

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 :

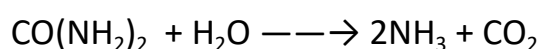
1- تجنب حصول مراكز فوق اشباع موضعية او مراكز pH موضعية عالية

2-الراسب الناتج يكون اقل تلوثا .

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

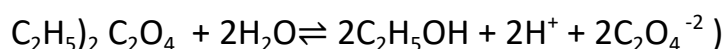
من امثلة بعض العوامل المرسبة وكيفية توليدها هي :

1- التحلل المائي لليوريا لتوليد الامونيا كعامل مرسب

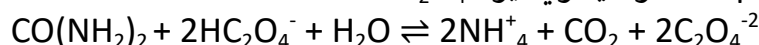


ويكون توليد الامونيا سريعا في درجة حرارة 90- 95 م° بينما يكون بطئ بدرجة حرارة المختبر . ان وجود بعض الانيونات مثل السكسينات والفورمات او الاوكزالات تؤدي للحصول على راسب كثيف من هيدروكسيد الالمنيوم بالتحلل المائي لليوريا .

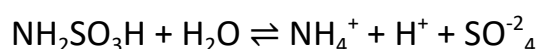
2- التحلل المائي للداي اثيل او الداي مثيل او كزالات لتوليد الاوكزالات كعامل مرسب للكالسيوم .



وتستخدم اليوريا لغرض رفع pH المحلول يحوي ايون HC_2O_4^-



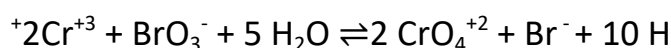
3- التحلل المائي لحامض السلفاميك لتوليد الكبريتات .



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

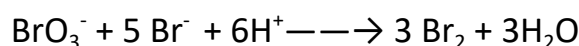
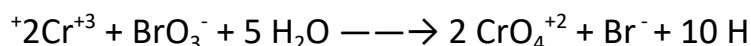


4- الاكسدة البطيئة للكروم الثلاثي باستخدام برومات البوتاسيوم كعامل مؤكسد لتوليد الكرومات كعامل مرسب للرصاص .



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



سبب اضافة القاعدة NaOH لغرض معادلة المحلول لحين ظهور التعكر ولا يجب 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 الرصاص 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

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

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

طريقة العمل :

1- زن بدقة حوالي (0,15) غم من ملح نترات الرصاص وانقله نقلا كيميا 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 الخل المنظم .

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

- 5- يسخن المزيج الى 90-95 م° 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 م° ثم يوزن باستخدام الميزان التحليلي الحساس .