

2. und 3. Analyse

2. Analyse

Zn^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+}

3. Analyse

Zn^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+}

Co^{2+} , Ni^{2+} + einfache Anionen

Die Kationentrennung im Überblick

HCl-Gruppe

Ag^+ , Hg_2^{2+} ,
 Pb^{2+}



H₂S-Gruppe

Hg^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} ,
 Cu^{2+} , Cd^{2+} ,
 $\text{As}^{3+,5+}$, $\text{Sb}^{3+,5+}$,
 $\text{Sn}^{2+,4+}$

H₂S-Gruppe

Hg^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} ,
 Cu^{2+} , Cd^{2+} , $\text{Tl}^{+,3+}$,
 $\text{As}^{3+,5+}$, $\text{Sb}^{3+,5+}$,
 $\text{Sn}^{2+,4+}$, Mo^{6+} , Se^{4+} ,
 Te^{4+} , Ge^{4+}

lösliche Gruppe

Mg^{2+} , Li^+ , Na^+ , K^+ ,
 Rb^+ , Cs^+



(NH₄)₂S-Gruppe

Ni^{2+} , Co^{2+} , $\text{Fe}^{2+,3+}$,
 Mn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} ,
 Zn^{2+}

(NH₄)₂S-Gruppe

Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} ,
 Be^{2+} , Ga^{3+} , In^{3+} ,
 La^{3+} , UO_2^{2+} , Ti^{4+} ,
 Zr^{4+} , VO_3^- , WO_4^{2-} ,
 PO_4^{3-}

(NH₄)₂CO₃-Gruppe

Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}



Trennungsgang $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

- 1. Substanz lösen, erst Wasser, dann HCl (evtl. H_2O_2)**
- 2. Mit NH_4Cl versetzen (verhindert Mg-Fällung), ammoniakalisch machen und mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ kochen.**

$\text{Ni}_2\text{S}_3/\text{NiS}$, $\text{Co}_2\text{S}_3/\text{CoS}$, FeS , MnS , $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, ZnS

3. Abtrennung von Nickel und Cobalt durch kalte 2 m HCl
4. Mit H_2O_2 oxidieren und alkalischer Sturz (30% NaOH/ H_2O_2)
 $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{MnO}(\text{OH})_2$ $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$, CrO_4^{2-} , $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$
5. Kochen mit NH_4Cl (Erniedrigung der OH^- -Konzentration)
 $\text{Al}(\text{OH})_3$ CrO_4^{2-} , $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$
6. Ansäuern mit Essigsäure, Chromat- und Zinksulfid-Fällung

Trennungsgang $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

1. Substanz lösen, erst Wasser, dann HCl (evtl. H_2O_2)
2. Mit NH_4Cl versetzen (verhindert Mg-Fällung), ammoniakalisch machen und mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ kochen.

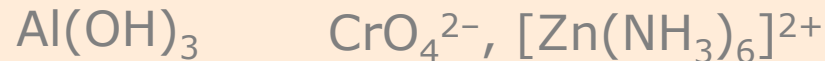


3. Abtrennung von Nickel und Cobalt durch kalte 2 m HCl

4. Mit H_2O_2 oxidieren und alkalischer Sturz (30% NaOH/ H_2O_2)



5. Kochen mit NH_4Cl (Erniedrigung der OH^- -Konzentration)



6. Ansäuern mit Essigsäure, Chromat- und Zinksulfid-Fällung

Trennungsgang $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

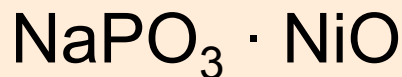
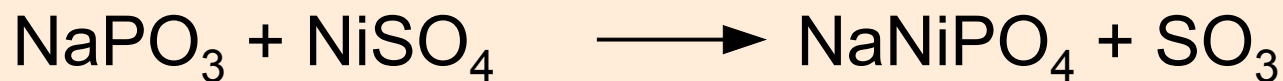
NiS , CoS , Ni_2S_3 , Co_2S_3

Nickel

wasserhaltige Nickelsalze sind zumeist grün gefärbt,
wasserfreie Nickelsalze sind gelblich gefärbt

