нужно записывать реже, по **специальному сигналу**:



На заключительном этапе измерения «проведет виртуальный лаборант», а опытные данные Вы получите, если правильно выполните контрольное задание.

2.2 Выполнение эксперимента

1. В папке «Лаб раб» откройте файл «седиментация».
2. На титульном листе интерактивной лабораторной работы (рис. 6) в графе «Выполнил» введите свою фамилию,

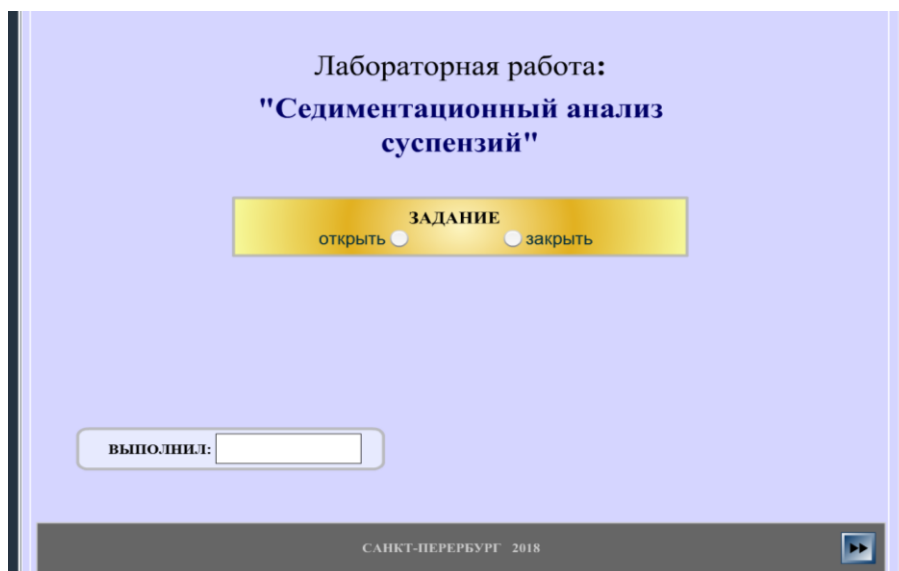


Рис. 6. Титульный лист интерактивной лабораторной работы

При нажатии на белую кнопку «открыть», в интерактивной работе появится задание. Просмотрите и запишите в рабочую тетрадь предложенное Вам задание.

3. Щелкните по кнопке , которая находится в правом нижнем углу титульного листа интерактивной лабораторной работы. На экране появится действующая модель седиментометра (рис. 7). Внимательно прочитайте и действуйте согласно инструкции (рис. 8).

Результаты первого этапа эксперимента записывайте в *табл. 1*.

Через некоторое время появится новая инструкция (рис. 9, 10). Теперь измерения можно делать и записывать в *табл. 1* реже, по специальному сигналу. А в промежутках между измерениями очень важно следующее:

а) прочитать электронную книгу и записать в тетрадь все нужные формулы. Книга открывается и закрывается щелчком мышкой по ее иконке;

б) кроме того надо измерить расстояние H от верхнего уровня суспензии до дна чашки – это путь, который пройдут частицы, оседая под действием силы тяжести. Как «взять» линейку, подскажут зеленые кнопки  (рис. 11);

