

Mikrochemische Nachweise - Kristalle unter dem Mikroskop

18. Febr. 2019 15:00 Uhr

Weitere Informationen siehe www.Mikrohamburg.de

In linker Spalte: **Tipps** -> **Mikrochemische Nachweise**->

Dateien AAA_Kristalle-01/ 02/ 03.pdf

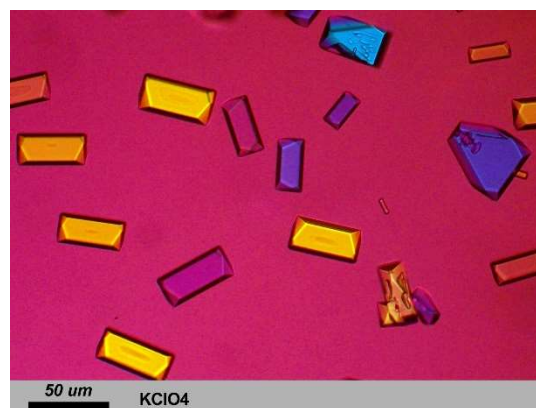
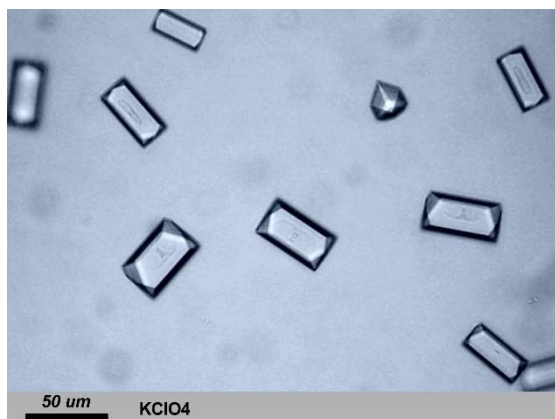
Vorstellung der Lötrohrprobe und ihre Bedeutung

1.3. Aufschluss von Mineralien in der Platinöse S. I/6ff

1. Präparat Kaliumperchlorat

3.5. Nachweise mit Perchlorsäure S. I/26

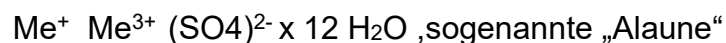
Gefällt werden Ammonium, Kalium, Rubidium, Cäsium und Thallium-I



2. Präparat: Cäsium Alaun $[Cs^+ Al^{3+} (SO_4)^{2-} \cdot 12H_2O]$

3.3. Nachweise mit Schwefelsäure S. I/18f

Zahlreiche dreiwertige Elemente bilden in Gegenwart von Ammonium, Kalium, Rubidium, Caesium oder TI-I und TI-III schwerlösliche Doppelsalze der Formel



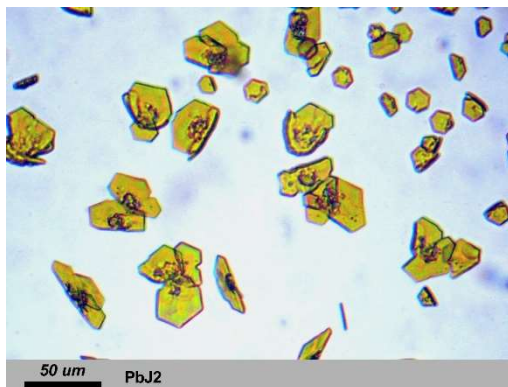
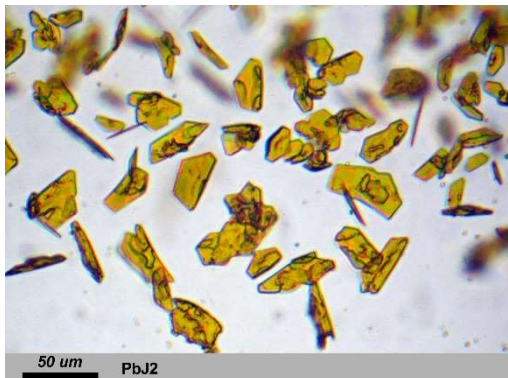
3. Präparat: Bleijodid und Bleijodat

3.2. Nachweise mit Kaliumjodid S. I/16f

Blei

Fällung gemäß Methode B durchführen. Es bilden sich gelbe, stark irisierende sechsstufige Tafeln.

