

МИКРОКРИСТАЛЛОСКОПИЯ

Кафедра аналитической,
физической и коллоидной химии

Доцент Григорьева Виктория Юрьевна



Микрорентгенофлуориметрический анализ

- Микрорентгенофлуориметрический анализ основан на обнаружении *веществ* по форме, величине и окраске их *кристаллов*. В большинстве случаев для идентификации химических соединений с помощью микрорентгенофлуориметрического метода определяют форму или окраску не самих исследуемых веществ, а кристаллических продуктов, которые образуются при взаимодействии этих соединений с соответствующими реактивами. Форму и окраску кристаллов определяют с помощью микроскопа.

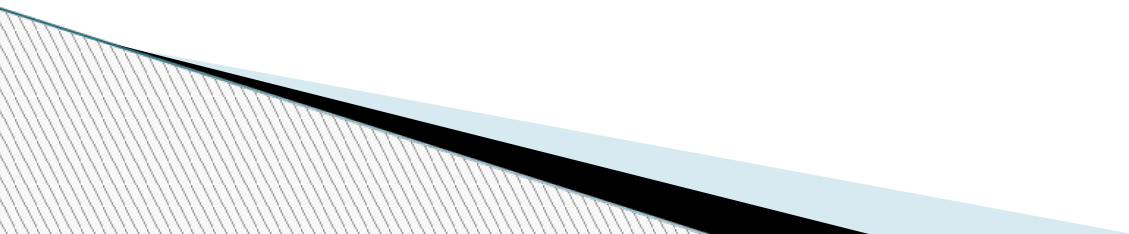
ИСТОРИЯ

- ▣ При химических исследованиях микроскоп впервые применил М. В. Ломоносов. Русский академик Т. Е. Ловиц использовал микроскоп для обнаружения химических соединений по форме их кристаллов. Позднее микрокристаллоскопический метод получил научное обоснование в работах Е. С. Федорова и других ученых.

Микрориссталлоскопический метод анализа имеет ряд достоинств. Для анализа с помощью этого метода требуются малые количества исследуемых веществ.

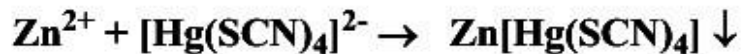
Как и раньше, этот метод применяется в качественном микрохимическом анализе. В настоящее время он используется также и в капельном анализе.

Микрориссталлоскопические реакции выполняют на предметных стеклах, на которые наносят растворы исследуемых веществ, добавляют к ним растворы соответствующих реактивов, а затем под микроскопом наблюдают форму и окраску образовавшихся кристаллов.

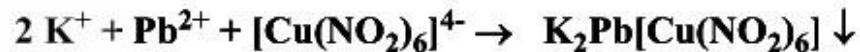


В зависимости от условий кристаллизации могут образовываться кристаллы различных размеров. *Процесс кристаллизации* осуществляется в два этапа. Вначале образуются очень мелкие центры кристаллизации (зародыши кристаллов), способные к дальнейшему росту. Затем происходит рост мелких кристаллов за счет ионов или молекул данного вещества, находящегося в растворе. Рост кристаллов начинается не с центра, а с периферии капли. Для образования крупнокристаллических осадков необходимо, чтобы первая стадия (образование зародышей кристаллов) происходила относительно медленно.

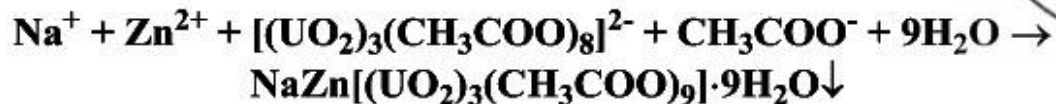
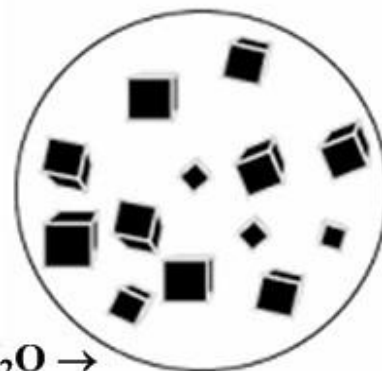
Микрорисунки кристаллов осадка



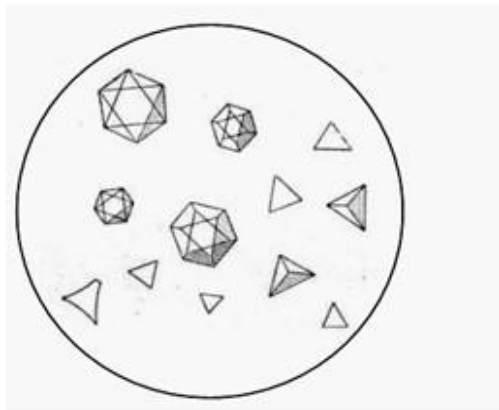
кристаллы осадка имеют вид крестов и дендритов белого цвета