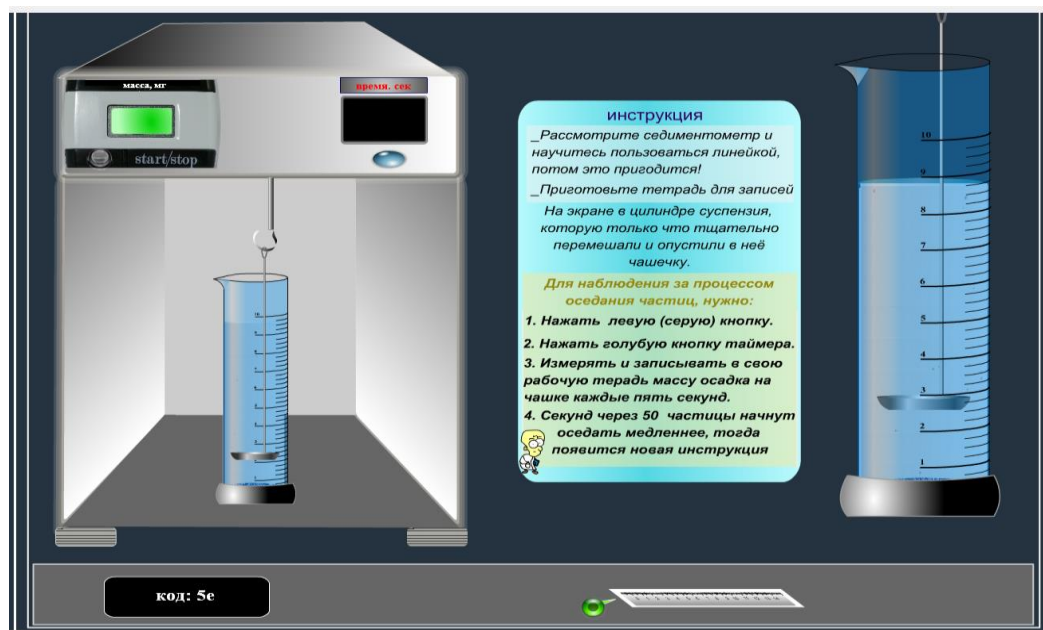


Рис. 7. Электронная страница: выполнение эксперимента – этап первый

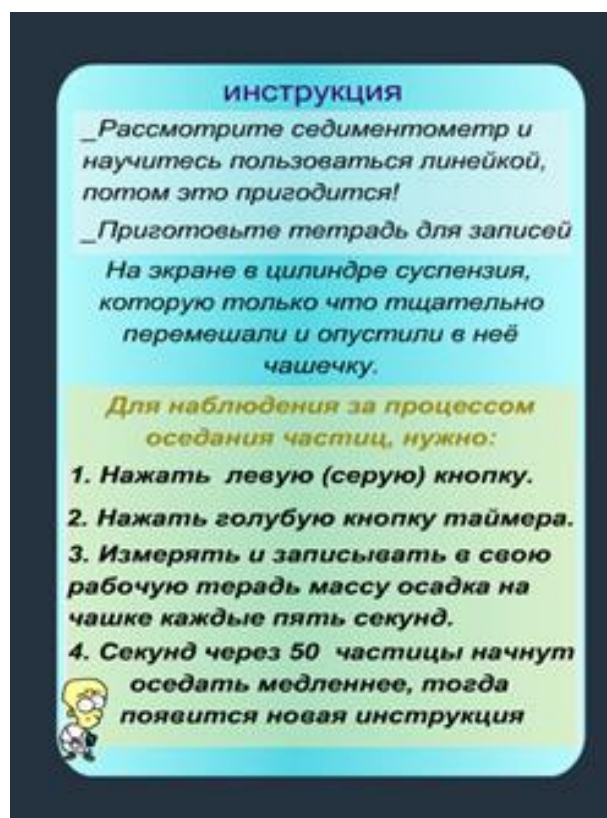


Рис. 8. Инструкция

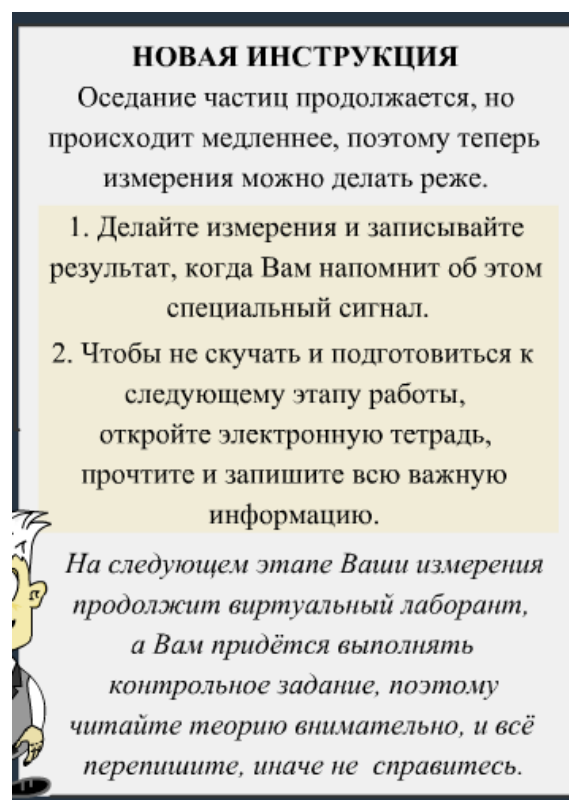


Рис. 9. Новая инструкция



Рис. 10 .Электронная страница: выполнение эксперимента – этап второй

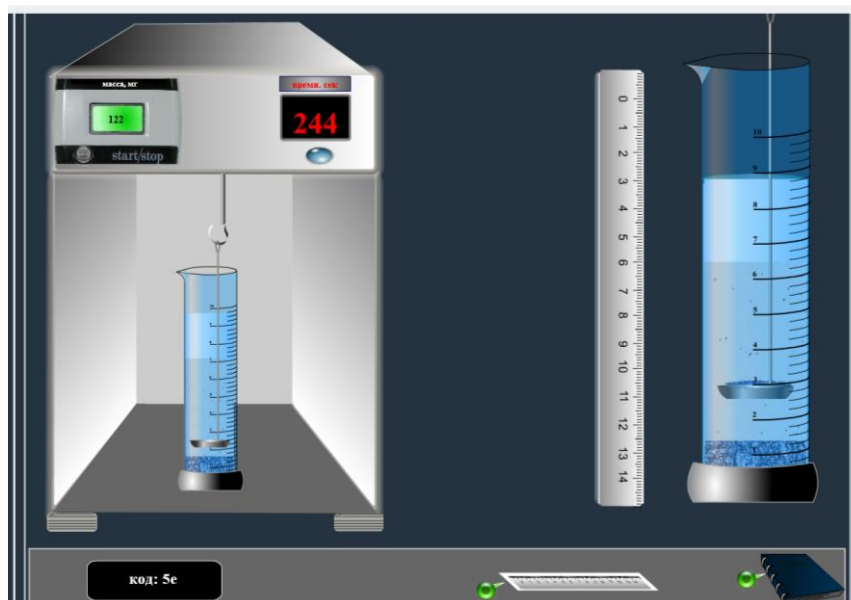


Рис. 11 . Электронная страница: измерение высоты оседания частиц H

в) далее измерения продолжит виртуальный лаборант (этап 3), а Вы приступайте к выполнению контрольного задания. Доступ к результатам эксперимента Вы получите, если все рассчитаете правильно.

