**Время для изучения темы до 18.05.2020**

**Вопросы по выполнения задания – наставнику** Андрею Валерьевичу по ссылке <https://vk.com/id182241914>

Важным пунктом для обучающегося является умение воспроизводить методики получения химических веществ. Сама по себе методика уже содержит набор последовательных действий для получения необходимого результата. Трудности могут возникнуть с неверным определением количества вещества (концентрация, массовая и объемная доля), реагентом, мерной и химической посудой общего назначения, а также работа с самим прибором или приготовленными веществами.

Первым направлением будет изучение основных классов химических соединений.

Задание: дать определение и привести примеры всех видов оксидов, оснований, солей, кислот, простых веществ.

Для реализации методики необходимым будет приготовление растворов и разной концентрацией.

Задание:

1. вывести формулу концентрации раствора через объем и моли.

2.500 мл раствора содержится 56 г гидроксида калия. Определите молярную концентрацию раствора.

3.В 100 мл раствора содержится 0,98 г серной кислоты. Определите молярную концентрацию данного раствора.

4.Из 2, 65 г карбоната натрия приготовили 250 мл раствора. Какова его молярная концентрация?

5.Какая масса уксусной кислоты СН3СООН содержится в 250 мл 0,2 М раствора?

6.Какая масса хлорида железа 3 содержится в 150 мл 2М раствора?

7.Слили 300 мл 2 М и 200 мл 8 М раствора серной кислоты. Рассчитайте молярную концентрацию полученного раствора.

8.Какую массу нитрата аммония NН4NО3 надо взять для приготовления 5 л 2 М раствора?

Получить навыки работы с химической посудой и приборами, можно непосредственно на практических занятиях, ниже приведены ссылки, на которых можно ознакомится с работой в химической лаборатории, техникой безопасности и химической посудой.

<https://www.youtube.com/watch?v=J4cLNoSh7Rk&t=85s>

<https://www.youtube.com/watch?v=xhWP2eyibZU>

<https://www.youtube.com/watch?v=Rymb6IILHhs>

1. Приборы и оборудование
	1. Спектрофотометр УФ-видимой области (Agilent Cary 60).
	2. Весы лабораторные аналитические (ACCULAB).
	3. Анализатор (TA-Lab).
	4. Учебно-лабораторный программно-аппаратный комплекс «Химия в школе».
	5. Дозатор 1-канальный, переменного объема 100-1000 мкл (Россия);
	6. Дозатор 1-канальный, переменного объема 10-100 мкл (Россия);
	7. Различная химическая посуда.
2. Реактивы
* Вода дистиллированная и деионизированная;
* Серебра нитрат (AgNO3), ГОСТ 1277-75 Россия;
* Натрия боргидрид (NaBH^, CAS 16940-66-2, Sigma-Aldrich;
* Альбумин бычий сывороточный (БСА) производитель Sigma-Aldrich, молекулярная масса ~ 66 kDa, содержание >98%, pH 7;
* Крахмал растворимый, ГОСТ 10163-76, Россия
* Кислота азотная (HNO3), ГОСТ 4461 -77, Россия;
* Кислота серная (H2SO4), ГОСТ 4204-77, Россия;
* Калия хлорид (KCl), ГОСТ 4568-95, Россия;
* Калия нитрат (KNO3), ГОСТ 4217-77, Россия.

**Методика получения наночастиц серебра боргидридным методом**

5 мл 0,001М раствора нитрата серебра добавить по каплям (со скоростью около 1 капли в секунду) к 15 мл 0,002М раствора боргидрида натрия на ледяной бане. Реакционную смесь интенсивно перемешивается с помощью магнитной мешалки. Раствор становится светло-желтым после добавления 2 мл нитрата серебра и принимает яркого-желтый цвет после добавления всего объёма нитрата серебра. Весь процесс занимает около трех минут, после чего перемешивание прекращается. Условия реакции, включая время перемешивания и относительные количества реагентов должны тщательно контролироваться для получения стабильного желтого коллоидного серебра. Если перемешивание продолжается после добавления всего нитрата серебра, начнется процесс агрегации: желтый золь сначала превратится в более темный, затем фиолетовый и, в конечном итоге, в серый, после чего коллоидные частицы выпадают в осадок. Подобная агрегация может также возникать, если реакция прерывается до того, как будет добавлена вся соль серебра. Исходная концентрация боргидрида натрия должна быть в два раза выше, чем у нитрата серебра: Большой избыток боргидрида натрия необходим как для уменьшения содержания ионного серебра в конечном продукте, так и для стабилизации образующихся наночастиц серебра.

**Методика получения и стабилизации наночастиц серебра цитратным методом**

1. Внести в колбу 8 мл водного раствора нитрата серебра 3,75\*10-4М, полученного методом последовательных разбавлений.
2. Внести в колбу 1,5 мл 0,0125М раствора цитрата натрия и 0,5 мл 0,1М раствора глюкозы.
3. Довести до кипения.
4. Кипятить до появления светло-жёлтой окраски.