черные кубические кристаллы осадка



зеленовато-желтые тетраэдрические или октаэдрические кристаллы осадка



Условия проведения анализа

- Капли растворов исследуемого вещества и реактива следует наносить на предметное стекло недалеко друг от друга, а затем соединять их при помощи вытянутой в острие стеклянной палочки.
- Форма кристалла может зависеть от положения его в жидкости во время роста. Кристалл, «плавающий» в жидкости, растет во все стороны. Если во время роста кристалл соприкасается с поверхностью предметного стекла, то он растет в стороны и вверх. Росту кристалла вниз препятствует поверхность предметного стекла.

Недостатки метода

Главным затруднением является то, что форма образующихся кристаллов зависит от многих факторов, к числу которых относятся:

- концентрация исследуемого вещества,
- концентрация реактива,
- соотношение объемов растворов исследуемого вещества и реактива,
- температура, рН среды,
- наличие примесей,
- полиморфизм образующихся кристаллов и т. д.

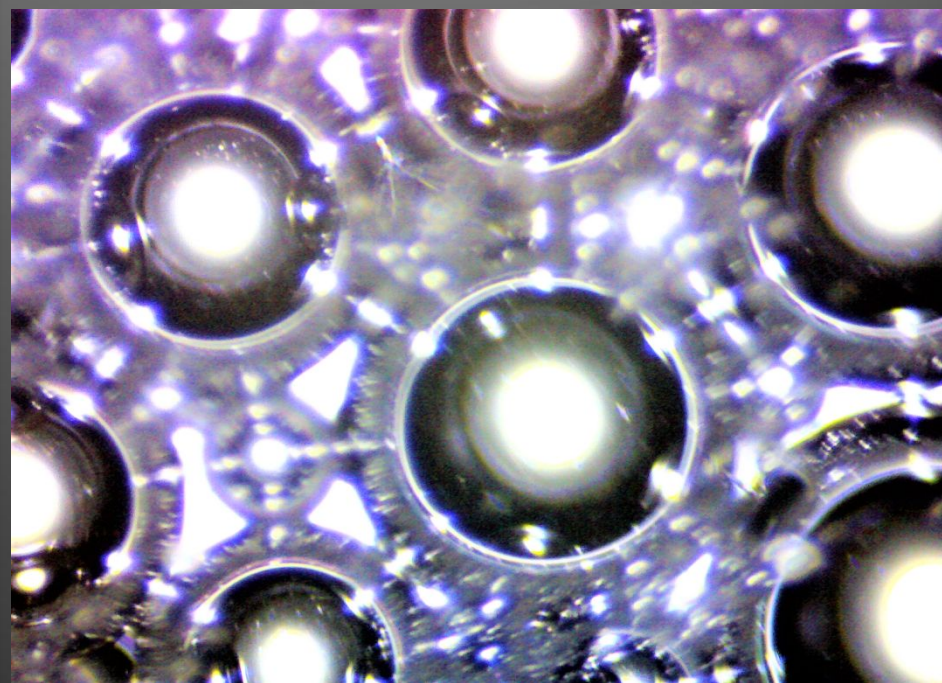
В связи с указанными выше, трудно учесть влияние такого большого числа факторов на форму образующихся кристаллов.

Практическая работа

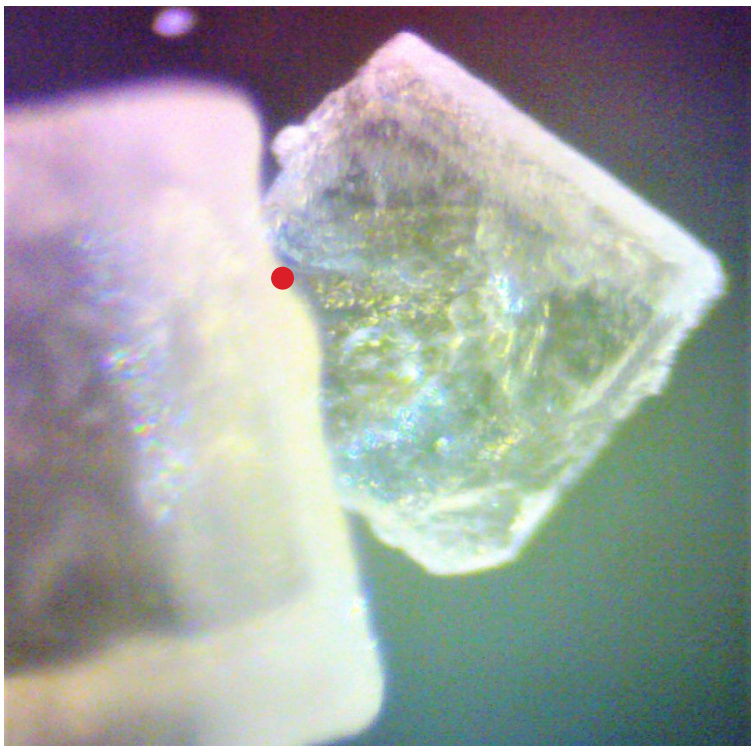
В ходе семинара и практической работы студенты:

