

# Ólom-szulfát szol előállítása és vizsgálata

## Elméleti bevezető

Szolok előállítására számos módszer ismeretes. A legtöbb módszer általában besorolható két nagy csoportba: a durvább részecskék méretének csökkentése (diszpergálás, peptizáció), vagy kisméretű részecskék méretének növelése (kondenzáció, koaguláció, aggregáció). Szervetlen anyagokból mindkét módszerrel előállíthatunk folyékony közegű diszperziós kolloidokat, melyek között fizikai (mechanikai, elektrosztatikus, stb.) és kémiai módszerek egyaránt előfordulnak. Bizonyos esetekben az egyszerű csapadékképződési reakciók is kolloid rendszer képződésével járnak a reakció lejtászdása során alkalmazott körülményektől függően. A keletkező diszpergált részecske mérete és alakja számos tényezőtől függ, így pl. a hőmérséklet, a csapadékot képző ionok koncentrációja, az ionerősség, az összeöntés sebessége is hatással van nem csak a fent említett méret és alakbeli tulajdonságokra, de a keletkező szol stabilitására is. A folyamatban képződő szilárd részecskék számát és nagyságát a gócképződés és gócnövekedés sebességének aránya szabja meg. Amennyiben a gózképződés sebessége meghaladja a gócnövekedést, úgy nagyszámú apró kristály (primer részecske) képződik, míg ellenkező esetben kevesebb és nagyobb (gyakran szabályosabb) kristályképződéssel kell számolnunk. A kisebb részecskék esetén a fajlagos felület igen nagy, így ha a rendszer termodinamikailag nem stabil (nincs elektrosztatikus vagy sztérikus stabilizálás) aggregációval lehetőség van a felület nagyságának csökkentésére (másodlagos aggregátumok képződése). Ilyenkor a leváló csapadék szerkezete megváltozik, jól ülepedővé válik, ezáltal a kolloid rendszer megszűnik.

## Kivitelezés

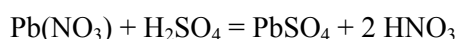
Ekvivalens mennyiségű ólom(II)- és szulfácionok reakciójában már hideg (szobahőmérsékletű) oldatban is pillanatszerű reakció játszódik le, melynek során fehér színű ólom-szulfát csapadék keletkezik. Készítsünk a kiadott ólom(II)-nitrát és kénsav törzsoldatokból 25,00cm<sup>3</sup> térfogatú 0,001; 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,250 és 0,500 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú oldatokat. 50-100 cm<sup>3</sup>-es főzőpoharakba öntsük hirtelen össze az azonos koncentrációjú ólom-nitrát és kénsav oldatokat. A keletkező csapadékos oldatokból cseppentsünk fel mikroszkóp tárgylemezére kevés mintát és vizsgáljuk meg a diszpergált szilárd anyag szerkezetét, morfológiáját! Állapítsuk meg, hogy az adott koncentrációknál primer vagy szekunder részecskék képződnek, és mérjük meg a primer részecskék méretét! Ábrázoljuk a primer részecskeméretet a koncentráció függvényében! Értelmezzük az adatokat és a tapasztaltakat!

# Jegyzőkönyv

Nagy Zoltán  
kémiatanár  
2012. október 11.  
csüt. du.

## Ólom-szulfát szol előállítása és vizsgálata

A gyakorlat során ólom(II)- és szulfácionok vizes oldatának reakciójával ólom-szulfát csapadékot állítottam elő, majd vizsgáltam a keletkező csapadék szerkezetét mikroszkóp segítségével. A folyamat reakcióegyenlete a következő:



A reakció során az ólom(II)- és szulfácionokból 1:1 sztöchiometriai arány mellett képződik a csapadék. Több különböző koncentráció mellett vizsgáltam a fent leírt folyamatot, melyekhez 0,5 M  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  és 0,5M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  törzsoldatokat használtam fel. Az egyes minták összeállításához az alábbi táblázatot használtam:

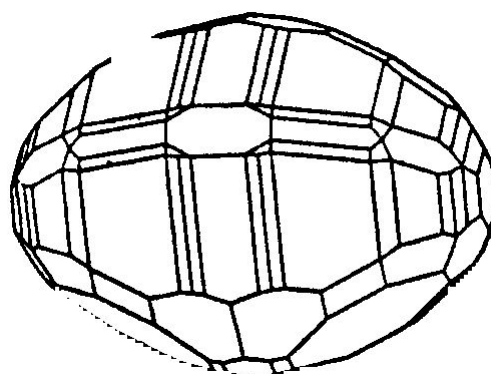
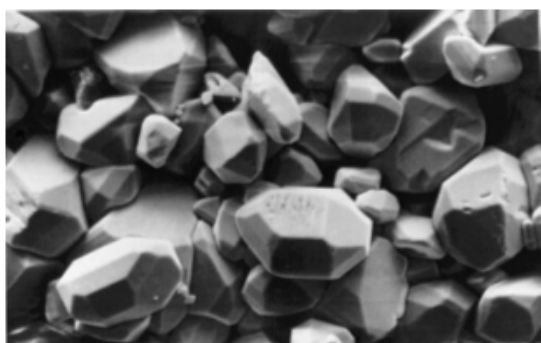
Sorszám	$V_{\text{ólom-nitrát}} (\text{cm}^3)$	Sorszám	$V_{\text{kénsav}} (\text{cm}^3)$	$[\text{Pb}^{2+}]_0 = [\text{SO}_4^{2-}]_0 (\text{mol/dm}^3)$
1A	0,050	1B	0,050	$0,5 \cdot 10^{-3}$
2A	0,125	2B	0,125	$1,25 \cdot 10^{-3}$
3A	0,250	3B	0,250	$2,5 \cdot 10^{-3}$
4A	0,375	4B	0,375	$3,75 \cdot 10^{-3}$
5A	0,500	5B	0,500	$5,0 \cdot 10^{-3}$
6A	1,25	6B	1,25	$12,5 \cdot 10^{-3}$
7A	2,50	7B	2,50	$25,0 \cdot 10^{-3}$
8A	3,75	8B	3,75	$37,5 \cdot 10^{-3}$
9A	5,00	9B	5,00	$50,0 \cdot 10^{-3}$
10A	12,5	10B	12,5	$125 \cdot 10^{-3}$
11A	25,0	11B	25,0	$250 \cdot 10^{-3}$

