

# Trennungsgang der Kationen

## I. HCl - Gruppe

Probensubstanz in verd.  $\text{HNO}_3$  erhitzen und lösen. Zugabe von 6 molarer  $\text{HCl}$ , Nd. abfiltrieren:

$\text{PbCl}_2$   
weiß

$\text{Hg}_2\text{Cl}_2$   
weiß

$\text{AgCl}$   
weiß

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

Rückstand mehrfach mit siedendheißem Wasser übergießen:

$\text{Pb}^{2+}$

1. wäßrige Lösung stark abkühlen  $\rightarrow$   $\text{PbCl}_2$  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  $\text{PbCrO}_4$

$\text{Hg}_2\text{Cl}_2$

Filtrerrückstand mit  $\text{NH}_3$ -Lösung behandeln:

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

schwarz/weiß

schwarzer Filtrerrückstand zeigt Hg an

$\text{AgCl}$

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

beim Ansäuern mit  $\text{HNO}_3$  fällt  $\text{AgCl}$  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. H<sub>2</sub>S - Gruppe

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

<b>Hg<sup>2+</sup></b>	<b>Pb<sup>2+</sup></b>	<b>Bi<sup>3+</sup></b>	<b>Cu<sup>2+</sup></b>	<b>Cd<sup>2+</sup></b>	<b>As<sup>3+</sup></b>	<b>Sb<sup>3+</sup></b>	<b>Sn<sup>2+/4+</sup></b>
------------------------	------------------------	------------------------	------------------------	------------------------	------------------------	------------------------	---------------------------

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.

<b>HgS</b> schwarz	<b>PbS</b> schwarz	<b>Bi<sub>2</sub>S<sub>3</sub></b> dunkelbraun	<b>CuS</b> schwarz	<b>CdS</b> gelb	<b>Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub></b> orange	<b>SnS</b> hellgelb
-----------------------	-----------------------	---	-----------------------	--------------------	--	------------------------

Gesamtniederschlag mit LiOH / KNO<sub>3</sub> Lsg. mehrfach im Filter waschen:

