

Trennungsgang der Kationen

I. HCl - Gruppe

Probensubstanz einige Zeit mit verd. HCl erhitzen, abkühlen, filtrieren :

PbCl₂
weiß

Hg₂Cl₂
weiß

AgCl
weiß

Das Filtrat enthält die Kationen
der II. - V. Gruppe!

Rückstand mehrfach mit siedendheißem Wasser übergießen:

Pb²⁺

1. wäßrige Lösung stark abkühlen -> PbCl₂ fällt aus.

2. Lösung mit Na-acetat (HAC + CH₃COONa) versetzen und mit K₂Cr₂O₇ prüfen : gelber NS von PbCrO₄

Hg₂Cl₂

Filterrückstand mit NH₃-Lösung behandeln:

Hg^{±0} + [Hg(NH₂)]Cl

schwarz/weiß

schwarzer Filterrückstand zeigt Hg an

AgCl

[Ag(NH₃)₂]⁺

beim Ansäuern mit HNO₃ fällt AgCl wieder aus!

II. H₂S - Gruppe

Filtrat der I. Gruppe (HCl Konzentration ca. 2 molar, Temperatur ca. 60°C)

Hg²⁺	Pb²⁺	Bi³⁺	Cu²⁺	Cd²⁺	As³⁺	Sb³⁺	Sn^{2+/4+}
------------------------	------------------------	------------------------	------------------------	------------------------	------------------------	------------------------	---------------------------

Einige Minuten H₂S einleiten, dann mit heißem Wasser auf das ca. doppelte Volumen verdünnen (bis pH 5-6), weiter H₂S einleiten, bis der Niederschlag sich flockig abgeschieden hat, filtrieren:
(Prüfung auf Vollständigkeit in starker Verdünnung bei pH 5-6!)

HgS schwarz	PbS schwarz	Bi₂S₃ dunkelbraun	CuS schwarz	CdS gelb	As₂S₃ ockergelb	Sb₂S₃ orange	SnS hellgelb
-----------------------	-----------------------	---	-----------------------	--------------------	---	--	------------------------

Gesamtniederschlag mit LiOH / KNO₃ Lsg. mehrfach im Filter waschen:

II. a	HgS	PbS	Bi₂S₃	CuS	CdS		II. b [As ₄] ³⁻	[Sb ₄] ³⁻	[Sn ₃] ²⁻
--------------	------------	------------	------------------------------------	------------	------------	--	--	----------------------------------	----------------------------------

Niederschlag der II.a Gruppe mit halbkonzentrierter HNO₃ erhitzen, filtrieren, waschen:

HgS	Pb ²⁺	Bi ³⁺	Cu ²⁺	Cd ²⁺
-----	------------------	------------------	------------------	------------------

Rückstand in Königswasser lösen, weit eindampfen, mit verd. HCl und H₂O aufnehmen. Prüfung mit SnCl₂ Lsg.: --> **Hg₂Cl₂** weiß kochen, filtr.:

Filtrat mit 3 ml halbkonz. H₂SO₄ versetzen und bis zum Auftreten weißer Nebel eindampfen. Abkühlen und mit wenig verd. H₂SO₄ + H₂O versetzen, abkühlen und filtrieren:

PbSO₄ weiß	Bi ³⁺	Cu ²⁺	Cd ²⁺
---------------------------------	------------------	------------------	------------------

Rückstand mit heißer essigsaurer Na-tatrat Lsg. behandeln und mit K₂Cr₂O₇ prüfen: --> **PbCrO₄** gelber NS

Filtrat mit Ammoniak im Überschuß versetzen, filtrieren:

Bi(OH)₃ weiß	[Cu(NH ₃) ₄] ²⁺ blau	[Cd(NH ₃) ₄] ²⁺ farblos
-----------------------------------	--	---

Rückstand auf d. Filter mit Natriumstannat Lsg. (NaOH + SnCl₂) übergießen: --> **Bi⁺⁰** elementar schwarz

Blaufärbung der Lsg. zeigt Cu²⁺ an. Kupfertetraminkompl. im H₂O Bad erwärmen. Es fällt elementares Cu⁺⁰ aus, abfiltrieren und H₂S einleiten --> **CdS** gelber NS

Filtrat mit verd. HCl ansäuern, filtrieren:

As₂S^{3+/5+}	Sb₂S^{3+/5+}	SnS₂
--	--	------------------------

NS nitratfrei waschen, konz. HCl zugeben, kochen,

As₂S₃ gelb	Sb ³⁺	Sn ⁴⁺
--	------------------	------------------

Rückstand mit heißer (NH₄)₂CO₃ Lsg. behandeln, H₂O₂ zugeben, erhitzen: a) mit Magnesiummischur prüfen (1MgCl₂+ 3NH₄Cl + NH₄OH): --> **MgNH₄AsO₄** weißer NS

b) Nachweis in salpetersaurer Lsg. mit Ammoniummolybdat: **(NH₄)₃[As(Mo₃O₁₀)₄]** gelber NS

mit Eisennägeln
Sb⁺⁰
schwarze Flocken von metallischem **Sb⁺⁰** in der Lsg.

