

Solution + HCl

Filtrat du 1^{er} Gr + H₂S en milieu acide

Recherche de 25 cations

Pr
1^{er} Gr

Pr
2^e & 3^e Gr + (NH₄)₂S

Pb
Hg^I
Ag

Pr
2^e Gr

Hg^{II}
(Pb)
Bi
Cu
Cd

Filtrat
3^e Gr

As
Sb
Sn

Pr
4^e Gr

Fe
Mn
Cr
Al
Phosph. at.
Oxal. at.

Filtrat des 2^e et 3^e Gr + NH₄Cl + NH₃

Pr
5^e Gr

Co
Ni
Zn
(Mn)

Filtrat du 4^e Gr + (NH₄)₂S

Pr
6^e Gr

Ba
Sr
Ca

Filtrat du 5^e Gr + (NH₄)₂CO₃

Filtrat du 6^e Gr + Na₂CO₃

Pr
Mg

anions : Cl⁻ : K⁺ Na⁺ Li⁺ NH₄⁺

SEPARATION et IDENTIFICATION
des CATIONS du 1er GROUPE

Le pr du 1er groupe peut renfermer AgCl , PbCl_2 et Hg_2Cl_2 .
Filtrer. - Transporter le pr dans un certain volume d'eau distillée.
Porter à l'ébullition. - Filtrer à chaud.

Si le plomb est présent, il se manifeste, au cours du refroidissement du filtrat, par la formation d'aiguilles cristallines. (PbCl_2)

Confirmer la présence du plomb en ajoutant K_2CrO_4 à la solution chaude de PbCl_2 .

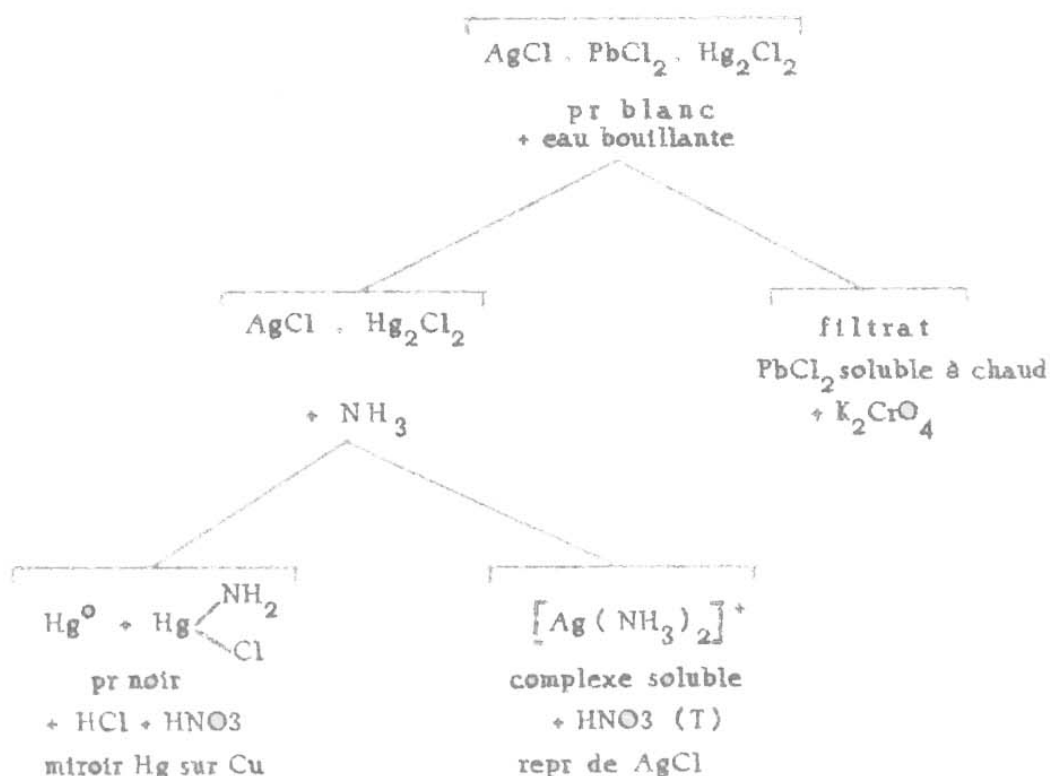
Pour éliminer totalement le plomb, il est indispensable de répéter le traitement du pr à l'eau bouillante.

