Департамент образования города Москвы

Государственное бюджетное общеобразовательное учреждение города Москвы «Школа №1505 «Преображенская»

Исследование влияние примесей на кристаллообразование при микрокристаллоскопическом анализе

дипломная работа

ВЫПОЛНИЛ ученик 10 В класса

Бутвиловский Марк Дмитриевич

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ Воробьева Наталия Андреевна

РЕЦЕНЗЕНТ

Шипарева Галина Афанасьевна

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
ГЛАВА 1.	5
1.1. История	5
1.2 Кристаллы	
1.3. Микрокристаллоскопический анализ	
ГЛАВА 2.	
2.1. Материалы и методы	
2.2. Результаты и обсуждение	
2.3. Выводы	
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы. Микрокристаллоскопический анализ относится к видам качественного анализа и позволяет с помощью увеличительного прибора (микроскопа) обнаружить неорганические или органические вещества по образованию характерного осадка (кристаллов). Для этого вносится небольшое количество капель реактива на каплю анализируемого раствора на предметном стекле (чашка Петри). Под микроскопом, при увеличении в 60-250 раз, наблюдаем за образованием кристаллов. Кристаллы, образованные в результате микро химической реакции, имеют соответствующий цвет, форму, размеры и взаимное расположение.

Аналитическая ценность микрокристаллоскопических реакций состоит в простоте и быстроте их выполнения, наглядности микроскопической картины и высокой чувствительности, позволяющей идентифицировать микро количества исследуемого вещества в различных отраслях промышленности: металлургической, нефтеперерабатывающей, радиоэлектронной, фармацевтической, пищевой и др.

Однако специфичность микрокристаллоскопических реакций часто зависит от условий их проведения. На форму кристаллов может оказать влияние концентрация исследуемого раствора, наличие посторонних компонентов (примесей) в растворе, техника проведения реакций и др.

На основании изложенного была сформулирована цель работы — изучить форму и размер кристаллов различных веществ, полученных при микрокристаллоскопических реакциях; исследовать влияние примеси на кристаллообразование.

Для достижения цели были поставлены следующие задачи:

- 1. Выделение значимой информации из собранной мной литературы
- 2. Подготовка к эксперименту
- 3. Проведение эксперимента
- 4. Статистическая обработка результатов эксперимента, выводы.

Рабочая гипотеза: Примеси влияют на форму, размер, образованных при микрокристаллоскопических реакциях.

История

Микроскоп -- важная составляющая микрокристаллоскопического анализа. История анализа связана с историей микроскопа

Впервые сложный микроскоп был создан К. Дреблем (1572-1633) в начале 17 века. Он состоял из двух линз, но позже Роберт Гук усовершенствовал этот микроскоп, добавив третью линзу. Именно микроскоп получил высокую популярность в мире и именно им были сделаны такие открытия, как, например открытие ткани.

В зону влияния микроскопов потихоньку вошла и химия. Впервые в химических экспериментах микроскоп применил М. В. Ломоносов (1711-1765).

Идею Ломоносова подхватил русский академик. Т. Е. Ловиц, начав использовать микроскоп в своих химических исследованиях. Он вел работу по обнаружению соединений по форме их кристаллов. Но научное обоснование метод получил впервые в работах Н. Ф. Федорова (1829-1903), а затем и у других ученых

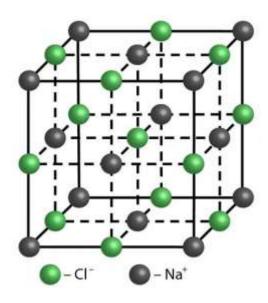
1.2.

Кристаллы

Кристалл — это вещество, чьи единицы (атомы, молекулы, ионы) уложены в определенном порядке или находятся на определенном расстоянии друг от друга.

Кристаллом называют твердое тело, частицы которого (атомы, ионы) расположены в определенном, периодически повторяющемся порядке, образуя кристаллическую решетку.

Кристаллическая решетка — это правильное периодическое расположение атомов или



других частиц в кристалле. Наименьший возможный объем пространственной решетки кристалла, отражающий все особенности структуры, ee элементарной всех называется кристаллах частицы располагаются симметричными, правильными рядами, плоскими сетками, пространственными решетками.

Чаще всего кристаллы встречаются в виде многогранников, обладающих симметрией. По степени симметрии различают 32 класса кристаллов,

которые принадлежат к 7 кристаллическим системам, или сингониям.