- ознакомились с работой микроскопа марки Levenhuk D50L Biological Microscope, его совместимость с ПК
- провели микрокристаллоскопические реакции
- рассмотрели под микроскопом готовые препараты, полученные в результате реакций кристаллы, эмульсию, а также кристаллы белого и коричневого сахара, винной, лимонной кислот, фурацилина.

Эмульсия касторового масла в воде, эмульгированная моющим средством

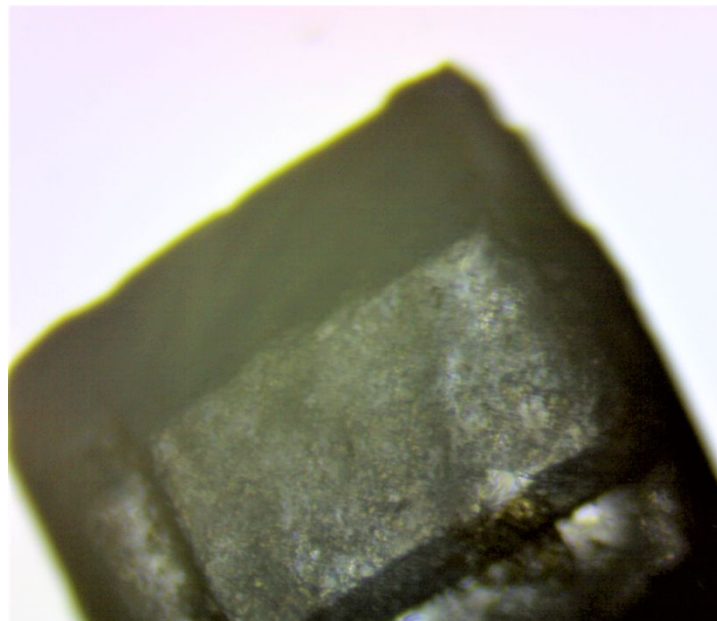
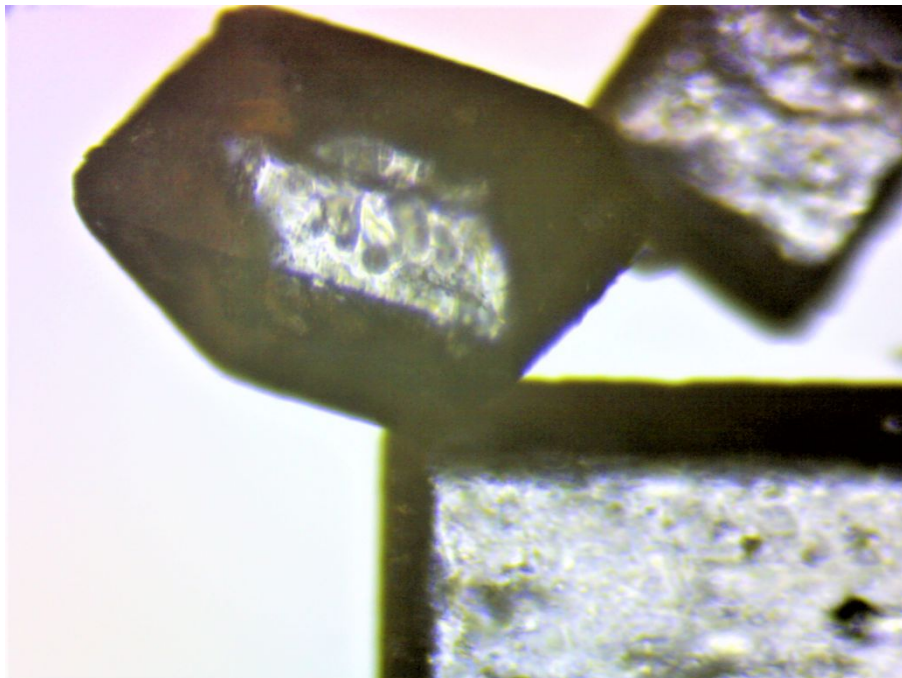


Кристаллы белого и коричневого сахара



Белый сахар

Коричневый сахар



Практическая работа

- а также микроскопически наблюдали процесс растворения фурацилина в спирте и воде, образование геля
- образование гелевой пленки при взаимодействии препарата «Назаваль-спрей» с влажной поверхностью.

Кристаллы сульфата кальция