Opérer la séparation de AgCl et de Hg_2Cl_2 par NH_3 qui provoque le complexage de AgCl et le disproportionnement de Hg_2Cl_2 ; ce dernier s'accuse par un noircissement. Filtrer.

Caractériser l'argent en ajoutant à une prise du filtrat HNO_3 (T). Il y a reprécipitation de AgCl .

Confirmer éventuellement la présence du mercure I en dissolvant le pr noir dans un minimum de HCl - 1,12 + HNO_3 - 1,4; évaporer l'excès des acides et observer la formation d'un miroir brillant de Hg sur une monnaie en cuivre préalablement décapée.

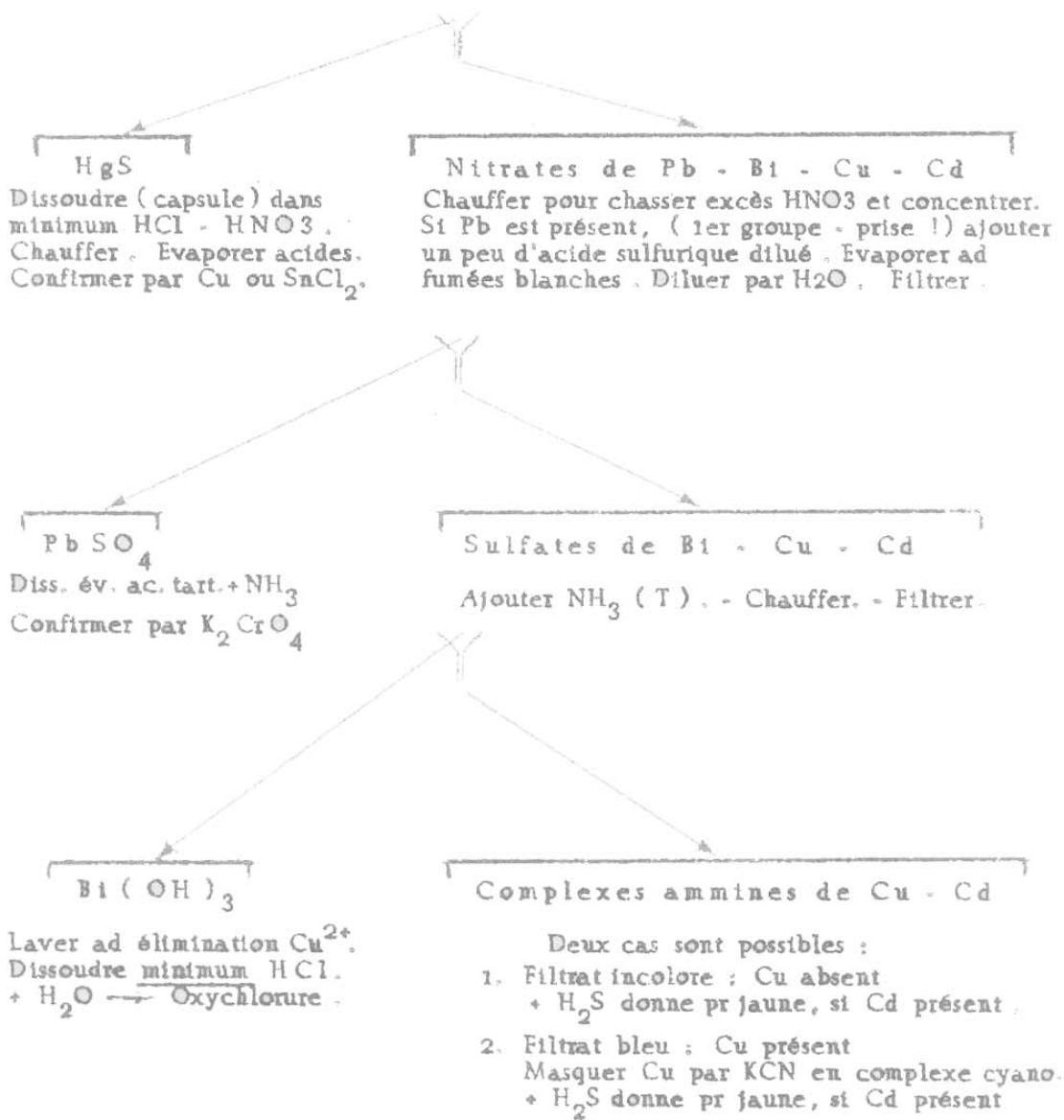
SCHEMA des TRAITEMENTS



SEPARATION et IDENTIFICATION
des CATIONS du 2^e GROUPE

Observer la couleur du pr. - Laver le pr avec de l'eau chaude, car, un résidu notable de HCl pourrait, associé à HNO₃ utilisé dans la suite, dissoudre HgS.

Délayer le pr dans une capsule avec de l'eau. Ajouter une faible quantité de HNO₃ - 1,4. - chauffer - L'usage trop généreux de HNO₃ transforme HgS en produit grisâtre. (Il pourrait également oxyder partiellement PbS en PbSO₄, lequel resterait mélangé à HgS). - Filtrer.



SEPARATION et IDENTIFICATION
des CATIONS du 3^e GROUPE

Les thioels, obtenus par la dissolution de As_2S_3 - Sb_2S_3 - SnS dans le sulfure d'ammonium jaune, sont dilués avec H_2O .

Reprécipiter par H_2SO_4 dilué (T). Chauffer sous la hotte. Laisser reposer. Filtrer. Laver pr. Jeter le filtrat. - Couleur du pr !

Le pr (év. séché entre papier - filtre) est traité dans une capsule par HCl - 1,19. Ebullition ad élimination H_2S . Filtrer.



Evaporer excès acide. Ajouter H_2O .
Opérer sur deux parties aliquotes !

1) Recherche de Sb

Faire l'essai à la Rhodamine B sur une plaque de porcelaine. Opérer en présence de 2 témoins.

2.) Recherche de Sn

Chauffer la solution avec deux clous de fer.
Faire agir le fer à chaud pendant env. 5 minutes.
