مجلة جامعة تشرين للدراسات والبحوث العلمية
المجلد ٥ ـ العدد ١ من ١٠١ إلى ١٠٦

جمادى الأولى ١٤٠١هـ
آذار ١٩٨٢م

تطبيقات تحليلية متضمنة أيون اليوديد تقدير الثوريوم . السلينيوم والتلوريوم وتحليل مخاليطها

د . مالك عقدة
كلية العلوم

◆◆◆

ابتكرت طريقة سريعة دقيقة واختيارية جداً لتقدير الثوريوم مبنية على فصله كفوق يودات ثم تقدير ما لم يتفاعل من المرسب بعد اضافة مزيد من أيون اليوديد الى الرشيح بالمعايرة الكمونية لما لم يتفاعل من أيون اليوديد بوساطة الزئبق الثنائي وقد أمكن بمساعدتها تحليل مخاليط ثنائية وثلاثية بنجاح مع الميزة الكبيرة وهي تقدير محتويات جميع المخاليط أنياً استخدمت طريقة المعايرة العكسية للأيون اليوديد كذلك لتقدير كل من السيلينيوم والتلوريوم الرباعي ولتحليل مخلوطهما بالدقة المطلوبة .

طريقة التجربة :

١ ـ **تقدير الثوريوم** : حجوم متناسبة من الثوريوم (3 – 10ml) في بيشر سعة ml؛' يضاف زيادة معلومة من محلول قياسي من فوق اليودات (6 – 13ml) ، يفصل $Th(IO_4)_4$ بواسطة ورقة ترشيح نموذج NO. 42 ثم يعاير فوق اليودات الحر وذلك بإضافة محلول أيون اليوديد القياسي (6ml) ثم يعاير بالمعايرة العكسية أيون اليوديد الزائد مع الزئبق الثنائي باستخدام قطب الفضة الملغم لتقدير :

ml Iodid ≡ unconsumed periodate ml Periodate ≡ Th

٢ ـ **تقدير الثوريوم في مخاليط ثنائية** : يعالج (3 – 4ml) من المخلوط مع (6 – 8ml) من فوق اليودات نفصل $Th(IO_4)_4$ ، نضيف زيادة من محلول أيون اليوديد و 6ml من محلول الكومبلكسون III . نعاير الزيادة من أيون اليوديد مع الزئبق الثنائي لحساب كمية الفوق يودات المكافئة للثوريوم :

ml Periodate ≡ Th

وبعد انتهاء نقطة النهاية مباشرة نضيف 10ml من الهكسامين 10% وتستمر بالمعايرة مع الزئبق الثنائي بوساطة الكومبلكسون III حتى نقطة النهاية وذلك باستخدام القطب السابق وذلك للحصول على ما يلي

ml EDTA ≡ other cation

٣ ـ تقدير الثوريوم في المخاليط الثلاثية : نضيف الثوريوم كما في الخطوة السابقة ومجموع La + Sc أو La + Y أو Sc + Y تقدر كما في الخطوة السابقة ونحجب اللانثانيوم (demask La) بواسطة أيون الفلور أو نحجب السكانديوم بواسطة ايون الطرطرات ونعاير الكومبلكسون III المكافىء للانتانيوم أو السكانديوم مع الزئبق الثنائي

Compute EDTA ≡ Third component by difference

٤ ـ تقدير السلينيوم : نضيف 3 – 7 ml من محلول السلينيت (Selenite Soln) الى كمية معلومة وزائد من أيون اليوديد (6 – 10ml) ثم نضيف 4ml من حمض H_2SO_4 المركز ونعاير أيون اليوديد الزائد بالمعايرة العكسية مع الزئبق الثنائي .

٥ ـ تقدير التلوريوم : نضيف 3 – 7ml من محلول التلوريوم الى كمية معلومة وزائدة من أيون اليوديد 6 – 10ml ثم 4ml من H_2SO_4 المركز ونعاير الزيادة من أيون اليوديد بالمعايرة العكسية بوساطة الزئبق الثنائي .

٦ ـ تقدير السلينيوم والتلوريوم في مخاليط ثنائية : نقدر الكمية الكلية للسلينيوم والتلوريوم كما في الطريقتين السابقتين ـ ونضيف الى حجوم أخرى مماثلة لتقادير السابقة 1 – 2g من KI و 4ml من حمض كلور الماء المركز وكمية قليلة من بيكر بونات الصوديوم الصلبة حتى يصبح المحلول متعادل ونعاير اليود المنطلق المكافىء للسلينيوم .

$I_2 \equiv Se$

نجري عملية الشاهد لتعيين المولاريتي لـ KI المستخدم في تعيين Se و Te

الجدول (1) بين نتائج تقدير الثوريوم ، السلينيوم والتلوريوم لوحدها في وجود مجاميع مختلفة من الشوارد . وتشير الى أن نسبة 7 – 58mg من الثوريوم و 3–52mg من السلينيوم و 4 – 62mg من التلوريوم ممكن تقديرها بدقة عالية بهذه الطريقة الجديدة من نوعها .

النتائج والمناقشة

كذلك وضح من منحنيات المعايرة ان نقطة النهاية تتميز بقفزة حادة تقع بين 270 – 450 mV per 0.1ml .

جدول [1] تقدير الثوريوم ، السلينيوم والتلوريوم

No.	mg		Error	mV / 0.1 ml
	Taken	Found	+ %	Titrant
1	58.70 Th	58.70	0.00	300
2	23.20	23.20	0.00	301
4	52.29 Se	52.29	0.26	356
5	22.41	22.44	0.01	329
6	62.58 Te	62.70	0.19	449
7	7.62	7.62	0.00	293

ونتائج تحاليل المخاليط الثنائية والثلاثية في جدول (2) و (3) والتي توضح من الطرق السابقة التي ذكرت ان النتائج كانت مشرقة للغاية وأمكن تقدير بنفس الوقت المخاليط الثنائية والثلاثية وهذه طريقة جديدة في طرق التقدير الكموني .

جدول (2) تحليل المخاليط الثنائية

(mg)		(mg)	
Taken	Found	Taken	Found
46.96 Th	47.04	18.15 La	18.25
35.22	35.22	14.52	14.68
46.96	46.99	5.35 Sc	5.45
29.35	29.47	4.28	4.33
46.96	47.10	12.85 Y	13.10
17.61	17.61	7.71	7.80
10.43 Te	10.43	7.47 Se	7.44
10.43	10.47	14.94	14.90

جدول (3) تحاليل المخاليط الثلاثية

(mg)		(mg)	
Taken	Found	Taken	Found
29.35 Th	29.35	1.28 La	11.04
17.61	17.54	10.28	11.07
29.35	29.45	7.71 Y	7.80
17.61	17.54	12.85	13.10
4.28 Sc	4.32	23.48 Th	23.56
5.45	5.45	29.35	29.45

يلاحظ في غياب الكومبلكسونIII أن قفزة الجهد قرب نقطة النهاية تكون حوالي 400 mV . ويلاحظ ايضاً ان تفاعل السلنيت ـ يوديد ذو قيمة عالية نسبياً للوغاريتم k = 13.87 لأجل تفاعل الأكسدة والأرجاع .

$$H_2SeO_3 + 4I^- + 4H^+ \Leftrightarrow Se + 2I_2 + 3H_2O$$

وهذه الطريقة الكمونية هي من أفضل الطرق لتقدير هذه العناصر التي قدرت لأول مرة بهذه الطريقة .