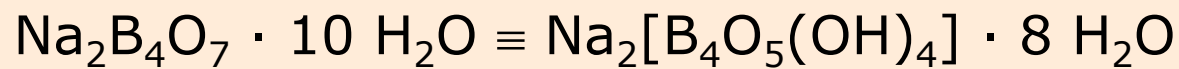
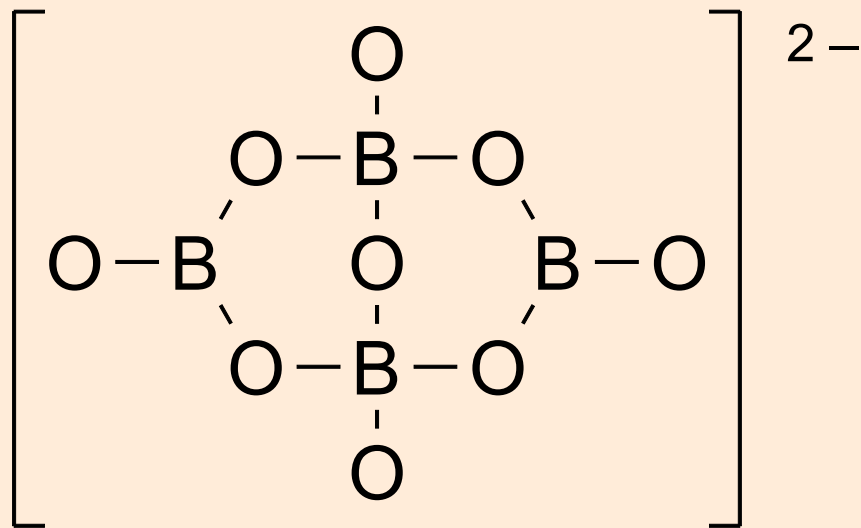
Vorproben und Nachweise auf Nickel

Phosphorsalz- und Boraxperle

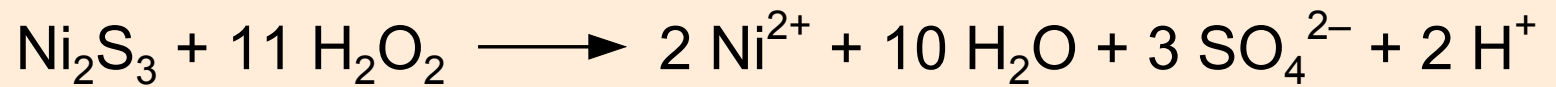
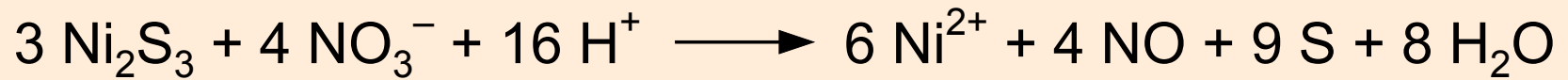


in der Kälte braun, in der Hitze gelb bis rubinrot
(Oxidationsflamme)

Borax

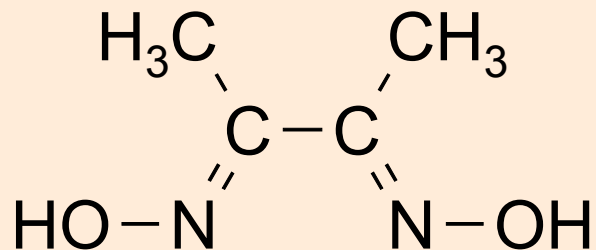


Lösen des Nickelsulfids

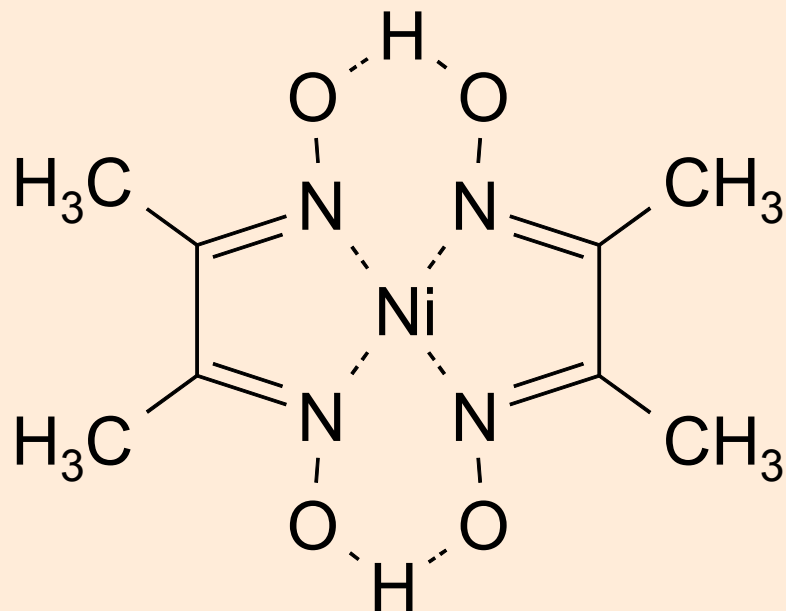
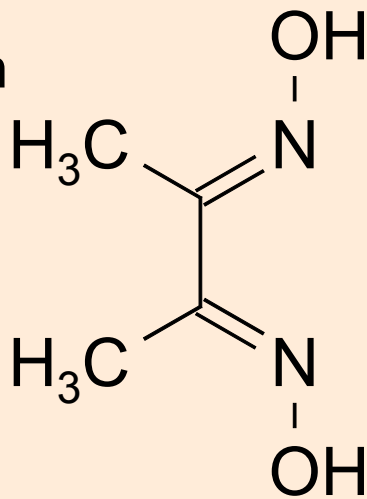