Sn²⁺
Leuchtprobe
blau Fluoresz.

Das Filtrat der H₂S Fällung enthält die Kationen der III. - V. Gruppe!

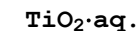
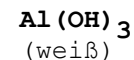
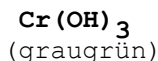
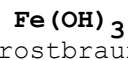
III. (NH₄)₂S - Gruppe

III.a) Ammoniak - Gruppe

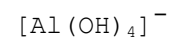
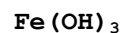
Filtrat der II. Gruppe enthält nach Verkochen von H₂S und Zugabe einiger Tropfen konz. HNO₃ :



Spatelspitze NH₄Cl zugeben u. in der Hitze soviel NH₃ zutropfen, bis die Lösung deutlich ammoniakalisch reagiert. Dabei treten folgende NS auf:



NS mit heißem Wasser waschen, mit wenig heißer verd. HCl lösen und tropfenweise mit NaOH neutralisieren. Lsg. (1:1) in 30%ige NaOH + 3%ige H₂O₂ eingießen, unter Umrühren kurz zum Sieden erhitzen, filtrieren:



Nachweis nur aus der
Ursubstanz:

NS mit heißem Wasser waschen, in heißer verd. HCl lösen:
Nachweis mit NH₄SCN
--> Fe(SCN)₃
Rotfärbung
.
.

Bei Anwesenheit von Cr⁶⁺ ist das Filtrat gelb gefärbt

a) Nachweis als CrO₅:
Einige ml der Lsg. nach Zerstören des H₂O₂ und Abkühlen mit verd. H₂SO₄ ansäuern, Zugabe von Amylalkohol und H₂O₂ durchschütteln --> vorübergehende Blaufärb.

Restliches Filtrat im Becherglas mit NH₄Cl zur schwach sauren Reaktion bringen --> Al(OH)₃ weiß

Spatelspitze Substanz mit 3 ml H₂SO₄ 5 Min. kochen, erkalten, 2-3 Tropfen 3%iges H₂O₂ zugeben:
--> TiO₂SO₄
gelborange Färbung

b) verd. H₂SO₄ Lsg. von Cr³⁺ mit Alkaliperoxodisulfat versetzen, kurz kochen --> orange Lsg.
Bildung von Cr₂O₇²⁻

NS Al(OH)₃ auflösen, essigsauer stellen und mit Morinlsg. versetzen --> grüne Fluoreszenz (evtl. UV-Lampe)

Das Filtrat der NH₃-fällung enthält die Kationen der IIIb.-V. Gruppe.

Thenards Blau:
Spinellbildung mit Co(NO₃)₂ --> Blaupigment

III.b) (NH₄)₂S – Gruppe

Filtrat der III.a Gruppe enthält:

Co²⁺

Ni²⁺

Zn²⁺

Mn²⁺

Filtrat schwach ammoniakalisch stellen (pH 8-9), Lsg. erwärmen und H₂S einleiten. NiS bildet leicht kolloidale Lsg. und läuft durch den Filter. Diese Störung läßt sich vermeiden, wenn man zur Fällung HAC gibt (siehe unten):

CoS
schwarz

NiS
schwarz

ZnS
weiß

MnS
fleischfarben

NS mehrmals mit verd. HAC aufschlänmen, erwärmen, filtrieren:

CoS

NiS

ZnS

NS mehrmals mit verd. HCl aufschlänmen, erwärmen, filtrieren:

CoS

NiS

ZnS

NS mit verd. HAC u. 2 Tropfen 3%igem H₂O₂ lösen, H₂O₂ verkochen:

Co²⁺

Ni²⁺

Nachweis von Co²⁺ und Ni²⁺ aus derselben Lsg.:

mit einer Spatelspitze NH₄SCN versetzen und Amylalkohol zugeben:
-> blaue Alkoholschicht

Lsg. ammoniakalisch stellen und Diacetyldioxim zugeben:
-> rosenroter NS

Boraxperle mit Gruppen-NS:-> intensiv blaue Perle

Zur Abscheidung verschleppter Kationen (Mn²⁺) mit NaOH - Plätzchen versetzen, aufkochen, filtrieren: alkalisches Filtrat mit HAC schwach sauer stellen und H₂S einleiten:

--> **ZnS** weiß (NS erscheint erst nach einiger Zeit)
Rinnmannsgrün:
Spinellbildung mit Co(NO₃)₂

Mn²⁺

Teil des Filtrats mit 1 ml H₂SO₄ + 3 Tropfen AgNO₃ + 1 Spatelspitze (NH₄)₂S₂O₈ versetzen und im Wasserbad 5 Min. erwärmen:

--> MnO₄⁻
rotviolette Färbung

Oxidationsschmelze des Gruppen NS mit Na₂CO₃/KNO₃ auf Magnesiumrinne:
--> grüne (K₂MnO₄) oder blaue (K₃MnO₄) Schmelze

Das Filtrat der H₂S Fällung enthält die Kationen der IV. und V. Gruppe!