2.2 Расчет контрольного задания

а) откройте условие контрольного задания (пример приведен на *рис. 12*).

ВНИМАНИЕ: объект (суспензия) для расчета контрольного задания **НЕ совпадает** с суспензией, исследуемой Вами в данной лабораторной работе.

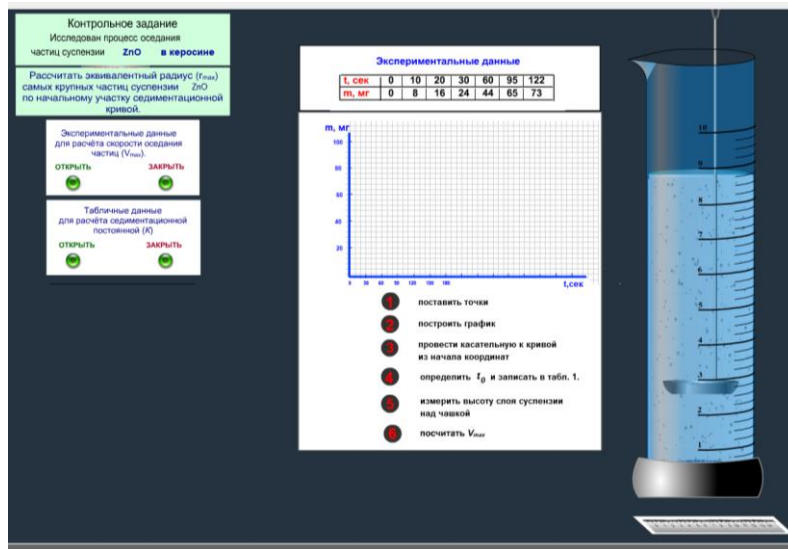


Рис. 12. Электронная страница с условием контрольного задания

б) нажимая кнопки 1 – 6 (*рис. 12 ,13*) выполните необходимые построения и расчеты;

в) заполните *табл. 1 – 3* на электронной странице «контрольное задание» (*рис. 14*).