Nachweise für Nickel

Bis(diacetyldioxim)nickel, (Bis(dimethylglyoxim)nickel),
Tschugajeffs Reagenz



Diacetyldioxim



rot

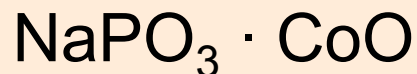
Störung: Oxidationsmittel, Fe³⁺, (Co²⁺), Cu²⁺

Cobalt

wasserhaltige Cobaltsalze sind zumeist rosa gefärbt,
wasserfreie Cobaltsalze sind blau gefärbt

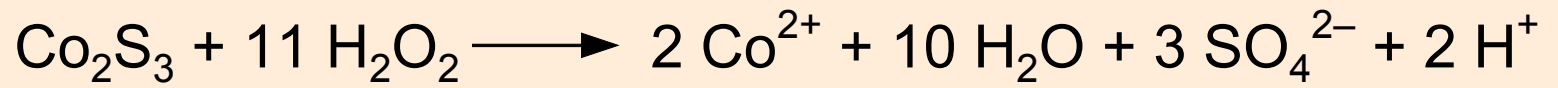
Vorproben und Nachweise auf Cobalt

Phosphorsalz- und Boraxperle



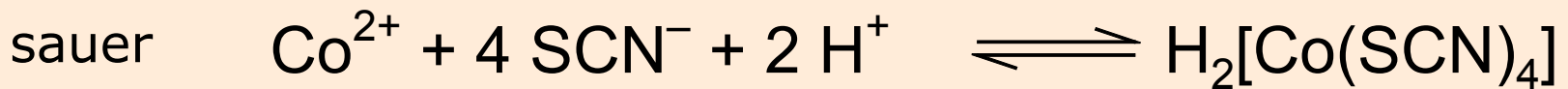
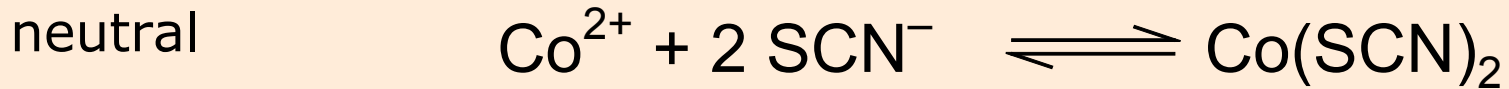
blau

Lösen des Cobaltsulfids



Nachweise für Cobalt

Cobaltthiocyanat, Tetrathiocyanatocobaltsäure



blau in Wasser und organischen
Lösungsmitteln

Nachweis von Cobalt neben Nickel!

Störung: Fe^{3+} , Bildung von Eisenrhodanid

Trennungsgang $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

1. Substanz lösen, erst Wasser, dann HCl (evtl. H_2O_2)
2. Mit NH_4Cl versetzen (verhindert Mg-Fällung), ammoniakalisch machen und mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ kochen.

