تجربة 5/ تقدير الرصاص على شكل كرومات الرصاص (الترسيب من محاليل متجانسة)

الترسيب من محاليل متجانسة : هو الترسيب الذي يتم بدون اضافة العامل المرسب انما يتولد ببطئ نتيجة لتفاعل كيميائي متوازن . فائدته :

1- تجنب حصول مراكز فوق اشباع موضعية او مراكز pH موضعية عالية

2-الراسب الناتج يكون اقل تلوثا .

3- السيطرة على سرعة الترسيب للحصول على راسب ذو مواصفات جيدة .

من امثلة بعض العوامل المرسبة وكيفية توليدها هي :

1- التحلل المائي لليوريا لتوليد الامونيا كعامل مرسب

$$CO(NH_2)_2 + H_2O \longrightarrow 2NH_3 + CO_2$$

ويكون توليد الامونيا سريعا في درجة حرارة 90- 95 م° بينما يكون بطئ بدرجة حرارة المختبر . ان وجود بعض الانيونات مثل السكسينات والفورمات او الاوكزالات تؤدي للحصول على راسب كثيف من هيدروكسيد الالمنيوم بالتحلل المائي لليوريا .

2- التحلل المائي للداي اثيل او الداي مثيل اوكزالات لتوليد الاوكزالات كعامل مرسب للكالسيوم .

$$C_2H_5)_2\ C_2O_4 + 2H_2O \rightleftharpoons 2C_2H_5OH + 2H^+ + 2C_2O_4^{-2})$$

وتستخدم اليوريا لغرض رفع pH المحلول يحوي ايون $HC_2O_4^-$

$$CO(NH_2)_2 + 2HC_2O_4^- + H_2O \rightleftharpoons 2NH^+_4 + CO_2 + 2C_2O_4^{-2}$$

3- التحلل المائي لحامض السلفاميك لتوليد الكبريتات .

$$NH_2SO_3H + H_2O \rightleftharpoons NH_4^+ + H^+ + SO^{-2}_4$$

كما يمكن توليد الكبريتات من التحلل المائي للداي مثيل او الداي اثيل كبريتات :

$$CH_3)_2SO_4 + 2H_2O \rightleftharpoons 2CH_3OH + 2H^+\ SO^{-2}_4)$$

4- الاكسدة البطيئة للكروم الثلاثي باستخدام برومات البوتاسيوم كعامل مؤكسد لتوليد الكرومات كعامل مرسب للرصاص .

$$^+2Cr^{+3} + BrO_3^- + 5\ H_2O \rightleftharpoons 2\ CrO_4^{+2} + Br^- + 10\ H$$

الجزء العملي

تعتمد الطريقة على التوليد المتجانس لايون الكرومات كعامل مرسب للرصاص عند الاكسدة البطيئة للكروم الثلاثي باستخدام برومات البوتاسيوم كعامل مؤكسد عند درجة حرارة 90 -95 م° كما في المعادلات

$$^{+}2Cr^{+3} + BrO_3^{-} + 5\ H_2O \longrightarrow 2\ CrO_4^{+2} + Br^{-} + 10\ H$$

$$BrO_3^{-} + 5\ Br^{-} + 6H^{+} \longrightarrow 3\ Br_2 + 3H_2O$$

$Pb^{+2} + CrO_4^{-2} \longrightarrow PbCrO_4$ معادلة الترسيب

سبب اضافة القاعدة NaOH لغرض معادلة المحلول لحين ظهور التعكر ولايجب اضافة زيادة من القاعدة لتجنب ترسيب الرصاص على هيئة هيدروكسيدات .

سبب اضافة المحلول المنظم هو للسيطرة على pH المحلول عند قيمة 5. ثم يتولد العامل المرسب نتيجة لتفاعل كيميائي كما في المعادلات السابقة . ويتحد مع ايونات ارصاص مكونة راسب كرومات الرصاص .

محلول الغسل المستخدم هو حامض النتريك المخفف للتخلص من الايونات الغريبة . ثم يجفف الراسب بدرجة حرارة 120 م° ثم يوزن باستخدام ميزان حساس . الصيغة الترسيبية والصيغة الوزنية هي $PbCrO_4$.

الحسابات

$$\text{النسبة المئوية للرصاص في النموذج} = \frac{\text{وزن كرومات الرصاص} \times \text{المعامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}} \times 100$$

$$\text{المعامل الوزني} = \frac{\text{وزن الصيغة للرصاص}}{\text{وزن صيغة كرومات الرصاص}}$$

طريقة العمل :

1- زن بدقة حوالي (0,15) غم من ملح نترات الرصاص وانقله نقلا كميا الى بيكر ثم اذبه في نحو(100) مل من الماء المقطر .

2- يعادل المحلول باضافة قطرات من هيدروكسيد الصوديوم المخفف . توقف الاضافة عند بدء ظهور الراسب .

3- يضاف(2,5) مل من محلول الخلات المنظم .

4- يضاف (10) مل من محلول نترات الكروم ثم يتبعها اضافة (10) مل من محلول برومات البوتاسيوم .

5- يسخن المزيج الى 90-95 مْ لمدة نصف ساعة .

6- بعد تبريد المحلول يرشح بأستخدام ورق ترشيح اعتيادي موزون مسبقا .

7- يغسل الراسب ب 20 مل من حامض النتريك المخفف .

8- يجفف الراسب بدرجة 120 مْ ثم يوزن باستخدام الميزان التحليلي الحساس .