A táblázat utolsó oszlopában a számított ólom- és szulfácion koncentrációt tüntettem fel a csapadékképződés megindulása előtt (figyelembe véve, hogy azonos térfogatok összeöntésekor a koncentráció a felére csökken).

### Diszkusszió:

A leghígabb minta esetén nem tapasztaltam csapadékképződést, még mikroszkóppal sem láttam a szilárd anyag megjelenését. Ebben a mintában a  $[\text{Pb}^{2+}]_0 \cdot [\text{SO}_4^{2-}]_0 = 2,5 \cdot 10^{-7}$  amely meghaladja az ólom-szulfát oldhatósági szorzatát ( $1,82 \cdot 10^{-8}$ ) így valószínűleg túltelített oldat keletkezett. A 2-5 számú minták esetén lassan ülepedő tejszerű folyadékot kaptam, amelyek a gyakorlat végéig sem ülepedtek ki. A 6-os számú mintától kezdődően gyorsan ülepedő csapadékot kaptam, a visszamaradó anyalug teljesen átlátszó volt.

A mikroszkópos vizsgálatok során a 2-5 számú minták esetén rombuszra hasonlító részecskék jelentek meg növekvő mérettel. A 6-os számú mintától kezdődően a rombusz alakú kristályok mellett tűszerű részecskék is egyre nagyobb számban voltak jelen, az utolsó minta esetén ezek mennyisége olyan nagy volt, hogy a rombusz-szerű részecskéket már nem láttam. Az irodalom szerint (<http://www.canadus.com/pages/page.asp?s=3510>) ólomakkumulátorok esetén már megfigyeltek hasonló szerkezetű kristályképződést, melyet pinakoid formának neveznek:



A mikroszkópos vizsgálat során a rombusz alakú részecskék hosszabb átlóját mértem, a kapott adatokat táblázatban foglaltam össze.

Sorszám	$[\text{Pb}^{2+}]_0 = [\text{SO}_4^{2-}]_0$ (mol/dm <sup>3</sup> )	Primer részecske mérete (μm)
1	$0,5 \cdot 10^{-3}$	-
2	$1,25 \cdot 10^{-3}$	70
3	$2,5 \cdot 10^{-3}$	130
4	$3,75 \cdot 10^{-3}$	220
5	$5,0 \cdot 10^{-3}$	500
6	$12,5 \cdot 10^{-3}$	680
7	$25,0 \cdot 10^{-3}$	690
8	$37,5 \cdot 10^{-3}$	620
9	$50,0 \cdot 10^{-3}$	210
10	$125 \cdot 10^{-3}$	340
11	$250 \cdot 10^{-3}$	-

Az ólom-szulfát csapadék – a szulfácion kisebb hidratált ionsugara miatt, ([http://www.electrobionics.org/ionic\\_radii.pdf](http://www.electrobionics.org/ionic_radii.pdf)) – negatívan töltött mivel a szilárd részecskék felületén a szulfácionok adszorbeálódnak. Ez kis ionerősség mellett elektrosztatikusan stabilizálja a szolt. Ezzel magyarázható, hogy híg oldatok esetén miért nem ülepedett a minta, és miért nem észleltem másodlagos aggregátumokat. A gócképződés mellett egyre jelentősebbé vált a gócnövekedése is (a kezdetben keletkező primer részecskékre történik meg a további kiválás), így a részecskék mérete növekedést mutat a koncentráció növelésével.

A kiindulási koncentrációkat tovább emelve a reakció során keletkező salétromsav megnöveli az ionerősséget, amely a szilárd részecske kettősrétegét összenyomja, ezáltal a szol kevésbé stabilis mint a kis koncentrációk esetén, ezért a primer részecskék aggregálódni képesek (tűkristályok megjelenése). Ezen minták esetén a primer részecskék koncentrációja eléri azt az értéket, hogy azok összekapcsolódása könnyen végbemegy, mivel a köztük lévő tasztító erő is lecsökkent a megnövekedett ionerősség miatt.

Ilyenkor a gócnövekedés sebessége nem számottevő az aggregációhoz viszonyítva, így a primer részecskék (amennyiben nem aggregálódott az összes) mérete ismét csökkenést mutat.

**Az ólom(II)- és szulfátionok ekvimoláris rendszerében képződött primer részecskék mérete az ionok kezdeti koncentrációjának függvényében**