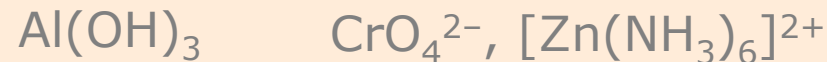


3. Abtrennung von Nickel und Cobalt durch kalte 2 m HCl

4. Mit H_2O_2 oxidieren und alkalischer Sturz (30% $\text{NaOH}/\text{H}_2\text{O}_2$)



5. Kochen mit NH_4Cl (Erniedrigung der OH^- -Konzentration)



6. Ansäuern mit Essigsäure, Chromat- und Zinksulfid-Fällung

Trennungsgang $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

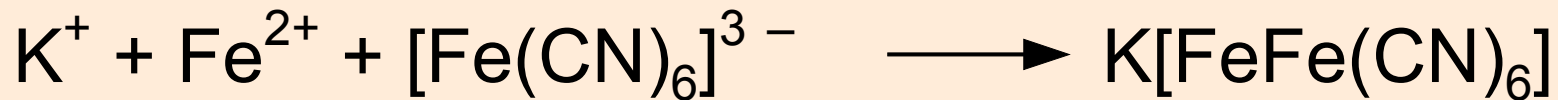
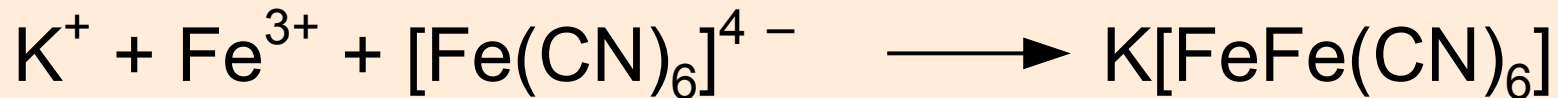
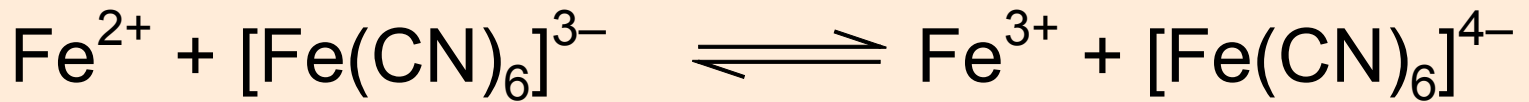


Eisen

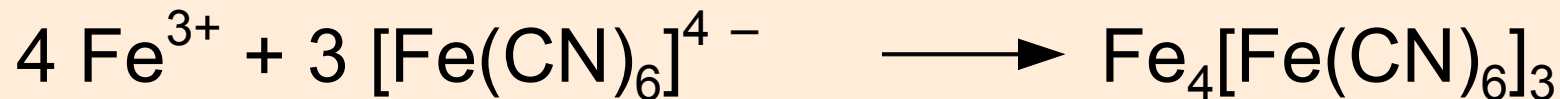
$[\text{Fe}(\text{OH})_6]^{2+}$	farblos
$[\text{Fe}(\text{OH})_6]^{3+}$	fast farblos
FeO_4^{2-}	rot
$\text{FeO}(\text{OH})$	rotbraun
$\text{Fe}(\text{OH})_2$	weiß

Eisen

Berliner Blau - Turnbulls Blau



lösliches Berliner Blau



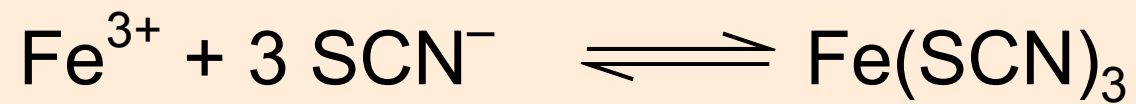
unlösliches Berliner Blau



Unlösliches Turnbulls Blau

Eisen

Eisenthiocyanat, Eisenrhodanid



Mangan



Mn (VII) violett

Mn (VI) tiefgrün

Mn (V) blau

Mn (IV) braun

Mn (III) granatroten

Mn (II) rosa

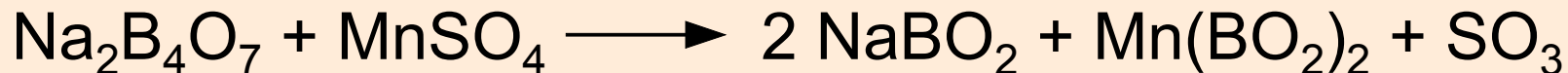
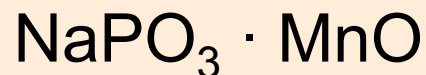
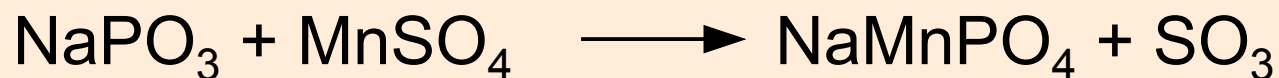


Basizität der Oxide in Wasser nimmt mit steigender Wertigkeit ab und die Acidität zu: MnO Base-Anhydrid, MnO_2 amphoter, Mn_2O_7 Säure-Anhydrid.

Besonders stabil: Mn(II) , isoelektronisch zu Fe(III) , halbbesetzte 3d-Schale; MnO_4^- ist ein starkes Oxidationsmittel.

Vorproben und Nachweise auf Mangan

Phosphorsalz- und Boraxperle

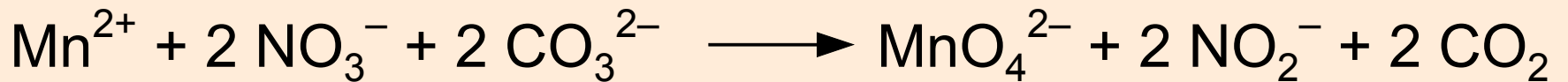


violett

Vorproben und Nachweise auf Mangan

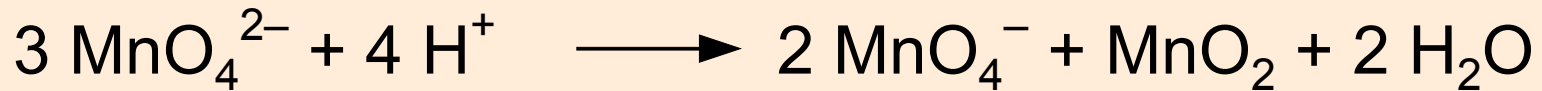
Oxidationsschmelze

Reaktion eines Mangansalzes mit Na_2CO_3 und KNO_3



grün

Bei Säurezusatz disproportioniert Mn(VI):