IV. (NH₄)₂CO₃ - Gruppe

Das Filtrat der III b Gruppe enthält :



Filtrat mit verd. HCl schwach ansäuern und stark einengen. Nach Zugabe von 2 ml HNO₃ in einer Porzellanschale abrauchen (Abzug!). Rückstand nicht glühen! Nach dem Abkühlen mit wenig verd. HCl aufnehmen, mit NH₃ ammoniakalisch stellen und mit 2 ml (NH₄)₂CO₃ Lösung versetzen, 2 Minuten zum Sieden erhitzen! NS abfiltrieren und mit heißem Wasser waschen:



weiß



weiß



weiß

Das Filtrat enthält die Kationen der V. Gruppe!

NS in wenig verd. HCl lösen und Flammenfärbung prüfen:
blaßgrün

karminrot

ziegelrot

NaAc zugeben bis pH 4-5 erreicht ist. Tropfenweise K₂Cr₂O₇ in geringem Überschuß zugeben: (feines Filter! Das Filtrat soll schwach gelb gefärbt sein)



gelb

BaCrO₄ muß vor dem Nachweis von Sr vollständig abgetrennt werden. Da es oft hartnäckig zur Kristallisationsverzögerung neigt, muß es durch Reiben mit dem Glasstab zur Kristallisation gebracht werden.



Im Filtrat müssen Sr²⁺ und Ca²⁺ vom Chromat getrennt werden. Mit NH₃ ammoniakalisch stellen und 2 ml (NH₄)₂CO₃ zugeben, erhitzen und filtrieren:



weiß



weiß

NS in wenig HCl lösen und (NH₄)₂SO₄ Lsg. zutropfen:



weiß

Filtrat der SrSO₄ Fällung ammoniakalisch stellen, erwärmen und (NH₄)₂C₂O₄ zugeben:



weiß

V. Lösliche Gruppe

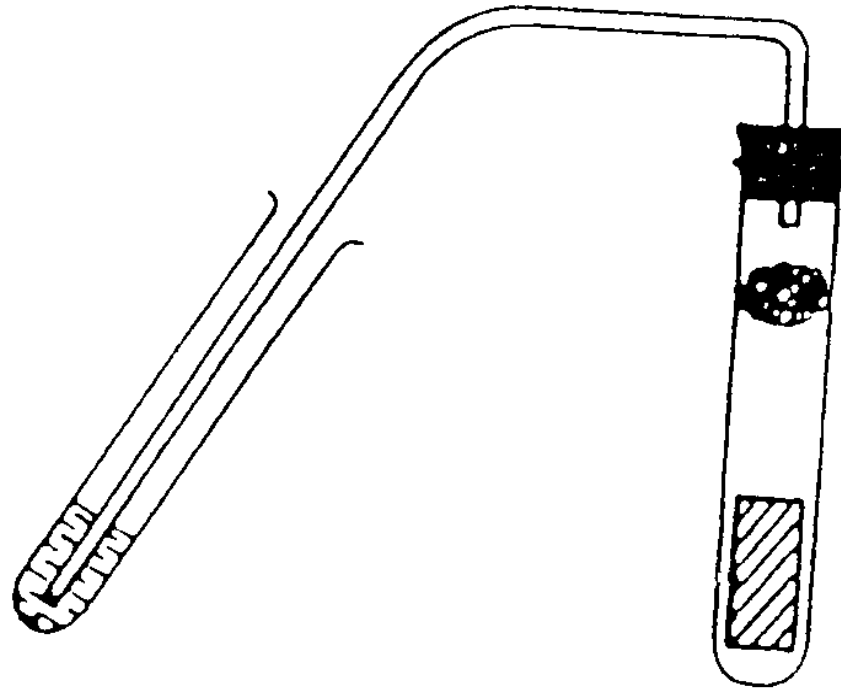
Nach Abtrennen der IV. Gruppe, verbliebene Lösung stark einengen. Etwa 1 ml der Lösung mit einigen Tropfen verd. HCl ansäuern und Flammenfärbung prüfen:

Mg^{2+}	K^+	Na^+	Li^+	(NH_4^+)
keine Färbung	fahl violett (Kobaltglas bei Gegenwart von Na)	intensiv gelb erscheint sofort und hält länger als 1 Minute an	karminrot	fahlgelbe untypische Färbung

Mit der restlichen Lösung werden Mg^+ und K^+ nebeneinander nachgewiesen:

<p>+ $(NH_4)_2HPO_4$ erwärmen und Zugabe von NH_3 ->$MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ weiß (Mikroskop Sterne)</p>	<p>+ $HClO_4$ verd. -> $KClO_4$ weiß (Mikroskop: rhombische Kristalle)</p>	<p>für Na^+ gibt es keine Fällungs- reaktion</p>	<p>keine Fällungs- reaktion !</p>	<p>Nachweis aus der Ursubstanz (Blaukreuzver- fahren!)</p>
--	---	---	---------------------------------------	--

H₂S – Entwickler:



Für eine Vollanalyse reichen 0,5 g Sulfidogen. (2 - 3 Spatelspitzen!)

Toxikologie von Schwefelwasserstoff:

Lähmung des Atemzentrum schon bei geringen Konzentrationen, deshalb unter dem Abzug arbeiten!