

Касьмова Д.С.

**РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КОМПЛЕКСНЫХ
СОЕДИНЕНИЙ БИОМЕТАЛЛОВ ГЛУТАМИНАТА,
СЕРИНАТА, ТРЕОНИНАТА ЛИТИЯ**

Kasymova D.S.

**X-RAY INVESTIGATIONS OF COMPLEX COMPOUNDS OF BIOMETALS WITH
GLUTAMINE, SERINE, TREONINE OF LITHIUM**

УДК: 541. 121. 31. 546. 562.

Сняты дифрактограммы новых соединений и исходных компонентов.

Были определены интенсивности, межплоскостные расстояния, индексы литий отражения (h,k,l). Рассчитаны параметры элементарных ячеек и установлено, что новые соединения относятся к ромбической и моноклинной сингонии.

In the work was studied X-ray investigations of new complex compounds and components.

The intensive, inter different planes, index reflection line were identified. The parameters of elementary cells was calculated and individuality of them was proved.

Рентгенофазовый анализ является одним из современных методов, оказывающих неоценимую услугу для определения индивидуальности соединений, так как каждое вещество имеет индивидуальную кристаллическую решетку, присущую только ему, с определенными параметрами элементарных ячеек. Кроме того, анализируя дифрактограммы, можно определить фазовый состав компонентов системы. С этой целью были сняты дифрактограммы новых соединений и исходных компонентов.

Для рентгенографического исследования был использован порошковый метод [1,2,3,4].

Дифрактограммы снимались на приборе ДРОН - 3 на медном излучении при напряжении 30 кВ и анодном токе 10-20мА. Скорость сканирования составляла 1 град (мин).

Образец приготовили в виде тонкого цилиндрика диаметром 0,3-0,5 мм. Его получали, набивая исследуемый порошок в тонкостенный капилляр из целлулоида и покрывали тонким слоем вазелина. Приготовленный образец помещали в камеру и устанавливали на пути рентгеновских лучей, выходящих из окошка рентгеновской трубы,

так, чтобы в центре флюоресцирующего экрана был виден рентгеновский пучок и посередине его тень от образца. Вращением гониометрической головки вокруг своей оси и медленным движением регистрирующих устройств (сцинтилляционный счетчик СР С-4 с фотоэлементом) шла запись спектров с помощью самопишущего прибора КСП-4 на специальной бумаге (имеем записи рентгеновских спектров) называемые дифрактограммами. (рис 1-10), где указывается отсчеты – 2θ угла отражения и высоты пиков дифракционных линий. Расчет межплоскостных расстояний проведен по таблице Я.Г. Гиллера [5] интенсивности линии (JL) по стобальной системе.

Экспериментальные вычисленные данные I, JL, d применены для установления кристаллографические индексы (h, k, l) (табл.) характеризующие ориентацию атомных плоскостей относительно координатных осей кристаллической ребер элементарной ячейки и для определения параметров элементарной ячейки a, b, c, α , β , γ (табл.).

При сравнении рентгенограммы L – глутаминовой кислоты, серина, треонина с рентгенограммами литиевых солей глутаминовой кислоты, серина, треонина и комплексных соединений биометаллов с глутамином, серином, треонином лития можно сделать вывод, что межплоскостные расстояния и интенсивность характеризующие кристаллические решетки, полученных соединений, отличаются от строения исходных компонентов. Для каждого в отдельности от химического соединения получена специфичная рентгенограмма, которая позволяет еще раз утверждать наличие собственной кристаллической решетки и относятся моноклинную и ромбическую сингонии и это подтверждает индивидуальность исследуемых веществ.

Результаты обработки дифрактограммы соединений приведены в таблице.

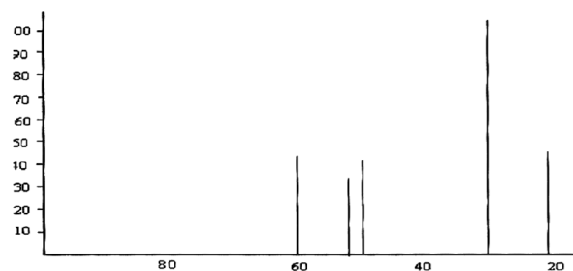
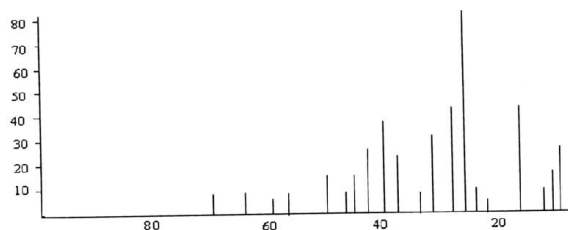
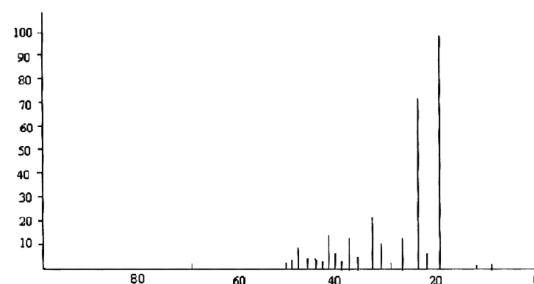
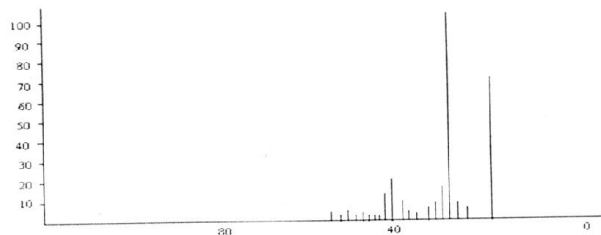