violett

Nachweise für Mangan

Oxidation zu Permanganat

in saurer Lösung

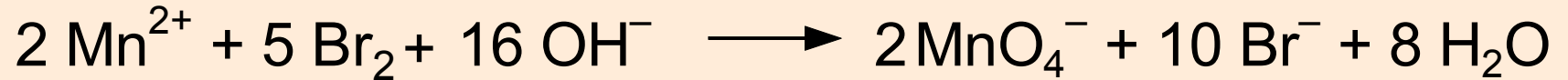


Störung: Reduktionsmittel wie Cl^- , Br^- , I^- (Entfernung in Form der Silbersalze)

Nachweise für Mangan

Oxidation zu Permanganat

in alkalischer Lösung



Störung: Chrom-Salze, Bildung von gelb gefärbtem Chromat.

Trennungsgang $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

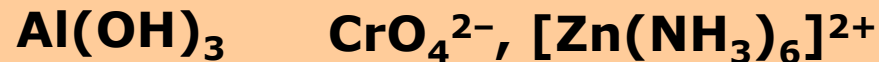
1. Substanz lösen, erst Wasser, dann HCl (evtl. H_2O_2)
2. Mit NH_4Cl versetzen (verhindert Mg-Fällung), ammoniakalisch machen und mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ kochen.



3. Abtrennung von Nickel und Cobalt durch kalte 2 m HCl
4. Mit H_2O_2 oxidieren und alkalischer Sturz (30% NaOH/ H_2O_2)



5. Kochen mit NH_4Cl (Erniedrigung der OH^- -Konzentration)



6. Ansäuern mit Essigsäure, Chromat- und Zinksulfid-Fällung

Trennungsgang $(\text{NH}_4)_2\text{S}$



Nachweise für Aluminium

Thenards Blau



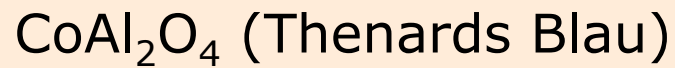
Cobaltpigmente



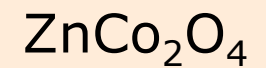
Cobaltviolett



Cobaltblau



Rinmanns Grün

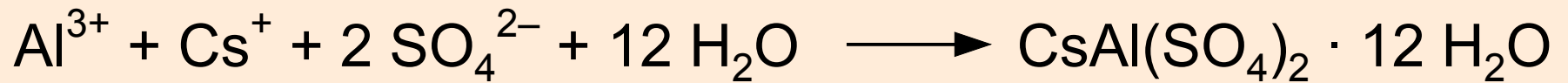


Claude Monet: Der Spaziergang, Ölfarben, 1875



Nachweise für Aluminium

Cäsiumalaun

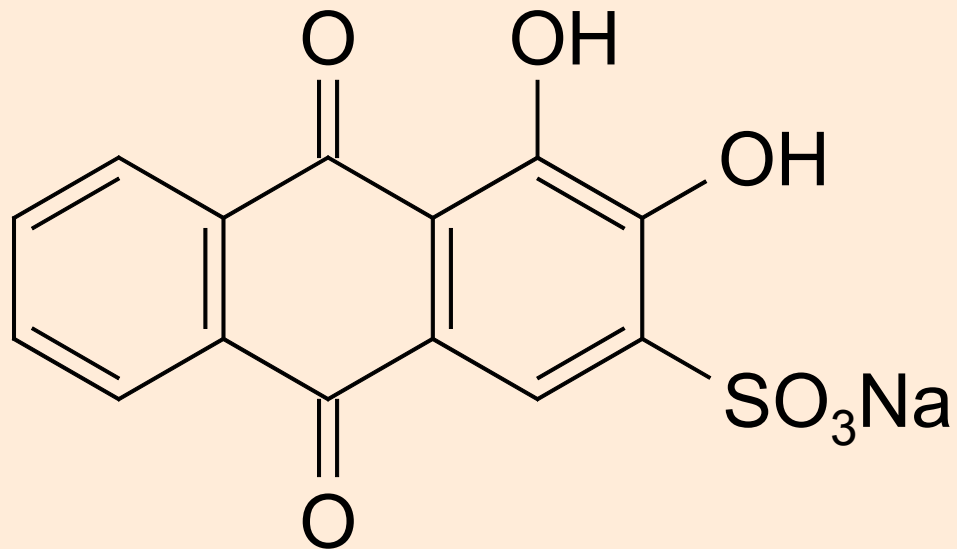


Alaune (Doppelsalze): $\text{M(I)M(III)(SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$.

