

氢氧化铁胶体制备与性质实验的改进

阮秀琴* 尹家卉

(中国药科大学理学院 江苏南京 210098)

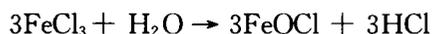
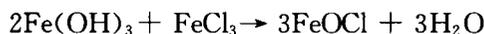
摘要 针对现行的物理化学实验中的溶胶电泳实验, 胶溶法存在容易失败的问题, 水解法存在渗析纯化所需时间过长的的问题, 采用用盐酸溶液作为胶溶法的分散剂, 对 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 胶体实验进行了改进, 省时简便, 成功率高, 可不经渗析直接进行电泳实验。

关键词 氢氧化铁胶体 制备方法 电泳实验 盐酸溶液

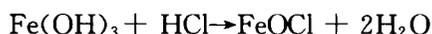
DOI: 10.13884/j.1003-3807hxjy.2014080033

胶体的制备和电泳实验是大学物理化学实验中的一个基础实验, 通过该实验使学生掌握胶体的制备方法和加深对胶体性质的理解。通常选用 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 胶体, 其制备方法有化学法凝聚、胶溶法等。实验教材大多采用水解法, 为了去掉多余的电解质杂质, 需要进行较长时间的渗析纯化才能用于电泳实验。用氯化铁溶液水解制备 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶的另一缺点是 FeCl_3 溶液浓度过大或过小, 滴加的速度过快, 或沸腾时间过短等原因, 会使 FeCl_3 水解不彻底, 形成的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 胶粒太小或浓度太小, 致使做胶体的凝聚实验时, 加入电解质 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 不产生沉淀而失败^[1]。为了缩短实验时间, 也可采用胶溶法制备 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 胶体^[2-3], 该胶体不用渗析可直接做电泳实验。但我们通过研究, 发现该方法也存在缺陷: 由于重新分散这一步不容易重复, 学生初次实验, 经常不能成功制备 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶或者只能部分成胶, 致使后续的胶体性质实验的结果不理想, 甚至与理论不相符。

$\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀重新分散成胶体 $\{ [\text{Fe}(\text{OH})_3]_m \cdot n\text{FeO}^+ \cdot (n-x)\text{Cl}^- \}^{x+} \cdot x\text{Cl}^-$ 的一个关键是加入合适的分散剂, 以 FeCl_3 溶液作为分散剂的原理时发生如下反应:



考虑到盐酸与 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀反应生成铁酰氯的反应更容易:



我们尝试以盐酸溶液作为胶溶法的分散剂, 发现非常容易制备出 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶。为了便于学生实验, 本文考察了盐酸溶液的溶度和使用量, 胶体的稳定性, 测量了胶体的 pH、电导率、 ξ 电势、

粒径以及胶体性质实验, 并与其他 2 种方法制备的胶体进行比较。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: 雷磁 DDS-307A 电导率仪; SD600 电离平衡常数综合测定仪; Nano-ZS90 马尔文粒度仪; PHSJ-4 pH 计; 旋涡 85-1 加热磁力搅拌器; DYY-III-5 型稳压稳流电泳仪。

试剂: 三氯化铁 (AR); 盐酸 (AR); 氨水 (AR); 氯化钾 (AR)。

1.2 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶的制备

快速水解法和胶溶法 (胶溶法 1) 见参考文献^[3]。

以盐酸溶液作为胶溶法 (胶溶法 2) 操作如下: 将 10% 的 FeCl_3 溶液 20 mL 溶于 100 mL 蒸馏水中, 滴加过量氨水, 生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 新鲜沉淀, 过滤并用蒸馏水洗涤 3 次, 得黄褐色 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀。将新鲜 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀转移到 100 mL 蒸馏水中, 加 1.5 mol/L 稀盐酸 5 mL, 加热至微沸, 搅拌, 直至沉淀完全消失, 得到深褐色 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶, 冷却后用 100 mL 容量瓶定容。