Сингония (система) — группа видов симметрии, к которой относятся кристаллы, имеющие сходные геометрические константы. Известны следующие сингонии: триклинная, моноклинная, ромбическая, тетрагональная (квадратная), тригональная, гексагональная (шестиугольная) и кубическая.

Следует отметить, что большинство кристаллов, полученных в лабораториях (в том числе и при микрокристаллоскопических исследованиях), не полностью сохраняют все особенности кристаллической структуры. Поэтому различают идеальные и реальные кристаллы.

Идеальными называются кристаллы, в которых все пространство представляет собой единую решетку, элементарные ячейки их тождественны, грани по внешнему виду и величине одинаковы и т. д.

Реальные кристаллы отличаются от идеальных наличием ряда дефектов (нарушений периодической структуры кристаллической решетки). В реальных кристаллах часто встречается так называемая мозаичная структура. Это означает, что кристаллическая решетка в кристалле не является единой, а состоит из отдельных блоков. В реальных кристаллах в отдельных узлах кристаллической решетки могут быть пустоты. Крупные реальные кристаллы не всегда однородны. Некоторые из них состоят из множества более мелких сросшихся кристаллов. Реальные кристаллы могут иметь и некоторые другие дефекты.

В зависимости от строения кристаллов, выделяют несколько их разновидностей:

- ионные
- молекулярные
- металлические
- ковалентные

Ионные кристаллы состоят из последовательности катионов и анионов, которые держатся друг за друга в порядке за счет электростатического притяжения и отталкивания.

В построении ионных кристаллов есть определенные принципы: каждый ион может удержать вокруг себя столько ионов с противоположным зарядом, сколько эти ионы могут взять, но при этом силы притяжения и отталкивания должны быть уравновешены и должна сохраняться общая электронейтральность кристалла. В общем, это все влияет на различие кристаллических структур.

Рассмотрим на примере натрия (Na) и хлора (Cl). Каждый ион удерживает около себя шесть ионов противоположного знака. При этом все катионы и анионы образуют простую кубическую кристаллическую решетку, в которой вершины куба попеременно заняты ионами Na⁺ и Cl⁻. Аналогично устроены кристаллы веществ, формулы которых KCl, BaO, CaO и других веществ.

В ковалентных кристаллах в узлах кристаллической решетки вещества расположены атомы, связанные ковалентной связью. Эти связи прочные и направлены под определенными углами. Примером ковалентного кристалла является алмаз. В его кристалле каждый атом связан с четырьмя другими атомами. Ковалентные кристаллы образуют бор, кремний, германий, мышьяк, ZnS, SiO₂, ReO₃, TiO₂, а также другие вещества.

Молекулярные кристаллы построены из изолированных молекул, между которыми действуют сравнительно слабые силы притяжения. В результате такие кристаллы имеют намного меньшие температуры плавления и кипения, твердость их низка. Примеры молекулярных кристаллов: благородные газы, водород, кислород, галогены, азот, вода, углекислый газ.

Металлические кристаллы образуют металлы и их сплавы. Кристаллическая решетка металлов образована катионами, которые связаны подвижными электронами. Примеры: калий, натрий, медь, железо.

1.3.

Микрокристаллоскопический анализ

Микрокристаллоскопический анализ основан на обнаружении вещество форме, величине и окраске их кристаллов. В большинстве случаев для идентификации химических соединений с помощью микрокристаллоскопического 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.

Микрокристаллоскопические 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. Кристаллы, которые образуются при взаимодействии

исследуемых веществ с реактивами, должны иметь необходимую величину и форму, свойственную продукту взаимодействия этого соединения с реактивом.

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. Для образования крупнокристаллических осадков необходимо, чтобы первая стадия (образование зародышей кристаллов) происходила относительно медленно. При этих условиях образуется меньше центров кристаллизации, но зато больше веществ отложится на поверхности зародышей, и образуются крупные кристаллы (20-50 мк).



Форма и грани этих кристаллов должны быть видны под микроскопом при малом увеличении (60—100 раз). Более мелкие кристаллы (2—20 мк) можно видеть под микроскопом только при увеличении в 150—250 раз. При определении формы кристаллов под микроскопом обыкновенно пользуются увеличением в 30—80 раз (общее увеличение микроскопа равно произведению увеличений объектива и окуляра).