M(I) z.B. K, Na, NH_4 , Tl, M(III) z.B. Al, Ti, Mn, In, Fe, Cr, V.

Nachweise für Aluminium

Alizarin S-Farblack

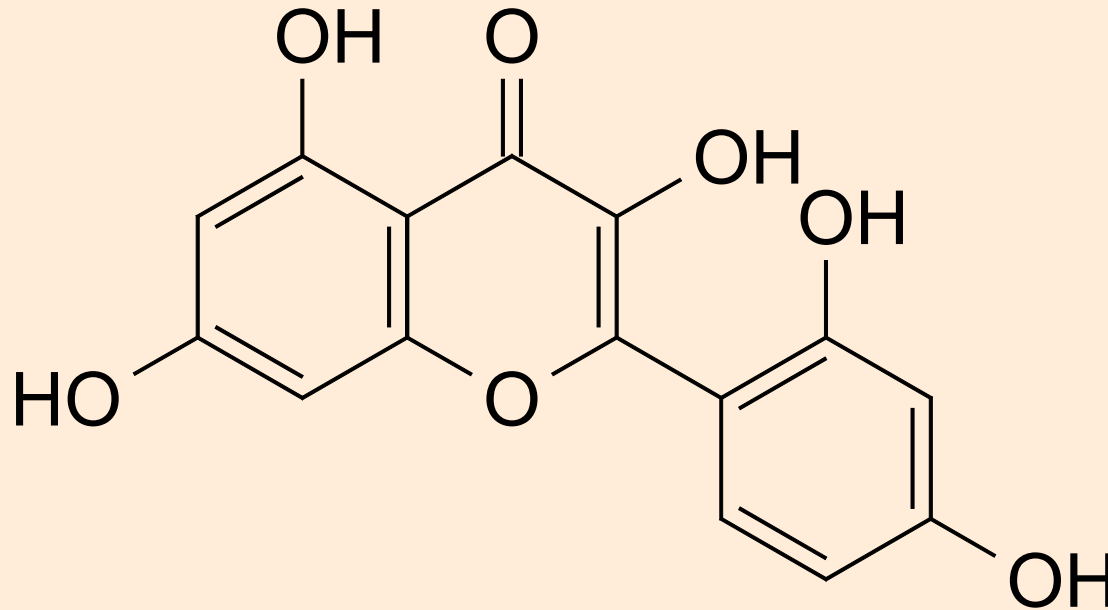


1,2-Dihydroxy-anthrachinon-3-sulfonsäure

Störung: Fe, Cr, Ti. Niederschläge der Erdalkali-Farblacke sind in Essigsäure löslich.

Nachweise für Aluminium

Morin-Komplexverbindung

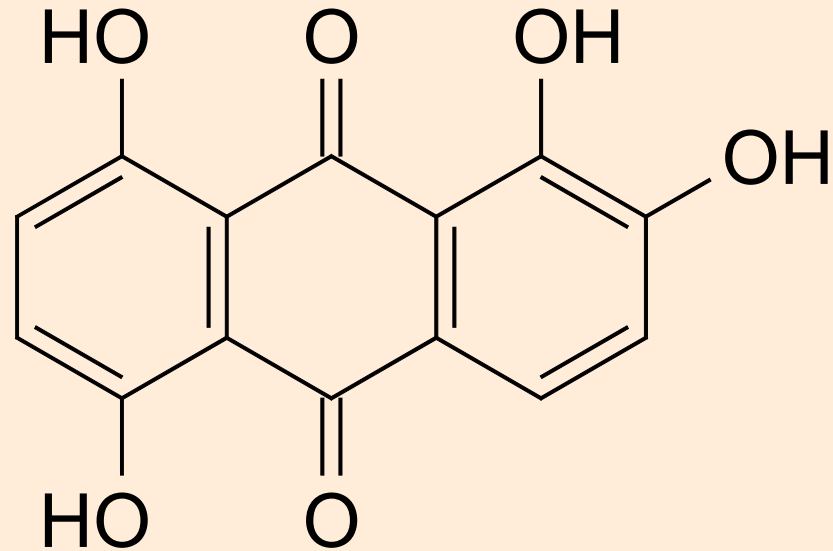


[2',3,4',5,7-Pentahydroxyflavon, 2-(2,4-Dihydroxyphenyl)-3,5,7-trihydroxy- 4H-1-benzopyran-4-on].

