

Trennungsgang der Kationen

I. HCl - Gruppe

Probensubstanz in verd. HNO_3 erhitzen und lösen. Zugabe von 6 molarer HCl , Nd. abfiltrieren:

PbCl_2
weiß

Hg_2Cl_2
weiß

AgCl
weiß

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

Rückstand mehrfach mit siedendheißem Wasser übergießen:

Pb^{2+}

1. wäßrige Lösung stark abkühlen -> PbCl_2 fällt aus.

2. Lösung mit Na-acetat ($\text{HAc} + \text{CH}_3\text{COONa}$) versetzen und mit $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ prüfen : gelber NS von PbCrO_4

Hg_2Cl_2

Filtrerrückstand mit NH_3 -Lösung behandeln:

$\text{Hg}^{+0} + [\text{Hg}(\text{NH}_2)]\text{Cl}$

schwarz/weiß

schwarzer Filtrerrückstand zeigt Hg an

AgCl

$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$

beim Ansäuern mit HNO_3 fällt AgCl wieder aus!

Niederschlag wird unter UV-Bestrahlung grauschwarz

Einzelnachweise siehe:

Jander, Blasius, Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie

Wolfgang Werner, Qualitative anorganische Analyse

II. H₂S - Gruppe

Filtrat der I. Gruppe (HCl Konzentration ca. 6 molar), in ein 100 ml Becherglas überführen, Nitrate verkochen

| Hg ²⁺ | Pb ²⁺ | Bi ³⁺ | Cu ²⁺ | Cd ²⁺ | As ³⁺ | Sb ³⁺ | Sn ^{2+/4+} |
|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|---------------------|
|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|---------------------|

Thioacetamid (TAA) als Feststoff oder Lösung zugeben, rühren und ca. 20 min. bei 60°C halten, Nd. abfiltrieren, Filtrat mit heißem Wasser auf das ca. doppelte Volumen verdünnen, Zugabe von TAA, Nd. abfiltrieren, Vorgang wiederholen bis pH 3-4, Prüfung auf Vollständigkeit der Fällung in starker Verdünnung.

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

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

| II.a | HgS | PbS | Bi ₂ S ₃ | CuS | CdS | II.b | [SbS ₄] ³⁻ | [SnS ₃] ²⁻ |
|--|---|---|--|---|--|--|-----------------------------------|-----------------------------------|
| Niederschlag der II.a Gruppe mit halbkonzentrierter HNO ₃ erhitzen, filtrieren, waschen: | | | | | | Filtrat mit verd. HCl ansäuern, filtrieren: | | |
| <p style="text-align: center;">HgS</p> <p>Rückstand in Königswasser lösen, weit eindampfen, mit verd. HCl und H₂O aufnehmen. Prüfung mit SnCl₂ Lsg.: --> Hg₂Cl₂ weiß kochen, filtr.:</p> | <p style="text-align: center;">Pb²⁺</p> <p>Filtrat mit 3 ml konz. H₂SO₄ versetzen und bis zum Auftreten weißer Nebel eindampfen. Abkühlen und mit H₂O versetzen, abkühlen und filtrieren: PbSO₄ weiß</p> <p>Rückstand mit heißer essigsaurer Na-tartrat Lsg. behandeln und mit K₂Cr₂O₇ prüfen: --> PbCrO₄ gelber NS</p> | <p style="text-align: center;">Bi³⁺</p> <p>Filtrat mit konz. Ammoniak im Überschuß versetzen, filtrieren: Bi(OH)₃ weiß</p> <p>Rückstand auf d. Filter mit Natriumstannat Lsg. (NaOH + SnCl₂) übergießen --> Bi³⁺ elementar schwarz</p> | <p style="text-align: center;">Cu²⁺</p> <p>[Cu(NH₃)₄]²⁺ blau</p> <p>Blaufärbung der Lsg. zeigt Cu²⁺ an.</p> <p>Kupfertetramminkompl. im H₂O Bad erwärmen. Es fällt elementares Cu⁰ aus, abfiltrieren und H₂S einleiten --> CdS gelber NS</p> | <p style="text-align: center;">Cd²⁺</p> <p>[Cd(NH₃)₄]²⁺ farblos</p> <p>Blaue Lsg. mit Natriumdithionit im H₂O Bad erwärmen. Es fällt elementares Cu⁰ aus, abfiltrieren und H₂S einleiten --> CdS gelber NS</p> | <p style="text-align: center;">Sb₂S^{3+/5+}</p> <p>NS nitratfrei waschen, konz. HCl zugeben, kochen, filtrieren: Sb³⁺ mit Eisennägeln</p> <p>Sb³⁺ schwarze Flocken von metallischem Sb³⁺ in der Lsg.</p> | <p style="text-align: center;">SnS₂</p> <p>Sn⁴⁺ Leuchtprobe blaue Fluoreszenz</p> <p>Sn²⁺ Leuchtprobe blaue Fluoreszenz</p> <p>evtl. Gutzeitsche Probe aus der Ursubstanz</p> | | |
| <p><u>Das Filtrat der H₂S Fällung enthält die Kationen der III. - V. Gruppe!</u></p> | | | | | | | | |