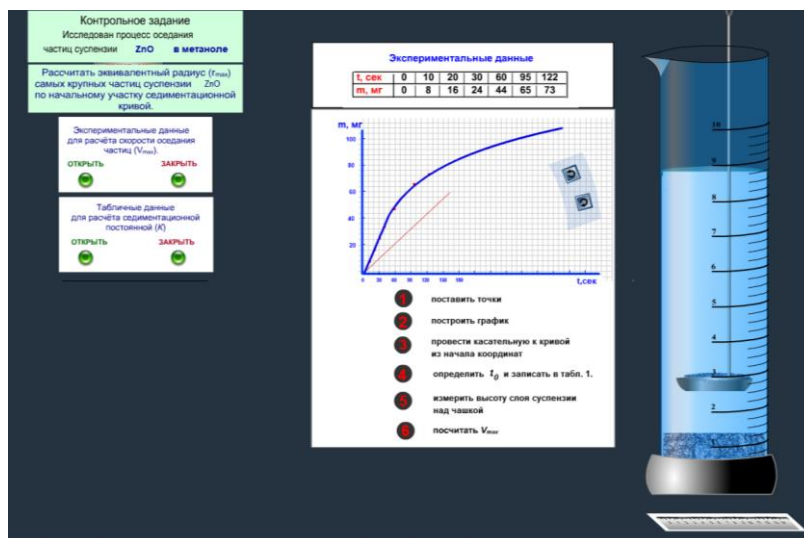


Рис. 13. Для выполнения контрольного задания

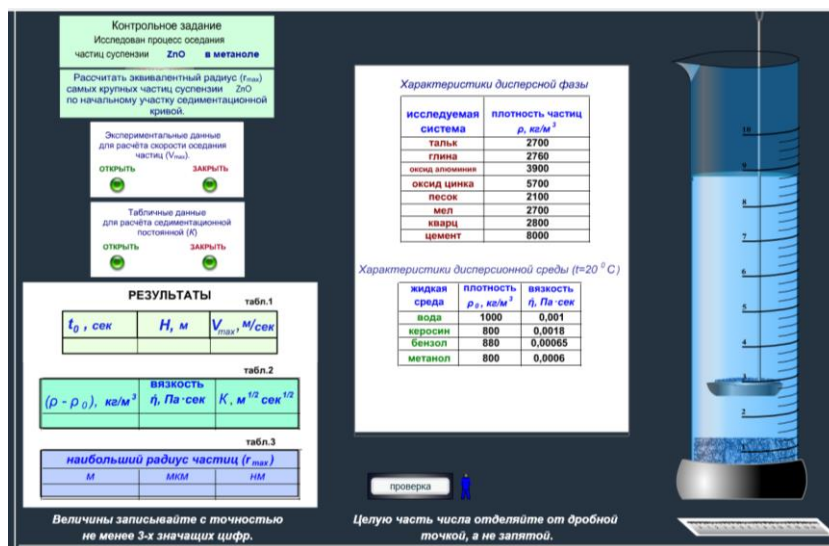


Рис. 14. Результаты расчета контрольного задания

Если расчеты верны, откроется доступ к экспериментальным данным этапа 3 (рис. 15).

г) нажимайте зеленую кнопку и записывайте (в табл. 1, этап 3 в рабочей тетради) время седиментации и массу частиц суспензии, осевших за это время. Эксперимент считают законченным, когда два-три последних взвешивания с интервалом между ними не менее 2-х мин совпадают.



Рис. 15. Экспериментальные данные (этап третий)

2.4 Регистрация результатов эксперимента

1. После окончания эксперимента внимательно проверьте записи в рабочей тетради, нажмите кнопку  (рис. 16) и перейдите на новую страницу (рис. 17).

