

Studium povrchového náboje nanočástic ve vodném prostředí v závislosti na pH

Úkol

Zjistěte závislost povrchového náboje nanokrystalů oxidu železitého na pH. Určete izoelektrický bod (p.z.c.) a oblast stability koloidu.

Úvod

Pokud je pevná látka ponořena do polárního elektrolytu, mohou na jejím povrchu nastat různé procesy - preferenční adsorpce a dissoluce určitých iontů, substituce povrchových iontů, akumulace nebo rozptýlení elektronů na povrchu, fyzikální adsorpce nabitých látek apod. Tyto procesy vedou ke vzniku nenulové hustoty povrchového náboje a tedy elektrochemického potenciálu. Vzhledem k zaměření této práce na oxidické materiály, je nutné zmínit, že u těchto materiálů vzniká povrchový náboj především dissolucí a depozicí iontů z roztoku (při změně pH především H_3O^+ a OH^-). Tato charakteristika je nazývána „zeta“ potenciál a udává tedy jak velký je elektrostatický potenciál na povrchu krystalitů. Bod pH, kdy je zeta potenciál nulový, je označován p.z.c. (z anglického „point of zero charge“) – tedy bod nulového náboje.* Pokud je pH solu krystalitů větší než p.z.c., je povrch oxidu pokryt záporně nabitými OH skupinami. Pokud je pH nižší než p.z.c., je H^+ iont ten, který zapříčiňuje kladný povrchový potenciál. Z Nernstovy rovnice lze snadno odvodit vztah pro výpočet zeta potenciálu E :

$$E = \frac{2,303R \cdot T \log(p.z.c. - pH)}{F}$$

kde R je univerzální plynová konstanta, T absolutní teplota a F je Faradova konstanta. Pro pokojovou teplotu se dá vztah ještě zjednodušit:

$$E \approx 0,06(p.z.c. - pH)$$

Přehled p.z.c. některých oxidických materiálů podává tabulka Tab. 1.

Materiál	p.z.c.	Materiál	p.z.c.
SiO_2	2,5	Fe_2O_3	8,6
TiO_2	6	Al_2O_3	9

Bod p.z.c. není u téhož materiálu za všech okolností stejný, záleží např. na metodě přípravy, modifikaci povrchu nebo kalcinaci (p.z.c. nekalcinovaného TiO_2 je 6, zatímco kalcinovaného až 3,2).

Postup

V prvním kroku připravte vzorek nanočástic oxidu železitého. Příprava vychází ze srážecích reakcí solí železnatých a železitých v poměru 1:2 jako při precipitaci magnetitu. Jednoduchý příklad syntézy magnetitu je z roztoků FeCl_2 a FeCl_3 vysrážených roztokem amoniaku. Magnetit je ale ve formě ferofluidu nestálý a oxiduje se na maghemit, např. v kyselém vodném roztoku. Nanokrystaly magnetitu připravte následujícím postupem. 10,01 g (36 mmol) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a 8,08 g (20 mmol)

$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ rozpusťte v 50 ml destilované vody. Tento roztok pomalu přidejte k 400 ml bazického roztoku amoniaku. Směs míchejte 30 minut a dekantujte. Oddělte část vzorku pro analýzu na autotitrátoru. Poté připravte 10 vzorků o různém pH, které adjustujete pomocí 0.2 M HCl, a změřte postupně jejich zeta potenciál. Původní vzorek analyzujte následně pomocí autotitrátoru. Před jednotlivými měřeními vzorky opakovaně přefiltrujte přes injekční filtr^a. Obě závislosti zeta potenciálu na pH proveďte a vyhodnoťte požadované parametry.

Detailní informace o práci s přístrojem ZetaSizer a autotitrátorem jsou uvedeny v Příručce pro uživatele. Dbejte pokynů vyučujícího a v případě nejasností během provádění experimentů kontaktujte vyučujícího.

^a Všechny kapaliny používané pro zředění vzorku (dispergovadla a rozpouštědla) se musejí před použitím filtrovat, abyste se vyvarovali kontaminace vzorku. Velikost filtru bude určená odhadovanou velikostí vzorku. Je-li vzorek 10 nm, pak prach o velikosti 50 nm bude důležitou kontaminující látkou v dispergovadle. Vodná dispergovadla se mohou filtrovat až na 0,2 μm , zatímco nepolární dispergovadla se mohou filtrovat až na 10 nebo 20 nm. Vzorky se nefiltrují, pokud je to vůbec možné. Filtry mohou odstranit vzorek absorpcí stejně jako fyzikální filtrací. Vzorek filtrujte pouze tehdy, jste-li si vědomi částic větších velikosti, jako aglomeráty, které je potřeba odstranit, protože nejsou důležité, nebo způsobují kolísání výsledků.