Особенно сильно меняется форма кристаллов под влиянием примесей, находящихся в исследуемом растворе и в растворе реактива. Примеси либо адсорбируются на поверхности, либо попадают («устраиваются») внутрь кристалла. В обоих случаях при наличии примесей может изменяться форма кристаллов.

Глава 2. Исследование кристаллообразования сульфата кальция

2.1. Материалы и методы

Расчет концентрацией, подготовку растворов взвешивание реактивов происходило в школе 1505 школе.

Микрофотографии кристаллов были получены на химическом факультете МГУ при непосредственном участии автора.

Начало работы было 31.01 и остановилась 12.03

В работе были использованы следующие реактивы:

- Хлорид кальция
- Сульфат калия
- глицерин
- вода

В работе было использовано следующее оборудование:

- оптический микроскоп Nikon Eclipse 50i с камерой
- стеклянные палочки с узким концом (для слияния капель реактивов)
- Стеклянные палочки
- Колбы
- Весы
- предметные стекла (на которых и происходила кристаллизация)

Была взвешена необходимая масса веществ для получения концентрации каждой из них в 1 моль Расчет был через формулу:

Масса (г) = Объем (л) х Концентрация (моль/л) х Молекулярная масса

Были проведена следующая реакция:

 $CaCl_2 + K_2SO_4 \rightarrow CaSO_4 + 2H_2O + 2KCl$

2.2. Результаты и обсуждение.

Эксперимент І

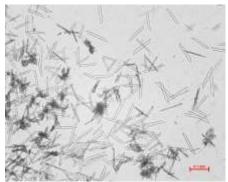
В первой реакции наблюдаем за образованием кристаллов сульфата кальция после смешивание двух капель растворов реактивов следующих концентраций Хлорид кальция 1 моль/ л И Сульфат калия 0,5 моль/л Вырастают кристаллы в виде тонких пластин, но затем вырастают очень плотные друг к другу кристаллы.

Зависимость длины кристаллов (в форме тонких пластин) в месте слияния растворов реагентов от времени:

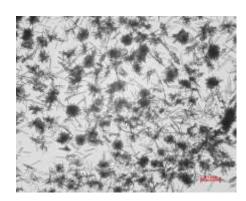
Минута	Размер
1	0,04-0,07мм
3	0,05-0,11мм
5	0,07-0,11мм
7	0,08-0,12мм
8	0,08-0,12мм

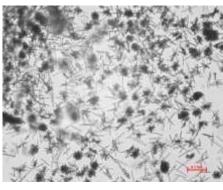
 I
 II

 1 минута
 3 минута

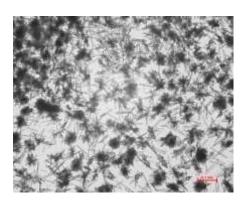


III 5 минута





IV 8 минута



Эксперимент II

Дальше были взяты следующие концентрации реактивов:

Хлорид кальция 01, моль И сульфат калия 0,1 моль

В результате вырастали кристаллы, формы неправильного круга.

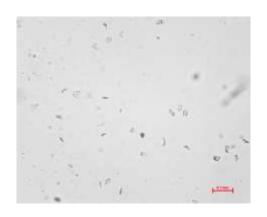
Зависимость длины кристаллов в месте слияния растворов реагентов от времени:

Минута	Размер
1	0,02-0,03мм
3	0,02-0,03мм
5	0,02-0,04мм

7	0,03-0,04мм	
10	0,03-0,04мм	
II		

I 1 минута

3 минута

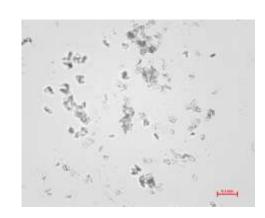




III 7 минута

IV 10 минута





Эксперимент III

Были взяты следующие концентрации реагентов:

Хлорид кальция 0,5 моль И Сульфат калия 0,5 моль

В первые минуты стали вырастать кристаллы в форме ромба, на которых мог прорастать пучок игл, или это были вытянутые шестиугольники.