<p><b>II.a</b></p> <p style="text-align: center;"><b>HgS</b>                      <b>PbS</b>                      <b>Bi<sub>2</sub>S<sub>3</sub></b>                      <b>CuS</b>                      <b>CdS</b></p> <p>Niederschlag der II.a Gruppe mit halbkonzentrierter HNO<sub>3</sub> erhitzen, filtrieren, waschen:</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20%; text-align: center;">HgS</td> <td style="width: 20%; text-align: center;">Pb<sup>2+</sup></td> <td style="width: 20%; text-align: center;">Bi<sup>3+</sup></td> <td style="width: 20%; text-align: center;">Cu<sup>2+</sup></td> <td style="width: 20%; text-align: center;">Cd<sup>2+</sup></td> </tr> </table> <p>Rückstand in Königswasser lösen, weit eindampfen, mit verd. HCl und H<sub>2</sub>O aufnehmen. Prüfung mit SnCl<sub>2</sub> Lsg.: --&gt; <b>Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub></b> weiß kochen, filtr.:</p> <p>Filtrat mit 3 ml konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> versetzen und bis zum Auftreten weißer Nebel eindampfen. Abkühlen und mit H<sub>2</sub>O versetzen, abkühlen und filtrieren:</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20%; text-align: center;"><b>PbSO<sub>4</sub></b> weiß</td> <td style="width: 20%; text-align: center;">Bi<sup>3+</sup></td> <td style="width: 20%; text-align: center;">Cu<sup>2+</sup></td> <td style="width: 20%; text-align: center;">Cd<sup>2+</sup></td> </tr> </table> <p>Rückstand mit heißer essigsaurer Na-tatrat Lsg. behandeln und mit K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> prüfen: --&gt; <b>PbCrO<sub>4</sub></b> gelber NS</p> <p>Filtrat mit konz. Ammoniak im Überschuß versetzen, filtrieren:</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20%; text-align: center;"><b>Bi(OH)<sub>3</sub></b> weiß</td> <td style="width: 20%; text-align: center;">[Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]<sup>2+</sup> blau</td> <td style="width: 20%; text-align: center;">[Cd(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]<sup>2+</sup> farblos</td> </tr> </table> <p>Rückstand auf d. Filter mit Na-stannat Lsg. (NaOH + SnCl<sub>2</sub>) übergießen --&gt; <b>Bi<sup>3+</sup></b> elementar schwarz</p> <p>[Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]<sup>2+</sup> Blaufärbung der Lsg. zeigt Cu<sup>2+</sup> an. Kupfertetramminkompl. im H<sub>2</sub>O Bad erwärmen. Es fällt elementares Cu<sup>0</sup> aus, abfiltrieren und H<sub>2</sub>S einleiten --&gt; <b>CdS</b> gelber NS</p> <p><b>Das Filtrat der H<sub>2</sub>S Fällung enthält die Kationen der III. - V. Gruppe!</b></p>	HgS	Pb <sup>2+</sup>	Bi <sup>3+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Cd <sup>2+</sup>	<b>PbSO<sub>4</sub></b> weiß	Bi <sup>3+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Cd <sup>2+</sup>	<b>Bi(OH)<sub>3</sub></b> weiß	[Cu(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup> blau	[Cd(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup> farblos	<p><b>II.b</b></p> <p style="text-align: center;">[SbS<sub>4</sub>]<sup>3-</sup>                      [SnS<sub>3</sub>]<sup>2-</sup></p> <p>Filtrat mit verd. HCl ansäuern, filtrieren:</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;"><b>Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub><sup>3+/5+</sup></b></td> <td style="width: 50%; text-align: center;"><b>SnS<sub>2</sub></b></td> </tr> </table> <p>NS nitratfrei waschen, konz. HCl zugeben, kochen, filtrieren:</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;">Sb<sup>3+</sup></td> <td style="width: 50%; text-align: center;">Sn<sup>4+</sup></td> </tr> </table> <p>mit Eisennägeln</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;"><b>Sb<sup>3+</sup></b></td> <td style="width: 50%; text-align: center;">Sn<sup>2+</sup></td> </tr> </table> <p>schwarze Flocken von metallischem <b>Sb<sup>3+</sup></b> in der Lsg.</p> <p>evtl. Gutzeitsche Probe aus der Ursubstanz</p>	<b>Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub><sup>3+/5+</sup></b>	<b>SnS<sub>2</sub></b>	Sb <sup>3+</sup>	Sn <sup>4+</sup>	<b>Sb<sup>3+</sup></b>	Sn <sup>2+</sup>
HgS	Pb <sup>2+</sup>	Bi <sup>3+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Cd <sup>2+</sup>															
<b>PbSO<sub>4</sub></b> weiß	Bi <sup>3+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Cd <sup>2+</sup>																
<b>Bi(OH)<sub>3</sub></b> weiß	[Cu(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup> blau	[Cd(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup> farblos																	
<b>Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub><sup>3+/5+</sup></b>	<b>SnS<sub>2</sub></b>																		
Sb <sup>3+</sup>	Sn <sup>4+</sup>																		
<b>Sb<sup>3+</sup></b>	Sn <sup>2+</sup>																		

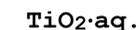
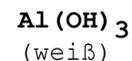
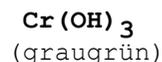
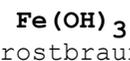
### III. (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S - Gruppe

#### III.a) Ammoniak - Gruppe

Verkochen von H<sub>2</sub>S aus dem Filtrat der II. Gruppe und Zugabe einiger Tropfen konz. HNO<sub>3</sub> :



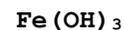
Einen Spatel NH<sub>4</sub>Cl zugeben u. in der Hitze soviel NH<sub>3</sub> zutropfen, bis die Lösung deutlich ammoniakalisch reagiert. Dabei treten folgende NS auf:



NS abfiltrieren oder zentrifugieren.

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

Lsg. in 30%ige NaOH / 3%ige H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (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 NH<sub>4</sub>SCN

--> Fe(SCN)<sub>3</sub>

Rotfärbung

.

.