Filtrer. Ajouter au filtrat froid $HgCl_2$. Confirmer la nature du pr blanc éventuel par NH_3 (calomel !)

Le fer a un double rôle. D'un côté, il sépare Sb sous forme d'un dépôt noir adhérent qui se sépare en partie par agitation. D'un autre côté, il réduit $Sn IV$ à l'état de $Sn II$.

SEPARATION et IDENTIFICATION
des CATIONS des 4^e et 5^e GROUPES REUNIS

La pr de ces cations a été obtenue par l'acton successive de NH_4Cl , qui inhibe la pr de Mg, de NH_3 et de $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.

Chauffer doucement et filtrer à chaud. Le filtrat est éventuellement jaune à cause de $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ en excès.

Si le filtrat est brun-noir, une partie de NiS a traversé le filtre à l'état colloidal. Dans ce cas, aciduler le filtrat par l'acide acétique (T) et porter à l'ébullition pendant 5 minutes. Ajouter év. une pierre poreuse et quelques morceaux de papier à filtrer. Laisser refroidir. Filtrer.

Si le filtrat est violacé, Cr est présent sous forme de complexe hexammine; dans ce cas décomplexer par ébullition.

Remarquer la couleur du pr après l'addition de NH_3 et après l'addition de $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.

Arroser le pr dans une capsule par une qu. s. de $\text{HCl} - 2n$ à froid. Agiter pendant cinq minutes ad élimination du gaz sulfhydrique. Ce traitement permet de séparer Co - Ni des cinq autres cations, qui se dissolvent dans HCl . Filtrer.

Traitement du pr $\text{CoS} - \text{NiS}$. Dissoudre dans un minimum de mélange $\text{HCl} - 1,12$ et $\text{HNO}_3 - 1,3$. Chasser l'excès des acides par évaporation (hotte!). Reprendre le résidu par un peu d'eau. Caractériser les deux cations sur deux parties aliquotes de cette solution :
I Co par le thiocyanate,
II Ni par la diméthylglyoxime.