Führt man die Fällung bei hoher KJ-Konzentration durch, bilden sich auf der „KJ-Seite“ der Fällungsfahne zusätzlich stark doppelbrechende farblose Nadeln von $K_2[PbJ_4]$.

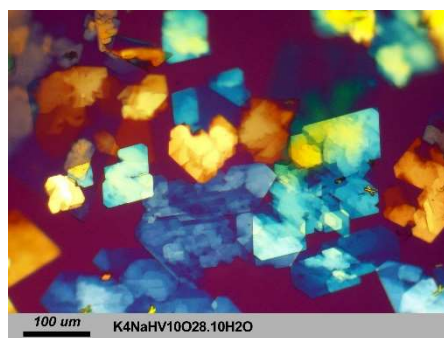
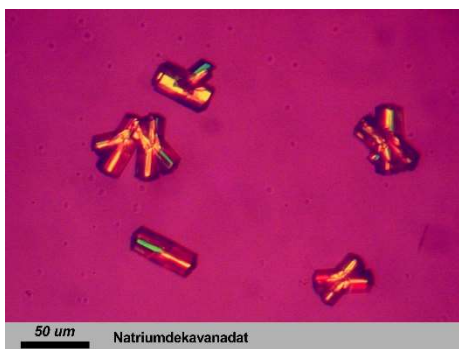


4. Präparat: Kalium Natrium Vanadat

Nachweis als Na-dekavanadat

Die gelbe neutrale Na-freie Probelösung mit NaCl versetzen und eindunsten lassen.

Es bildet sich Na-dekavanadat. Bei Zusatz von KCl bildet sich Na-K-dekavanadat.



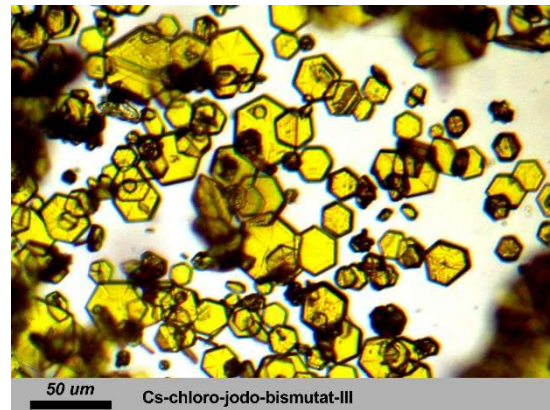
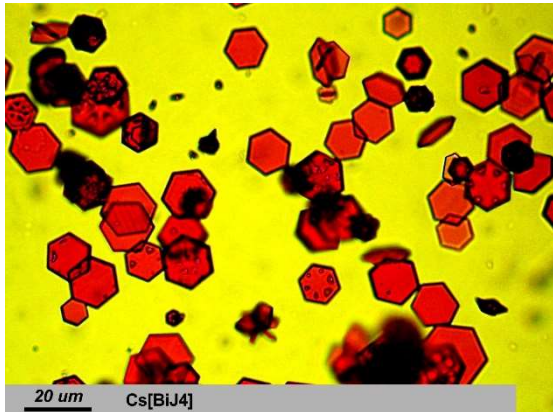
5. Präparat: Kalium/Natrium Wismut Jodat

S. I/18

Wismut Bi

Wismut bildet mit Jodiden einen schwarzen Niederschlag von BiI_3 , der sich im Überschuss von Jodid als gelber Jodokomplex löst.

Versetzt man die gelbe Lösung mit RbCl , besser mit **CsCl**, bilden sich gelbe und rote sechsseitige Tafeln unterschiedlicher Cloro-Jodo-Komplexe. Der Nachweis wird am besten in salzsaurer Lösung durchgeführt.