Bei Anwesenheit von Cr<sup>6+</sup> ist das Filtrat gelb gefärbt

a) Nachweis als CrO<sub>5</sub>:

Einige ml der Lsg. nach Zerstören des H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> und Abkühlen mit verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ansäuern, Zugabe von Amylalkohol und H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> durchschütteln --> vorübergehende Blaufärb.

b) verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Lsg. von Cr<sup>3+</sup> mit Alkaliperoxodisulfat versetzen, kurz kochen --> orange Lsg. Bildung von Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>

Restliches Filtrat im Becherglas mit NH<sub>4</sub>Cl zur schwach sauren Reaktion bringen --> Al(OH)<sub>3</sub> weiß

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

Thenards Blau:

Spinellbildung mit Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> --> Blaupigment aus der Ursubstanz

Spatel Spitze Substanz mit 3 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 Min. kochen, erkalten, 2-3 Tropfen 3%iges H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zugeben:

--> TiO<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
gelborange Färbung

**Das Filtrat der NH<sub>3</sub>-  
fällung enthält die  
Kationen der IIIb.-  
V. Gruppe.**

### III.b) (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S – Gruppe

Filtrat der III.a Gruppe enthält unter anderem:

**Co<sup>2+</sup>**

**Ni<sup>2+</sup>**

**Zn<sup>2+</sup>**

**Mn<sup>2+</sup>**

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 aufschlänmen, erwärmen, filtrieren oder zentrifugieren:

**CoS**

**NiS**

**ZnS**

NS mit verd. HCl aufschlänmen, erwärmen und abtrennen :

Mn<sup>2+</sup>

Nachweis von Mn<sup>2+</sup> aus der  
Ursubstanz mit PbO<sub>2</sub> und konz. HNO<sub>3</sub>

**CoS**

**NiS**

Zn<sup>2+</sup>

NS mit verd. HAC u. 2 Tropfen 3%igem H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
lösen, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> verkochen:

Co<sup>2+</sup>

Ni<sup>2+</sup>

Nachweis von Co<sup>2+</sup> und Ni<sup>2+</sup> aus derselben Lsg.:

mit einer Spatelspitze  
NH<sub>4</sub>SCN versetzen und  
Amylalkohol zugeben:  
-> blaue Alkoholschicht

Lsg. ammoniakalisch  
stellen und Dimethyl-  
glyoxim zugeben:  
-> roter NS

Zur Abscheidung ver-  
schleppter Kationen  
(Mn<sup>2+</sup>) mit NaOH -  
Plätzchen versetzen,  
aufkochen, filtrier-  
en: alkalisches Fil-  
trat mit HAC schwach  
sauer stellen und  
mit TAA (60 °C)  
versetzen --> **ZnS** weiß  
(NS erscheint erst  
nach einiger Zeit)  
Rinnmannsgrün:  
Spinellbildung  
mit Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

Oxidationsschmelze des  
Gruppen NS mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/  
KNO<sub>3</sub> auf Magnesiumrinne:  
--> grüne (K<sub>2</sub>MnO<sub>4</sub>) oder  
blaue (K<sub>3</sub>MnO<sub>4</sub>) Schmelze

Das Filtrat der H<sub>2</sub>S Fällung enthält die  
Kationen der IV. und V. Gruppe!

## IV. (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> - 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. HNO<sub>3</sub> in einer Porzellanschale abrauchen (Abzug!). Rückstand **nicht** glühen! Nach dem Abkühlen mit wenig verd. HCl aufnehmen, mit NH<sub>3</sub> ammoniakalisch stellen und mit 2 ml (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 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 K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> in geringem Überschuß zugeben: (feines Filterpapier! Das Filtrat soll schwach gelb gefärbt sein)



gelb

BaCrO<sub>4</sub> 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 Sr<sup>2+</sup> und Ca<sup>2+</sup> vom Chromat getrennt werden. Mit NH<sub>3</sub> ammoniakalisch stellen und 2 ml (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> zugeben, erhitzen und filtrieren oder zentrifugieren:



weiß



weiß

NS in wenig HCl lösen und (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Lsg. zutropfen:



weiß

Filtrat der SrSO<sub>4</sub> Fällung ammoniakalisch stellen, erwärmen und (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 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!***