Методика стабилизации наночастиц, полученных цитратным методом, с помощью крахмала

Стабилизацию наночастиц серебра крахмалом проводят непосредственно в ходе синтеза. Для этого реакцию проводят в водном растворе крахмала. Последовательность получения стабилизированных крахмалом наночастиц серебра по методу Туркевича выглядит следующим образом:

* 1. Внести в колбу 0,025г водорастворимого крахмала и 8 мл водного раствора нитрата серебра 3,75\*10-4М, полученного методом последовательных разбавлений.
	2. Нагревать колбу до полного растворения крахмала.
	3. Внести 1,5 мл 0,0125М раствора цитрата натрия и 0,5 мл 0,1М раствора глюкозы.
	4. Довести до кипения.
	5. Кипятить до появления светло-жёлтой окраски.

**Методика определения стабильности золей серебра**

Для оценки стабильности были получены 4 различных варианта золей серебра:

* + 1. Наночастицы серебра, полученные боргидридным методом без добавления стабилизирующего агента. В качестве стабилизатора выступает сама боргидридная «оболочка».
		2. Наночастицы серебра, полученные цитратным методом Туркевича без добавления стабилизирующего агента. В качестве стабилизатора выступает сама цитратная «оболочка».
		3. Наночастицы серебра, полученные боргидридным методом, инкубированные с БСА. В качестве стабилизатора выступает как сама боргидридная «оболочка», так и бычий сывороточный альбумин.
		4. Наночастицы серебра, полученные цитратным методом Туркевича с добавлением крахмала. В качестве стабилизатора выступает как сама цитратная «оболочка», так и стабилизатор - крахмал.

С целью определения агрегативной устойчивости, к исследуемым образцам были применены 4 вида воздействия:

* + - 1. Нормальное старение - хранение полученных золей в тёмном месте при комнатной температуре в течение месяца.
			2. Центрифугирование при скорости вращения центрифуги 1600 об/мин, температуре -4°C в течение 5 мин.
			3. Введение добавок 10% раствора NaCl объёмом от 10 до 200мкл на 2мл золя (соответствует конечному содержанию NaCl от 0,05% до 0,9%)
			4. Введение добавок 10% раствора NaCl объёмом от 10 до 200мкл на 2мл золя с последующим центрифугированием в условиях, указанных в пункте 2 настоящего списка.

После применения указанных выше воздействий, проводилось визуальное, спектрофотометрическое и электрохимическое исследование золей по описанным ниже методикам. На основании этих исследований делались выводы об

устойчивости или неустойчивости каждого образца к отдельным факторам воздействия.

**Методика исследования наночастиц серебра спектрофотометрическим методом**

Отличительные цвета коллоидного серебра обусловлены феноменом, известным как поверхностный плазмонный резонанс В том случае, когда частота колебаний падающего света равна собственной частоте колебаний свободных электронов вблизи поверхности наночастицы, происходит резкое увеличение амплитуды колебания, в спектре поглощения света появляется пик. Для получения спектра поглощения необходимо:

* + - * 1. Включить спектрофотометр УФ-видимой области Agilent Cary 60, дождаться его прогрева (5-10 минут).
				2. Осторожно наполнить кювету золем серебра, предварительно разбавленным дистиллированной водой.
				3. Установить кювету в спектрофотометр, снять спектр поглощения.
				4. Убедиться, что величина максимума поглощения находится в пределах от 0,5 до 0,7, в противном случае скорректировать степень разбавления золя серебра.
				5. Ополоснуть кювету дистиллированной водой.

Все измерения проводили относительно дистиллированной воды в кювете объемом 5мл и длиной оптического пути 1см.

Длинна волны максимума поглощения не только указывает на факт получения наночастиц серебра, но и позволяет определить их средний диаметр. Зависимость среднего диаметра сферических наночастиц серебра от положения максимума поглощения представлена в таблице

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Длина волны максимума поглощения Xmax, нм. | Ширина полупика, нм | Средний диаметр частиц, нм |
| 395-405 | 50-70 | 10-14 |
| 420 | 100-110 | 35-50 |
| 438 | 140-150 | 60-80 |

**Методика исследования электрохимических свойств наночастиц серебра**

Объём электрохимической ячейки составлял 10 см раствора фонового электролита. Фоновым электролитом является раствор KNO3 концентрации 0,04 моль/л. Для работы использовалась трёхэлектродная ячейка, состоящая из индикаторного углеродсодержащего электрода и двух хлоридсеребрянных электродов, используемых в качестве электрода сравнения и вспомогательного электрода.

Электроды были подключены к соответствующим разъёмам анализатора ТА-Lab. В данной работе применена анодная инверсионная вольтамперометрия со стадией накопления при потенциале -0,6В. Потенциал начала развертки - минус 0,2В, потенциал конца развертки - плюс 0,6В.