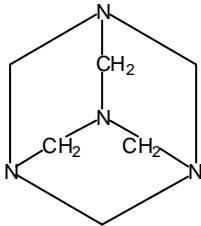


Urotropintrennungsgang der Ammoniumsulfid-Gruppe

Bevor mit dem Trennungsgang begonnen werden kann, muss störendes Phosphat abgetrennt werden. Dies geschieht durch Zusatz von Eisen(III). Zuvor muss jedoch auf Eisen geprüft worden sein!

Die Lösung ist, nach der Fällung der H₂S-Gruppe, HCl-sauer und wird nun mit Ammoniumcarbonat-Lösung (zuerst konzentrierte, dann verdünnte Lösung) versetzt, bis der Niederschlag bestehen bleibt. Mit möglichst wenig HCl_{verd.} wird der Niederschlag wieder in Lösung gebracht. Anschließend wird die Lösung aufgeköcht und mit 10%iger Urotropin-Lösung versetzt.



Urotropin (Hexamethylenetetraamin)
 $C_6H_{12}N_4 + 6H_2O \rightarrow 6HCHO + 4NH_3$

Beim Erhitzen zerfällt Urotropin zu Ammoniak und Formaldehyd. Dadurch kann ein pH-Wert von 6 eingestellt werden.

An dieser Stelle fallen die 3-wertigen Kationen Eisen(III), Chrom(III) und Aluminium(III) als schwerlösliche Hydroxide aus. Die übrigen Kationen bleiben in Lösung. Die noch heiße Lösung wird zentrifugiert.

Niederschlag:

Aluminium-, Chrom- und Eisenhydroxid werden in HCl_{konz.} gelöst, in einen Schütteltrichter gegeben und mit Ether ausgeschüttelt. Eisen(III) liegt als Chlorokomplex $[FeCl_4(H_2O)_2]^-$ vor und tritt in die etherische Phase über. Aluminium und Chrom verbleiben in der wässrigen Phase.

Nach dem Abtrennen der etherischen Phase wird diese mit HCl_{verd.} versetzt und anschließend der Ether abgedampft. In der HCl-sauren Lösung kann Eisen mit Thiocyanat nachgewiesen werden.

Die wässrige Lösung enthält noch Al³⁺ und Cr³⁺. Diese Lösung wird mit NaOH (30%) und H₂O₂ (3%) versetzt. Chrom wird zum Chromat oxidiert, Aluminium liegt als Tetrahydroxoaluminat vor. Chromat kann als Bariumchromat nachgewiesen werden. Aluminium wird mit Ammoniumchlorid als Aluminiumhydroxid ausgefällt und anschließend als Thenards Blau nachgewiesen.

Zentrifugat:

Das Zentrifugat enthält Ni²⁺, Co²⁺, Zn²⁺ und Mn²⁺, sowie die Ammoniumcarbonat- und lösliche Gruppe. Die Lösung wird mit Ammoniak alkalisch gemacht und mit Thioacetamid unter erwärmen versetzt. NiS, Ni₂S₃, CoS, Co₂S₃, ZNS und MnS fallen aus und werden abzentrifugiert.

Der Niederschlag wird mit Essigsäure versetzt. Dabei geht nur MnS in Lösung und wird abzentrifugiert und kann nachgewiesen werden.

Der verbleibende Niederschlag wird mit HCl_{verd} versetzt. ZnS löst sich und wird abzentrifugiert und nachgewiesen.

Der Niederschlag enthält nun noch Ni_2S_3 und Co_2S_3 . Lösen in $\text{HAc}/\text{H}_2\text{O}_2$ und parallel nachweisen.