将上述制备的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶放置一段时间以考察胶体的稳定性, 稀释 50 倍测电导率、粒径和 ξ 电势。

胶体性质实验是比较电解质 NaCl 和 Na_2SO_4 溶液对胶体的聚沉能力及大分子溶液对胶体的保护作用^[3]。

1.3 U 型电泳实验^[4-6]

将上述制备的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶用 100 mL 容量瓶定容, 测量电导率, 每份中加入 10 g 尿素, 再

* 通信联系人, E-mail: rxqcpu@163.com

测量电导率, 配制相同电导率的 KI 溶液作为辅助液。在洗净干燥的电泳仪中加入适量辅助液, 然后注入 Fe(OH)₃ 胶体直至辅助液浸没 Pt 电极, 调节电压至 35 V, 打开电源, 电泳 50~60 min。观测正极液面的移动距离。

2 实验结果与讨论

2.1 胶体性质实验

将胶体浓度控制在合理范围 (100 mL 水中滴加 10% 三氯化铁溶液 10~20 mL) 内, 水解法制得的 Fe(OH)₃ 胶体无需渗析, 胶体性质实验结果与胶体理论相符, 见表 1。

胶溶法 1 制备 100 mL 胶体的 FeCl₃ 的用量, 在 20~25 mL 范围比较合适, 超过这个范围性质实验结果不明显。用胶溶法 1 制备 Fe(OH)₃ 胶体时, 如部分成胶则放置一段时间, 取上清液调整浓度做性质实验, 数据无法重复, 但结果基本符合胶体理论。

水解法制得的 Fe(OH)₃ 胶体用电泳实验测 ξ 电势时, 由于氯化氢含量偏高, 需要经过渗析才能进行电泳实验, 见表 2。

表 1 Fe(OH)₃ 胶体的性质实验数据

Table 1 The experimental data of properties of Fe(OH)₃ colloids

制备方法	水解法			胶溶法 1		胶溶法 2
	10	15	20	25	20	20
氯化铁用量/mL	10	15	20	25	20	20
1 mol/L Na ₂ SO ₄ /滴	1	1	1	1	1	1
2 mol/L NaCl /滴	21	15	9	22	35	50
1 d 白明胶 /滴	4	3	3	10	9	10
5 d 白明胶 /滴	7	10	7	10	9	11
20 d 白明胶 /滴	23	15	12	11	14	15

注: 水解法中搅拌速度为 4 转/s, 三氯化铁溶液滴加速度为 8 min/10 mL。

表 3 胶溶法 2 制备 Fe(OH)₃ 胶体的 pH、 ξ 电势、粒径和电导率

Table 3 The pH, ξ , particle size and conductivity of Fe(OH)₃ colloid prepared by the second sol method

盐酸浓度/ (mol/L)	6	6	3	3	3	1.5	1.5	1.5
盐酸用量/mL	3	2	5	4	3	6	5	4
胶体外观性状	红褐色	部分成胶, 静止放置有少量沉淀						
pH	1.617	1.773	1.663	1.836	1.937	1.844	2.036	
ξ 电势/mV	44.7	37.0	36.7	42	39.9	44.4	39.5	
粒径/nm	525.2	320.8	401.9	349.5	288.5	406.5	261.7	
电导率/ (mS/cm)	27.8	21.2	20.7	17.4	15.5	15.4	13.9	

表 2 渗析前后数据对比 (取用 15 mL 氯化铁溶液制成的胶体)

Table 2 Comparison of data before and after dialysis

	pH	ξ 电势/mV	粒径/nm	电导率 (mS/cm)
渗析前	1.287	18	47.1	0.928
渗析后	5.995	33.7	49.06	0.00322

注: 由于渗析前后溶胶的浓度变化, pH 与电导率无法直接比较。

2.2 胶溶法的改进

在实验中发现, 学生按照教材提供的胶溶法 1 制备胶体, 很难完全成胶, 导致制备的胶体浓度变化范围很大。其原因可能是作为分散剂的三氯化铁在微沸时滴加, 由于有水解副反应, 不利于 FeO⁺ 生成, 影响了胶体的形成。