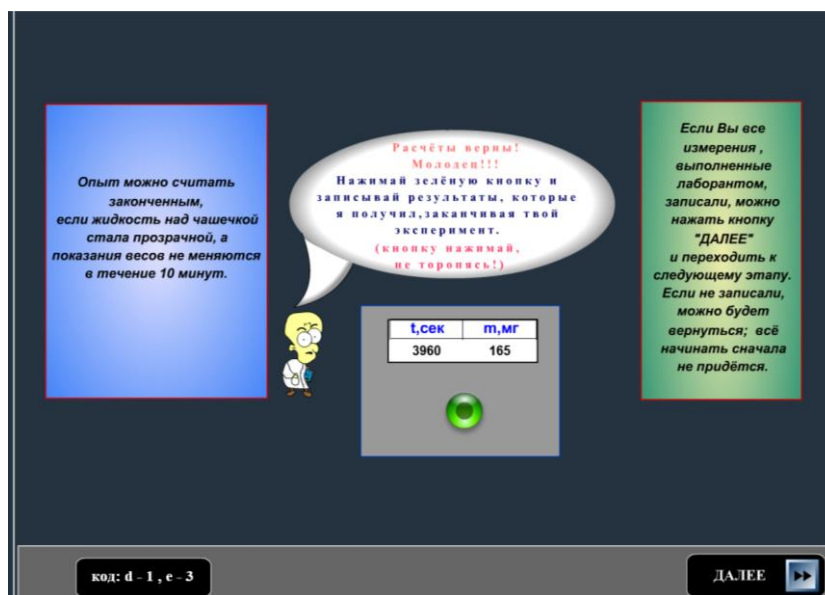


Рис. 16. Вид электронной страницы

2. Заполните таблицы на странице «Результаты» на экране компьютера (рис. 17). (**ВНИМАНИЕ:** все величины относятся к исследуемой Вами суспензии).

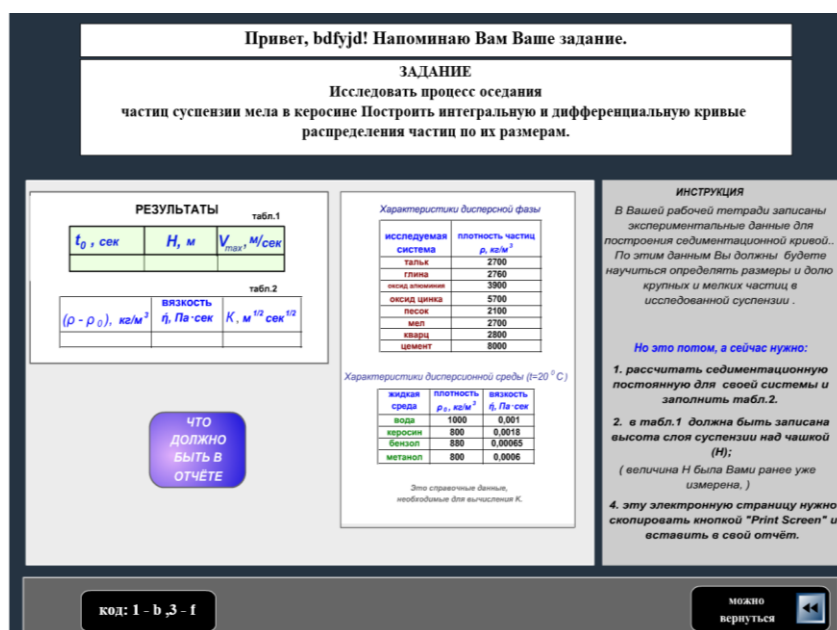


Рис. 17. Электронная страница «Результаты»

3. Скопируйте страницу с заполненными таблицами (*рис. 17*) кнопкой «Print Screen» и приложите ее к отчету

4. Приступайте к расчетам и построению графиков.

3. ОБРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ МЕТОДОМ ПОСТРОЕНИЯ КАСАТЕЛЬНЫХ

1. По экспериментальным данным седиментационного анализа. (*табл. 1* в рабочей тетради) постройте седиментационную кривую – график зависимости массы осевших частиц суспензии от времени седиментации $m(t)$ (**Внимание:** график должен занимать все поле листа миллиметровой бумаги размером 20х40 см).