Störung: Besonders Silicate

Nachweise für Aluminium

Chinalizarin-Farblack



Chinalizarin (1,2,5,8-Tetrahydroxyanthrachinon)

Trennungsgang $(\text{NH}_4)_2\text{S}$

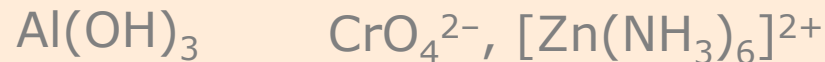
1. Substanz lösen, erst Wasser, dann HCl (evtl. H_2O_2)
2. Mit NH_4Cl versetzen (verhindert Mg-Fällung), ammoniakalisch machen und mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ kochen.



3. Abtrennung von Nickel und Cobalt durch kalte 2 m HCl
4. Mit H_2O_2 oxidieren und alkalischer Sturz (30% NaOH/ H_2O_2)



5. Kochen mit NH_4Cl (Erniedrigung der OH^- -Konzentration)



6. Ansäuern mit Essigsäure, Chromat- und Zinksulfid-Fällung

Trennungsgang $(\text{NH}_4)_2\text{S}$



Chrom-"Spektrum"

$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	orange	
Cr(V)	rot	
Cr(IV)	grün	pH = 0
$[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$	violett	
$[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$	blau	

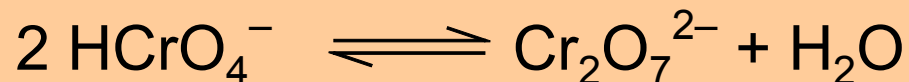
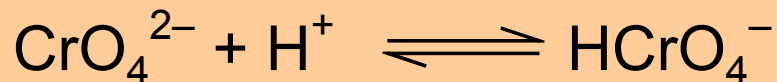
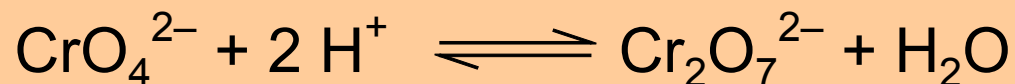
CrO_4^{2-}	gelb	
Cr(V)	blauschwarz	
Cr(IV)	blauschwarz	pH = 14
$\text{Cr}(\text{OH})_6^{3-}$	tiefgrün	
$\text{Cr}(\text{OH})_2$	dunkelbraun	

Nachweis als Chromat

Oxidation mit Wasserstoffperoxid

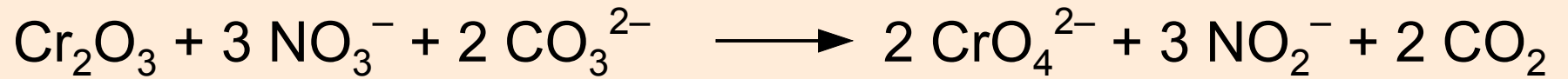


Oxidation mit Peroxodisulfaten



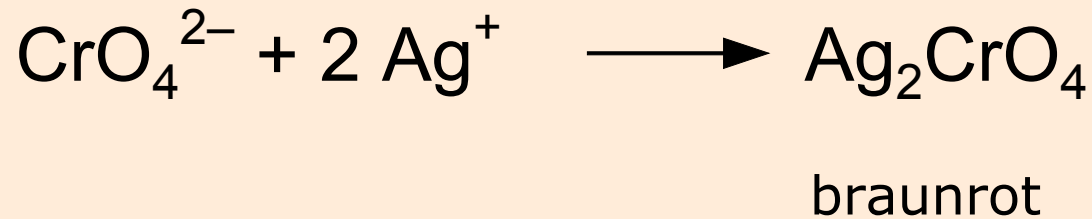
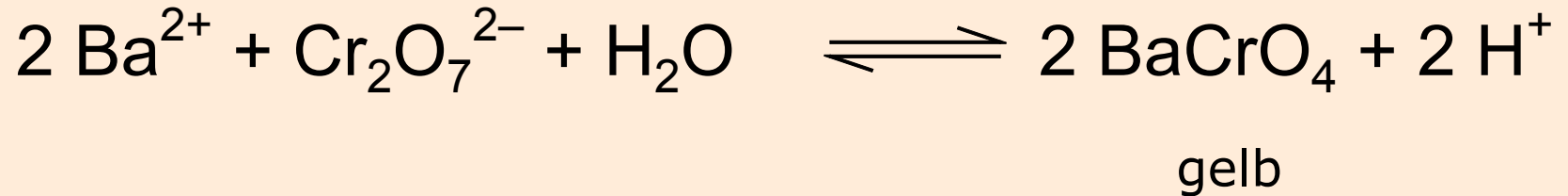
Nachweise für Chrom