本文提出了一种制备 Fe(OH)₃ 胶体的新方法 (胶溶法 2)。实验结果表明, 采用不同浓度和用量的稀盐酸均可成功制备 Fe(OH)₃ 胶体, 见表 3。但盐酸用量越少, 粒径越小, 电导率越低。为了能直接用于电泳实验, 选择盐酸浓度和用量分别为 1.5 mol/L 和 5 mL。为使胶体的粒径等性质重复性好, 沉淀分散时的搅拌速度控制在 4 转/s。用此方法制备 Fe(OH)₃ 胶体与胶溶法 1 相比, 形成胶体所需时间短, 冷却后放置基本无沉淀, 电导率较低且稳定, 胶体性质实验与理论相符且重复性好。实验证明, 胶溶法 2 制得的 Fe(OH)₃ 胶体不用渗析可直接用于电泳实验, 见表 4。所测 ξ 电势与用马尔文粒度仪测量的结果非常接近 (胶体加了尿素可使电泳界面清晰但降低了电导率, 使 ξ 测量偏低^[5]), 也与 Fe(OH)₃ 胶体的理论 ξ 电势相近, 简化了 Fe(OH)₃ 胶体制备与电泳实验。用此方法制备的胶体非常稳定, 放置 2 个月未见聚沉现象。

表4 胶溶法2制备Fe(OH)₃胶体的电泳数据Table 4 Electrophoretic data of Fe(OH)₃ colloid prepared by the second sol method

实验	电导率/(mS/cm)	电泳时间/min	液面移动距离/cm	ξ_A /mV	ξ_B /mV	$E=35\text{ V}$ $L=10\text{ cm}$ $\epsilon=7.84\text{ F/m}$ $\eta=0.8904\text{ mPa}\cdot\text{s}$
1	10.00	60	1.25	38.2	41.5	
2	10.08	50	1.1	40.3	42.1	
3	10.10	50	1.05	38.5	42.2	

注： ξ_A 为电泳测定结果， ξ_B 为未加尿素的马尔文粒度仪测量结果。

在实验课中让学生做了对比实验，要求每组学生用2种胶溶法制备Fe(OH)₃胶体。结果11组学生用胶溶法2全部成功，而用胶溶法1则6组同学部分成胶，5组同学基本失败。这充分说明胶溶法2作为学生实验的可操作性较强。

3 结论

本文对Fe(OH)₃胶体制备实验进行了改进，用稀盐酸作为分散剂以取代FeCl₃溶液。不用渗析可直接用于胶体性质实验，成功率高，可重复性好，可以作为学生胶体实验的方法使用。

参 考 文 献

- [1] 庄玉贵, 林鹏. 福建师大福清分校学报, 2012 (5): 52-56
- [2] 李松海. 师范教育, 2003 (2): 34
- [3] 徐开俊. 物理化学实验与指导. 中国医药科技出版社, 2009: 211-215
- [4] 刘春辉, 赵艳茹, 高明. 广州化工, 2009, 37 (8): 238-240
- [5] 肖文敏. 赤峰学院学报: 自然科学版, 2012 (14): 3-5
- [6] 谢秀梅, 姚凤, 李星华. 临沂师范学院学报, 2004, 26 (6): 93-95

Improvement of Preparation and Property Experiment of Ferric Hydroxide Colloid

RUAN Xiu-Qin* YIN Jia-Hui

(School of Science, China Pharmaceutical University, Nanjing 210098, China)

Abstract In traditional physical chemistry experiment of ferric hydroxide colloid electrophoresis, colloidal chemical method often ends up in failure, and hydrolysis method is time consuming in dialysis and purification. This article put forward a new simple and efficient method for preparation and electrophoresis of ferric hydroxide colloids, in which hydrochloric acid solution was used as dispersant in preparation and electrophoresis experiment could be performed without dialysis.

Keywords ferric hydroxide colloid; preparation method; electrophoresis; hydrochloric acid solution