Traitement du filtrat renfermant les chlorures de Fe II, de Mn, de Al, de Cr, de Zn. - Neutraliser partiellement par du Na_2CO_3 solide. Ajouter ensuite NaOH dissous et une pincée de Na_2O_2 granulé. Chauffer doucement. Filtrer. Remarquer la couleur du pr et du filtrat.

Traitement du pr $\text{Fe}(\text{OH})_3 - \text{MnO}_2$. - On caractérise Fe et Mn sur deux parties aliquotes du pr sans opérer une séparation.

Fe: Dissoudre la partie I dans un peu de HCl . Chauffer. Une odeur de Cl_2 indique la présence de Mn. Ajouter KSCN .

Mn: Traiter la partie II par $\text{PbO}_2 + \text{HNO}_3$. Ebullition pendant quelques minutes. Laisser déposer.

Traitement du filtrat alcalin renfermant év. Cr à l'état de chromate, Al et Zn à l'état de complexes hydroxo.

Si Cr est présent, la solution est jaune. Confirmer la présence de Cr sur une prise, soit par la réaction $\text{H}_2\text{SO}_4 - \text{Ether} - \text{H}_2\text{O}_2$, soit par le test à la diphenyl-carbazide.

Caractérisation de Al et de Zn:

Al: Ajouter une pincée de NH_4Cl solide. Ebullition ad forte odeur ammoniacale. Al doit pr sous forme de $\text{Al}(\text{OH})_3$. Laisser refroidir. Filtrer. Dissoudre dans un minimum de $\text{HCl} - 2n$. Tamponner par l'acétate de sodium. Faire l'essai à l'ériochromcyanine sur une plaque de porcelaine.

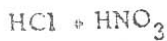
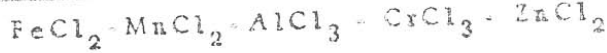
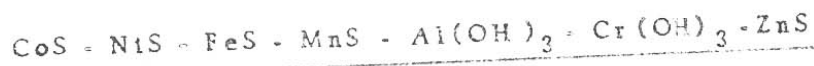
Zn: 1^{er} cas. Cr est présent.

Le filtrat ammoniacal est porté à l'ébullition pendant 3 minutes. Ajouter de l'acide acétique (T), puis le chlorure de Ba. Attendre le dépôt du pr. Filtrer. Traiter le filtrat acétique par H_2S . Décanter. Dissoudre ZnS par H_2SO_4 dilué à chaud et confirmer par la diéthyl-aniline.

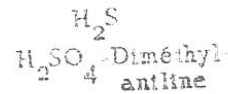
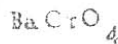
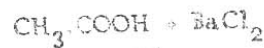
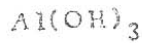
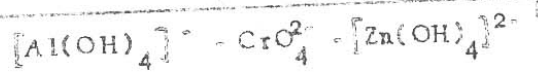
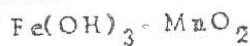
2^e cas. Cr n'est pas présent.

Neutraliser le filtrat ammoniacal par $\text{CH}_3. \text{COOH}$ et saturer par H_2S .

SCHEMA de la SEPARATION
des CATIONS des 4^e et 5^e GROUPES REUNIS



Thiocyanate
Diméthylglyoxime



SEPARATION et IDENTIFICATION
des CATIONS du 6^e GROUPE

Le pr du 6^e groupe peut renfermer $BaCO_3$ - $SrCO_3$ - $CaCO_3$.

Essai préliminaire : Une prise d'essai du pr est traitée avec de l'eau à laquelle on ajoute de l'acide acétique ad dissolution. Faire agir une solution de sulfate de calcium :

- Si pr immédiate Ba est présent !
- Si pr plus ou moins lente ... Ba est absent, Sr est présent !
- Si pas de pr Ba et Sr sont absents !

* Coloration de la flamme : On dissout un peu de pr dans HCl-1, 12 et on observe la coloration de la flamme à l'aide d'un fil de Pt.

* Recherche du calcium dans le pr global : On dissout un peu de pr dans un minimum de HCl-2n et on effectue la réaction du glyoxal-2-hydroxy-anil (voir cation 7).

Si il y a lieu d'opérer une séparation impeccable, dissoudre le pr dans un minimum d'acide acétique. Ebullition. Ajouter du dichromate acétique (tamponné !). Laisser refroidir. Filtrer.