2. Определите время оседания самых крупных частиц – $t_{\min}$ и самых мелких – $t_{\max}$ (см. *рис. 3, а*).

3. По формуле (9) рассчитайте радиус самых крупных и самых мелких частиц.

4. Далее на кривой седиментации между $t_{\min}$ и $t_{\max}$ в области наибольшего изменения кривизны выберите 8 точек, характеризующих соответствующие фракции.

5. В выбранных точках проведите касательные к кривой и продолжите их до пересечения с осью ординат. Точки пересечения касательных с осью ординат Q_i дают суммы масс фракций, полностью выпавших к моменту времени t_i , т. е. Q_1 это масса частиц, которые полностью выпадут к моменту времени t_1 ; Q_2 – к моменту времени t_2 и т. д.

6. Запишите время оседания t_1 ; t_2 и т. д каждой фракции (*рис. 3, б*).

7. Рассчитайте по формуле (10) относительную массу каждой фракции $Q_i(\%)$,

8. Определите их граничные радиусы.

Результаты построения запишите в *табл. 2* рабочей тетради.

Т а б л и ц а 2. Данные для построения интегральной кривой распределения частиц по размерам

Номер фракции	Время t , с	Q'_i мг	Q_i (%)	r_i
	$t_{\min}$			$r_{\max}$
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
	$t_{\max}$			$r_{\min}$

Для построения дифференциальной кривой распределения надо провести графическое дифференцирование интегральной кривой (рис. 4, а).

9. Ось радиусов разбейте на отрезки (не менее 10-и) Δr_i (удобнее равные).

10. На границах этих отрезков восстановите перпендикуляры до пересечения с кривой $Q = f(r)$.

11. Рассчитайте соответствующие значения $\Delta Q_i = Q_1 - Q_2$ (см. рис 4, а).

12. По полученным данным рассчитайте функцию распределения = $\Delta Q / \Delta r = f(r)$

13. Расчетные данные запишите в табл. 3 рабочей тетради.

14. Постройте зависимость $\Delta Q / \Delta r = f(r_{\text{ср}})$, где $r_{\text{ср}}$ – среднее значение радиуса соответствующего интервала Δr_i (рис. 4, б).

Т а б л и ц а 3. Данные для построения дифференциальной кривой

Границы радиусов фракций r , мг	$\Delta r = r_2 - r_1$, мг	$r_{\text{ср}} = (r_1 + r_2)/2$	ΔQ (%)	$\Delta Q / \Delta r = f(r)$

4. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Название и цель работы.
2. Итоги эксперимента в виде 3-х заполненных таблиц.
3. Расчет дисперсионных характеристик.
4. Графики, построенные на миллиметровой бумаге.
5. Выводы.

Отчет можно представить в электронном или бумажном варианте.

ЛИТЕРАТУРА

1. Фролов, Ю. Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы/ Ю. Г. Фролов – М.: Химия, 1982. – 400 с.
2. Щукин, Е. Д. Коллоидная химия/ Е. Д. Щукин, А. В. Перцов, Е. А. Амелина – М.: Высш. шк., 2007. – 445 с.
3. Сумм, Б. Д. Основы коллоидной химии/ Б. Д. Сумм – М.: Академия, 2007. – 240 с.
4. Лабораторные работы и задачи по коллоидной химии/ под ред. Ю. Г. Фролова и А. С. Гродского. – М.: Химия, 1986. – 216 с.
5. Практические работы по коллоидной химии: учеб. пособие/ Л. П. Шиляева и др. – Томск: Изд. Дом Томск. гос. ун-та, 2015. – 244 с.
6. Седиментационный анализ суспензий: метод. указания/ сост. Л. В. Кольцов, М. А. Лосева. – Самара: Самар.гос.техн.ун-т, 2017. – 13 с.
7. Седиментационный анализ суспензий: метод. указания/ сост. В. Н. Наумов, Д. В. Королев – СПб.: – ГОУВПО СПбГТИ (ТУ), 2005. – 30 с.