

Klasyczna analiza jakościowa. 3. Analiza mikrokryształiczna

Obsługa mikroskopu

1. Ustawić lusterko tak, aby pole widzenia było dobrze oświetlone.
2. Położyć na stoliku mikroskopu szkiełko przedmiotowe z preparatem.
3. Obserwując mikroskop z boku opuścić obiektyw na ok. 0.5 cm od szkiełka przedmiotowego.
4. Patrząc przez okular jednym okiem (nie zamykając drugiego oka) powoli podnosić tubus przy pomocy odpowiedniego pokrętła – kremaliery, aż do chwili, gdy preparat stanie się zupełnie widoczny. Jeżeli się to nie uda, tubus znowu opuszczamy (obserwując mikroskop z boku), tak, aby odległość między obiektywem i szkiełkiem mikroskopowym była nieco mniejsza niż 0.5 cm i jeszcze raz, patrząc przez okular podnosimy powoli tubus.

W ŻADNYM WYPADKU NIE NALEŻY OPUSZCZAĆ TUBUSU PATRZĄC JEDNOCZEŚNIE PRZEZ OKULAR !!!

Wykonywanie reakcji mikrokryształicznych

UWAGA: Jeżeli konieczne jest odparowanie próbki do sucha, to szkiełko przedmiotowe z kroplą roztworu należy umieścić w suszarce lub umieścić na samym brzegu siatki azbestowej, albo też trzymać szkiełko wysoko nad płomieniem palnika (łatwo pęka!). Dodawać odczynnik można dopiero po ostygnięciu szkiełka.

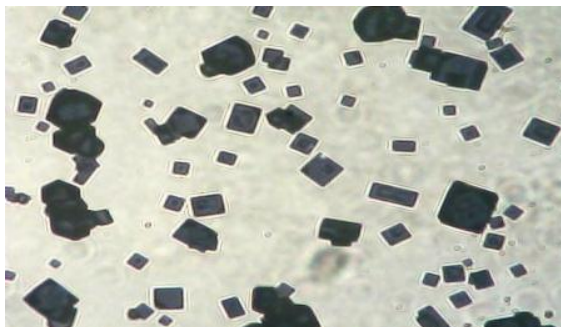
Część teoretyczna

Jedną z rozpowszechnionych i często stosowanych metod mikro- jest oparta na rozpoznawaniu postaci kryształów pod mikroskopem. Zasada jej jest prosta i polega na wytrącaniu osadów trudno rozpuszczalnych związków z bardzo rozcieńczonych roztworów odpowiednich soli; osady otrzymuje się bezpośrednio na szkiełku mikroskopowym, po czym obserwuje się je przez mikroskop. Używa się powiększenia 50–200 razy. Metoda ta pozwala zazwyczaj na szybkie i pewne stwierdzenie obecności danych jonów w analizowanym roztworze. Należy jednak pamiętać, że niektóre kryształy krystalizują w swej charakterystycznej postaci tylko w sprzyjających warunkach. Obecność substancji ubocznych może zmienić postać powstających kryształów. Jest to zasadnicza wada analizy mikrokryształicznej. Reakcje mikrokryształiczne są na ogół bardzo czułe: wykrywalne minimum 10^{-7} – 10^{-8} g (a nawet niekiedy 10^{-10} g). Każdą reakcję mikrokryształiczną można zapisać odpowiednim równaniem reakcji, ale w jej zapisie oprócz barwy kryształów należy również podać kształt kryształów w krótkim opisie (na przykład „czarne kwadraty”).

Wykonanie ćwiczenia

Identyfikacja jonów K^+

Na szkiełku przedmiotowym umieścić 1 kroplę roztworu badanego i odparować do sucha w celu usunięcia z roztworu jonów NH_4^+ . Po ostygnięciu na suchą pozostałość dodać kroplę specjalnego odczynnika, którego skład odpowiada wzorowi $Na_2PbCu(NO_2)_6$. Po upływie minuty utworzone kryształy obejrzeć pod mikroskopem. W wyniku reakcji powstają charakterystyczne sześciennie kryształy barwy czarnej lub brunatnej o wzorze $K_2[PbCu(NO_2)_6]$ (lub $2KNO_2 \cdot Pb(NO_2)_2 \cdot Cu(NO_2)_2$ zgodnie ze wzorem soli potrójnej). Jon NH_4^+ przeszkadza w wykonaniu tej reakcji, ponieważ sam tworzy podobne kryształy. Jony Na^+ i Mg^{2+} nie tworzą kryształów z wymienionym odczynnikiem.



Identyfikacja jonów Zn^{2+}

Do kropli roztworu badanego, zakwaszonego kwasem octowym wprowadzić na szkiełku przedmiotowym kroplę $(NH_4)_2[Hg(CNS)_4]$ i odparować utworzone kryształy $Zn[Hg(CNS)_4]$. Mają one charakterystyczną postać krzyżyków i dendrytów. Z roztworów zakwaszonych kwasem mineralnym lub rozcieńczonych, kryształy wytrącają się w postaci nierównobocznych trójkątów lub klinów. Takie roztwory lepiej uprzednio odparować na szkiełku przedmiotowym a po ostygnięciu suchą pozostałość zwilżyć kroplą odczynnika.