В месте, где изначально были капли хлорида кальция и сульфата калия стали образовываться соответствующие им кристаллы. В капельке хлорида кальция стали на 16 минуте проведения эксперимента образовывались небольшие хаотичные фигуры, покрытые иглами длинной от 0,01мм до 0,5мм а у сульфата калия появились длинные плоские иглы длинной от 0,5мм до 2мм и квадратные пластины в диаметре от 0,1мм до 0,5мм

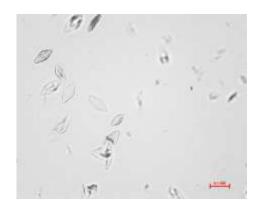
Зависимость длины кристаллов в месте слияния растворов реагентов от времени:

Минута	Размер
1	0,01-0,04мм
3	0,04-0,11мм
5	0,1-0,2мм
7	0,15-0,3мм
10	0,15-0,4мм

 I
 II

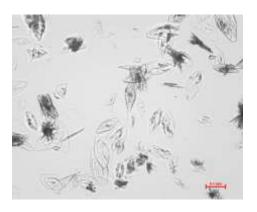
 1 минута
 3 минута





III IV

5 минута



7 минута



Эксперимент IV

Были взяты следующие концентрации реагентов:

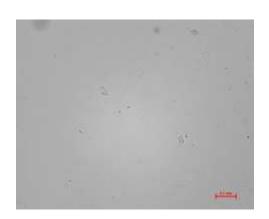
(Хлорид кальция 1 мл, глицерин 0,5 мл, вода 0,5 мл) И Сульфат калия 0,5 моль Так же, как и в 3 эксперименте стали образовываться с такой же скоростью ромбы, но к пятой минуте ближе к границе капли видно хаотичное прорастание иголок.

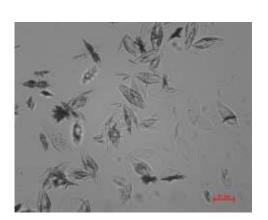
Зависимость роста кристаллов (образование новых иголок) в месте слияния растворов реагентов от времени

Минута	Размер
1	0,02-0,04мм
3	0,02-0,1мм
5	0,02-0,1мм
7	0,02-0,12мм
10	0,02-0,16мм

I 1 минута

II 3 минута



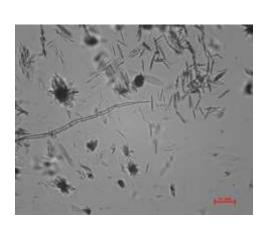


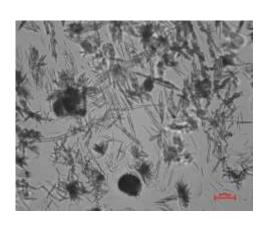
Ш

IV



10 минута





2.3. Выволы

Глицерин повлияла на рост кристаллов, полученных в результате соединения капель сульфата калия и хлорида кальция. Если после подбора нормальных концентраций реактивов мы видели ромбы с редкими пучками иголок, то после соединения капель реактивов уже с примесями глицерина в составе, помимо таких же ромбов хаотично выросли иголки. Когда кристаллы росли было видно, что это узкие пластины.



Лучший рост показали кристаллы в третьем и четвертом эксперименте. В четвертом эксперименте глицерин повлиял на рост некоторых кристаллов, превращая их в очень тонкие пластины.

Заключение.

Микрокристаллоскопический анализ имеет высокую ценность в аналитической химии. Этот метод невероятно удобен для анализа, так как он позволяет использовать совсем небольшие объемы исследуемого вещества, а из оборудования необходим лишь микроскоп для наблюдения реакции.

Но к недостоверному исходу микрокристаллоскопической реакции могут привести ряд факторов, такие как неправильная концентрация, или посторонние вещества.

Данная работа будет полезна тем, кто желает расширить свои знания по микрокристаллоскопии, лучше понять процесс образования кристаллических осадков, технику проведения лабораторных опытов.

Таким образом, рабочая гипотеза о том, что примеси способны влиять на рост и форму образовавшихся кристаллов, подтвердилась.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Коренман, И. М. Микрокристаллоскопия / И. М. Коренман. - М.: Госхимиздат, 1955. Шемякин, Ф. М.; Карпов, А. Н.; Брусенцов, А.Н. Аналитическая химия. Издательство: 1973 558 Высшая школа. г. c. Calcium Sulfate Precipitation Throughout Its Phase Diagram / Alexander E.S. Van Driessche, Tomasz M. Stawski, Liane G. Benning, and Matthias Kellermeier Микрокристаллоскопический анализ (Электронный pecypc) Точка доступа: http://www.xumuk.ru/toxicchem/35.html