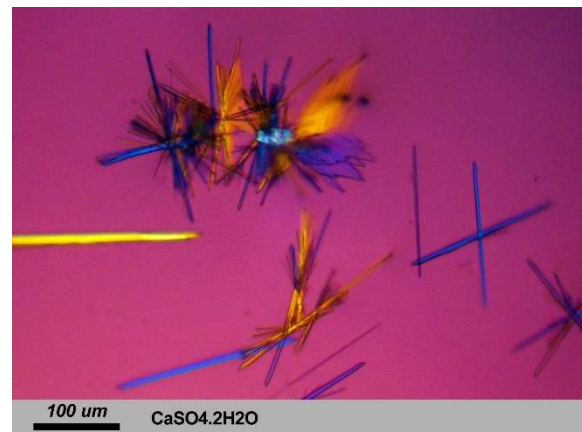
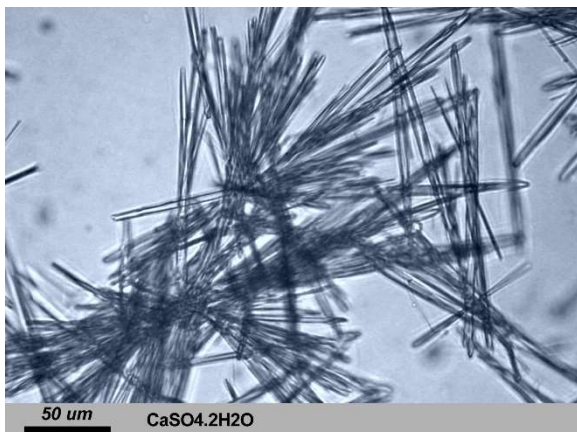


6. Präparat: Gips

S. I/20

Calcium

Probelösung mit verdünnter Schwefelsäure versetzen und langsam eindunsten lassen. Es bilden sich typische stark doppelbrechende Gipsnadeln der Formel $\text{CaSO}_4 \cdot x \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.



Polarisationsfilter

6. Nachweise als Tripelnitrit

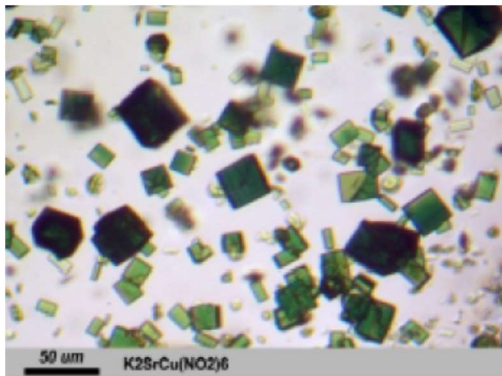
S. I/29ff

Als „Tripelnitrit“ können die folgenden Elemente nachgewiesen werden: Kalium (Rubidium, Cäsium, Thallium-I), Blei, Strontium, Barium, Cadmium, Kupfer, Nickel.

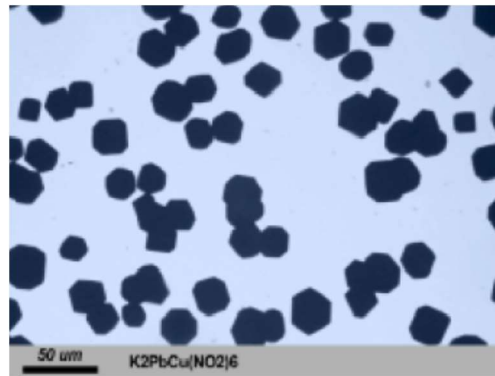
Die Niederschläge besitzen die folgenden Zusammensetzungen:

$(K, Rb, Cs, Tl-I)_2 (Pb, Ba, Sr, Cd) (Cu, Ni) (NO_2)_6$ Basis für den jeweiligen Nachweis ist eine konzentrierte $NaNO_2$ Lösung, die zusätzlich Natriumacetat als Puffer enthält, denn die Nachweise gelingen nur in weitgehend neutralem Milieu. Ist das Milieu zu sauer, wird das Nitrit unter Bildung von NO und NO_2 zerstört, kenntlich am Entstehen kleiner Gasblasen.

Starke Oxidations- oder Reduktionsmittel stören (Oxidation von Nitrit zu Nitrat, Reduktion von Nitrit zu Stickstoff oder NH_3). Je nach Nachweisziel wird das gesuchte Element fortgelassen, die anderen Elemente werden der Basislösung in Form ihrer Chloride oder Nitrate zugesetzt. Ersetzt man Kalium durch Rubidium oder besser noch durch Cäsium, sind die Nachweise wesentlich empfindlicher. Das Ergebnis sind stets kleine, gefärbte, würfelförmige Kristalle. Bemerkenswert ist, dass der Nachweis von Blei sogar mit dem sehr schwerlöslichen $PbSO_4$ gelingt (Ammoniumacetat als Puffersubstanz verwenden)! Wie die intensive Färbung der Kristalle zeigt, handelt es sich bei den Tripelnitriten nicht um einfache „Doppelsalze“, sondern um Nitritokomplexe



Kalium-Strontium-Kupfer-Tripelnitrit



Kalium-Blei-Kupfer-Tripelnitrit