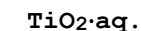
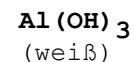
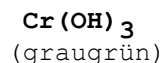
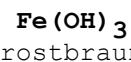
III. (NH₄)₂S - Gruppe

III.a) Ammoniak - Gruppe

Verkochen von H₂S aus dem Filtrat der II. Gruppe und Zugabe einiger Tropfen konz. HNO₃ :



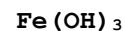
Einen Spatel NH₄Cl zugeben u. in der Hitze soviel NH₃ zutropfen, bis die Lösung deutlich ammoniakalisch reagiert. Dabei treten folgende NS auf:



NS abfiltrieren oder zentrifugieren.

NS mit wenig heißer verd. HCl lösen und tropfenweise mit NaOH neutralisieren.

Lsg. in 30%ige NaOH / 3%ige H₂O₂ (1:1) eingießen, unter Umrühren kurz zum Sieden erhitzen, zentrifugieren:



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.

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

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

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

Thenards Blau:

Spinellbildung mit Co(NO₃)₂ --> Blaupigment aus der Ursubstanz

Spatel Spitze Substanz mit 3 ml H₂SO₄ 5 Min. kochen, erkalten, 2-3 Tropfen 3%iges H₂O₂ zugeben:

--> TiO₂SO₄
gelborange Färbung

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

III.b) (NH₄)₂S – Gruppe

Filtrat der III.a Gruppe enthält unter anderem:

Co²⁺

Ni²⁺

Zn²⁺

Mn²⁺

Filtrat schwach ammoniakalisch stellen (pH 8-9), Lsg. erwärmen und mit TAA bei 60 °C versetzen. NiS bildet leicht kolloidale Niederschläge 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 mit verd. HAC aufschlämmen, erwärmen, filtrieren oder zentrifugieren:

CoS

NiS

ZnS

NS mit verd. HCl aufschlämmen, erwärmen und abtrennen :

CoS

NiS

Zn²⁺

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 Dimethylglyoxim zugeben:
-> roter NS

Zur Abscheidung verschleppter Kationen (Mn²⁺) mit NaOH - Plätzchen versetzen, aufkochen, filtrieren: alkalisches Filtrat mit HAC schwach sauer stellen und mit TAA (60 °C) versetzen --> **ZnS** weiß (NS erscheint erst nach einiger Zeit)
Rinnmannsgrün:
Spinellbildung mit Co(NO₃)₂

Mn²⁺
Nachweis von Mn²⁺ aus der Ursubstanz mit PbO₂ und konz. HNO₃

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 unter anderem:



Filtrat mit verd. HCl schwach ansäuern und stark einengen. Nach Zugabe von 2 ml konz. 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 oder zentrifugieren und mit heißem Wasser waschen:



weiß



weiß



weiß

Das Filtrat enthält die Kationen der V. Gruppe!

NS in wenig verd. HAC lösen und Flammenfärbung prüfen:

blaßgrün

karminrot

ziegelrot

NaAc zugeben bis pH 4-5 erreicht ist. Tropfenweise K₂Cr₂O₇ in geringem Überschuß zugeben: (feines Filterpapier! 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 oder zentrifugieren:



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:

+ $(NH_4)_2HPO_4$
erwärmen und
Zugabe von NH_3
-> $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$
weiß
(Mikroskop Sterne)

+ $HClO_4$ verd.
-> $KClO_4$ weiß
(Mikroskop:
rhombische Kristalle)

Nachweis aus
der Ursubstanz
(Blaukreuzverfahren!)

Toxikologie von Schwefelwasserstoff:

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