Oxidationsschmelze



Nachweise für Chrom

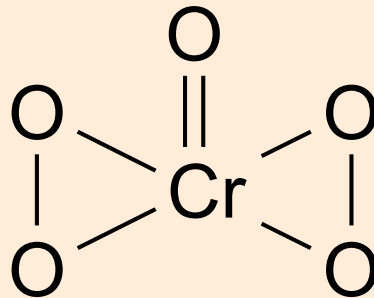
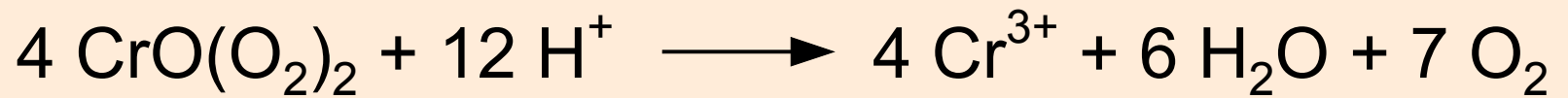
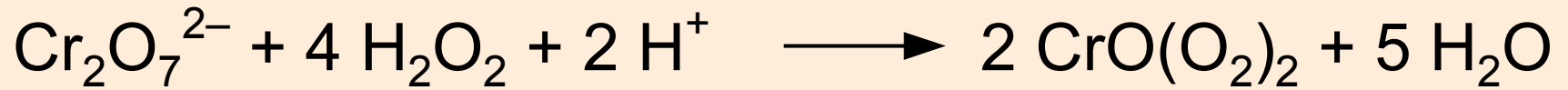
Schwerlösliche Chromate



Auch Hg^{2+} , Pb^{2+} bilden gelbe (Pb) und orange (Hg) Chromate.

Nachweise für Chrom

Chromperoxid

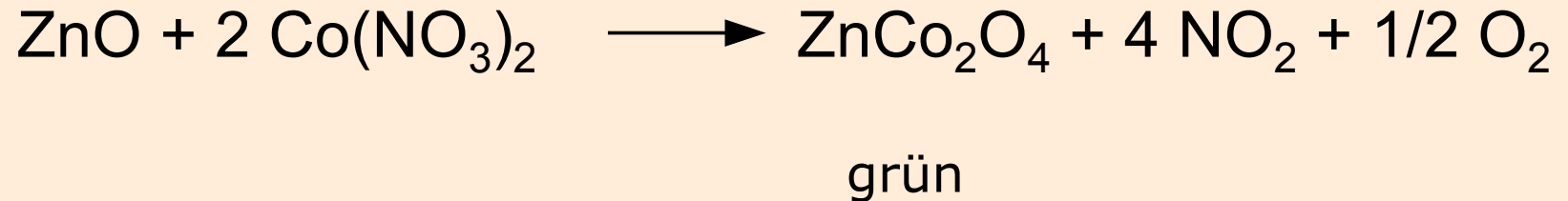


Zink

Zink(II)salze sind farblos

Vorproben und Nachweise auf Zink

Rinmanns Grün



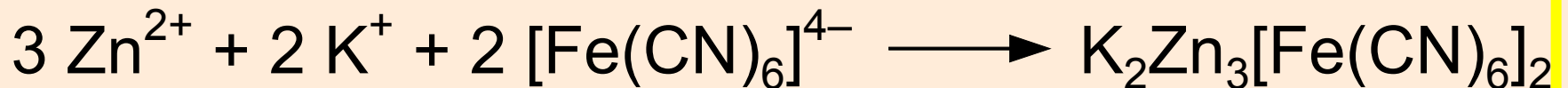
Störung: Schwermetallverbindungen die farbige Oxide bilden.

Thenards Blau (Aluminium)

Nachweise für Zink

Kaliumzinkhexacyanoferrat / Zinkhexacyanoferrat

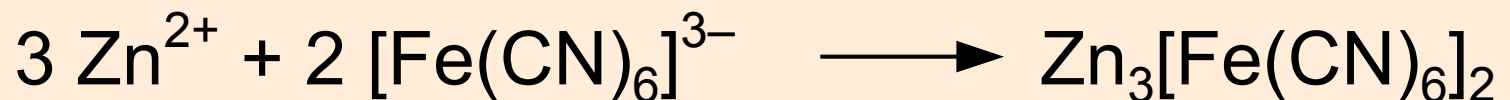
Mit gelbem Blutlaugensalz



schmutzigweiß , löslich in konz. HCl und 5 m NaOH

Störung: Metall-Dikationen, insbesondere Cd^{2+} , Mn^{2+}

Mit rotem Blutlaugensalz



braungelb, schwerlöslich in verdünnten Säuren