Рис. 1. Штрихграмма глутамината линия

Рис. 2. Штрихграмма глутамината линия хлорида кальция

Рис. 3. Штрихграмма серината линия

Рис. 4. Штрихграмма серината линий хлорида марганца

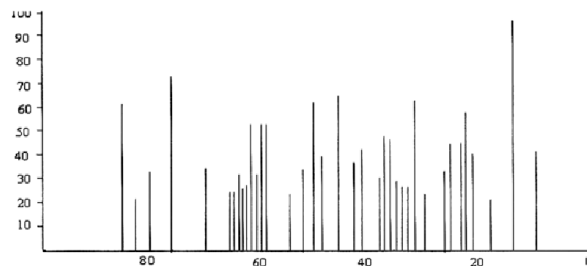
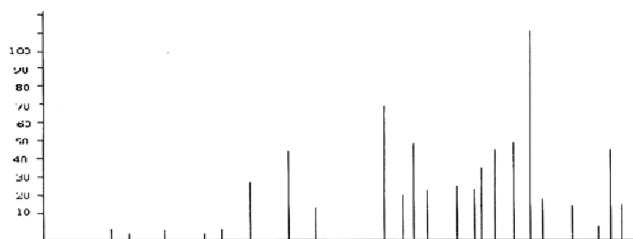


Рис. 5. Штрихграмма треонината линия

Рис. 6. Штрихграмма треонината линия хлорида марганца

Параметры элементарных ячеек и типы кристаллических решеток соединений

Соединение	Тип решетки	Параметры элементарной ячейки, Å			Угол, град β	Объем ячейки, Å ³ V	Число форм. ед. Z	РФ плотность ρ
		a	b	c				
C ₅ H ₉ NO ₄	Ромбическая [5]	5,16	11,84	13,30		812,5	5	1,462
C ₃ H ₇ NO ₃	Моноклин [7]	10,72	9,14	4,825	106°27'	454,4	4	1,549
C ₄ H ₉ NO ₃	Ромбическая [7]	13,611	7,738	5,142		541,5	4	1,464
C ₅ H ₈ NO ₄ li	Ромбическая	5,1538	11,7581	13,2954		805,7	8	2,470
C ₃ H ₆ NO ₃ li	моноклиническая	10,5794	9,2368	4,8077	107°18'	449,3	5	2,070
C ₄ H ₈ NO ₃ li	ромбическая	13,8001	7,7017	5,2096		553,7	6	2,215
2C ₅ H ₈ NO ₄ li *MgCl*3H ₂ O	ромбическая	5,1860	11,7733	12,9797		792,5	3	2,820

$2C_5 H_8NO_4 li *CaCl_2*2H_2O$	ромбическая	5,1618	11,8266	13,2182		806,9	2	1,840
$2C_5 H_8NO_4 li *MnCl_2*4H_2O$	ромбическая	5,1376	11,8641	13,3949		816,5	2	2,025
$2C_5 H_8NO_4 li *NiCl_2*2H_2O$	ромбическая	5,1519	11,7711	12,9613		786,02	3	2,887
$2C_3 H_6NO_3 li *MnCl_2*2H_2O$	моноклиническая	10,7125	9,1090	4,8036	106 ⁰ 05 ¹	450,5	1	1,422
$2C_4 H_8NO_3 li *MnCl_2*2H_2O$	ромбическая	13,6228	7,4401	5,1000		516,9	1	1,600
$2C_4 H_8NO_3 li *CoCl_2*3H_2O$	ромбическая	13,4849	7,4221	5,1510		515,5	1	1,958

Литература:

1. Азаров Л., Бургер М. Метод порошка в рентгенографии. Изд.:ИЛ, Москва.1961 26-27; 61-69; 203-231
2. Бокий Г.Б. Порай-Кошиц М.А., рентгеноструктурный анализ т.1. изд-е 2-е. изд. :Моск.Университета .1964. С.234-249; 469-482.
3. практические работы по физической химии. Под редакцией К.П.Мищенко, А.А.Равделя, А.М.Пономаревой. изд.:Профессия, Санкт-Петербург.2002. стр. 329-356.
4. Богданов Р.В. От молекулы к кристаллу. Изд. «Химия» ЛО 1972. стр. 20-24; 39-46; 118-124.
5. Гиллер Я.Л. Таблицы межплоскостных расстояний .- М, Недра , 1966. –Т.2.-95-180.
6. Dawson B. Acta. Cryst. 1953, 6,81.
7. Shoemaker D. P., Donohue J., Schomaker V., Corey R.B.// J.Amer.Chem . Soc., 1950, 72,2328.
8. Shoemaker D. P., Barieau R.E., Donohue J. Chia – Si Lu. Acta Cryst 1953. 6, 241.