

تحضير الكاشف العضوي ٢ {٤،٢ ثنائي مثيل فنيل (ازو -٥،٤- ثنائي فنيل اميدازول ازو واستخدامه في التقدير الطيفي لايون النيكل II.

عبد الله محمد علي مثنى صالح مشكور محمد خيون كحلول
جامعة الكوفة/ كلية التربية للبنات جامعة الكوفة/ كلية العلوم جامعة الكوفة/ كلية العلوم

الخلاصة

تضمن البحث تحضير الكاشف العضوي الجديد ٢ {٤،٢ ثنائي مثيل فنيل (ازو -٥،٤- ثنائي فنيل اميدازول ازو (DMPAI) في التقدير الطيفي لايون النيكل II والذي تم تشخيصه بواسطة تقنية F.T.I.R و Uv. Vis واستخدامه في تقدير كميات مايكروغرامية من ايون النيكل بطريقة تحليلية طيفية سهلة و سريعة و حساسة .

حضر المعقد من تفاعل الكاشف العضوي مع ايون النيكل عند اس هيدروجيني يساوي ٤ وبنسبة ١:٢ من الايون المركزي الى الكاشف العضوي عند الطول الموجي الاعظم ٤٨٣ نانوميتر ومعامل الامتصاص المولاري $1995.8 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ووجد ان التراكيز التي تطاوع قانون بيرلامبرت مساوية الى (0.25 – 3) جزء بالمليون وبلغت قيمة ثابت الإستقرارية للمعقد التكون $1.4 \times 10^7 \text{ L}^2.\text{mole}^2$ كما تم تحديد قيم R.S.D% ,Erel% ,Re% وهي -1.23, 98.77, 1.6 على التوالي كما استعملت بعض العوامل لحجب الأيونات المتداخلة و طبقت الطريقة الطيفية لقياس النيكل في إحدى حشوات الأسنان .

المقدمة

تقدير الكميات القليلة والقليلة جداً من النيكل أصبحت كثيرة الأهمية في مختلف المجالات مثل البيئة والمستحضرات الصيدلانية والكيمياء الحياتية^(١) ، إضافة إلى وجوده في الحيوانات والطعام والشراب^(٢) ، لذلك إزداد عمل العاملون في إستحداث وإكتشاف العديد من الطرق والكواشف في تقدير النيكل منذ إكتشافه في سنة ١٧٥١م^(٣) فقد قام محمد وجماعته^(٤) بتقدير النيكل بالتسحيح المجهادي مع EDTA بإستخدام قطب إنتقائي وبمدى تركيز^(٥) ($10^{-1} - 10^{-٧}$) مولاري كما قام Liu وجماعته^(٥) بإستخدام الكاشف 2-(6-methyl benzothiozoyl azo) 5-diethyl amino phenol في تقدير النيكل وبمدى تركيز 0.04 – 2.8 جزء بالمليون وبعده كشف 0.01 جزء بالمليون .

كما تمكن Kumar وجماعته^(٦) في تقدير النيكل في سبائك مختلفة باستعمال الكاشف

Salicyl aldehyde -3- oxo butanoyl hydrazone عند طول موجي ٤٠٥ nm وبمعامل امتصاص مولاري $3,025 \times 10^4$ لتر . مول^{-١} . سم^{-١} وبمدى تركيز ٠,٠١٧ – ٠,١١٧ جزء بالمليون .

في هذا البحث تم تحضير الكاشف العضوي الجديد ٢ {٤،٢ ثنائي مثيل فنيل (ازو -٥،٤- ثنائي فنيل اميدازول ازو واستخدامه في تقدير كميات صغيرة جدا من ايون النيكل الثنائي في المحاليل المائية وكانت الطريقة الطيفية حساسة وسريعة وسهلة وعند درجة حرارة الغرفة .

الجزء العملي

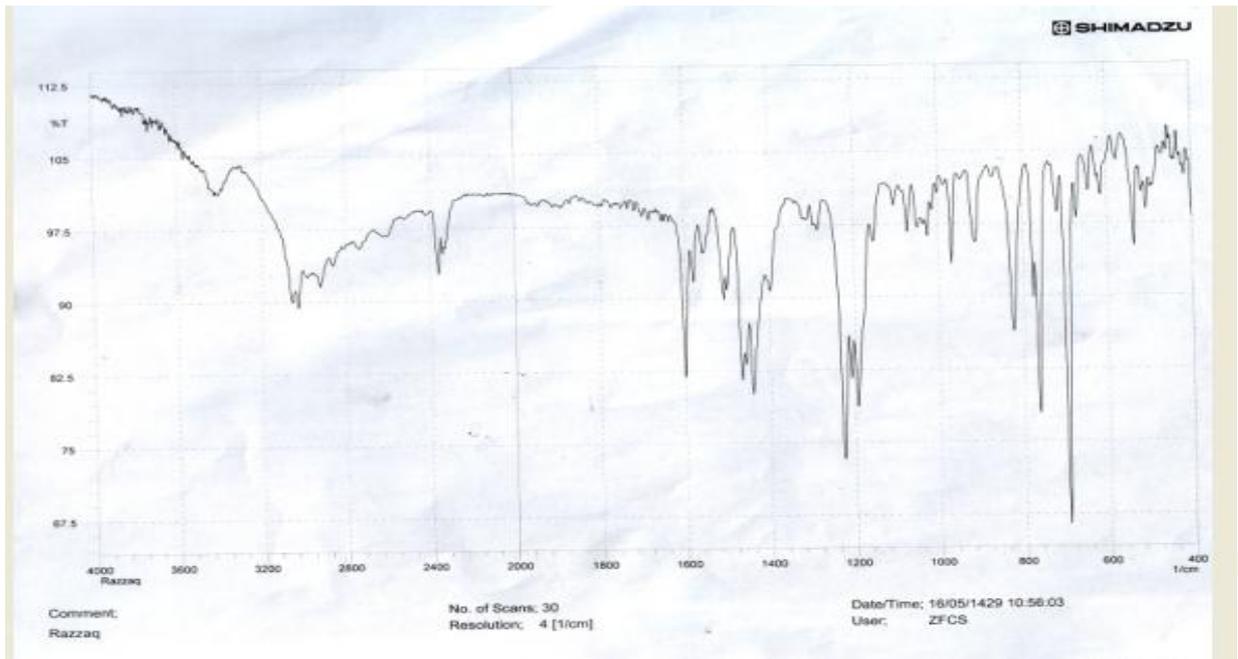
الاجهزة الكيميائية

1-F.T.I.R 8400 S Shimadzu

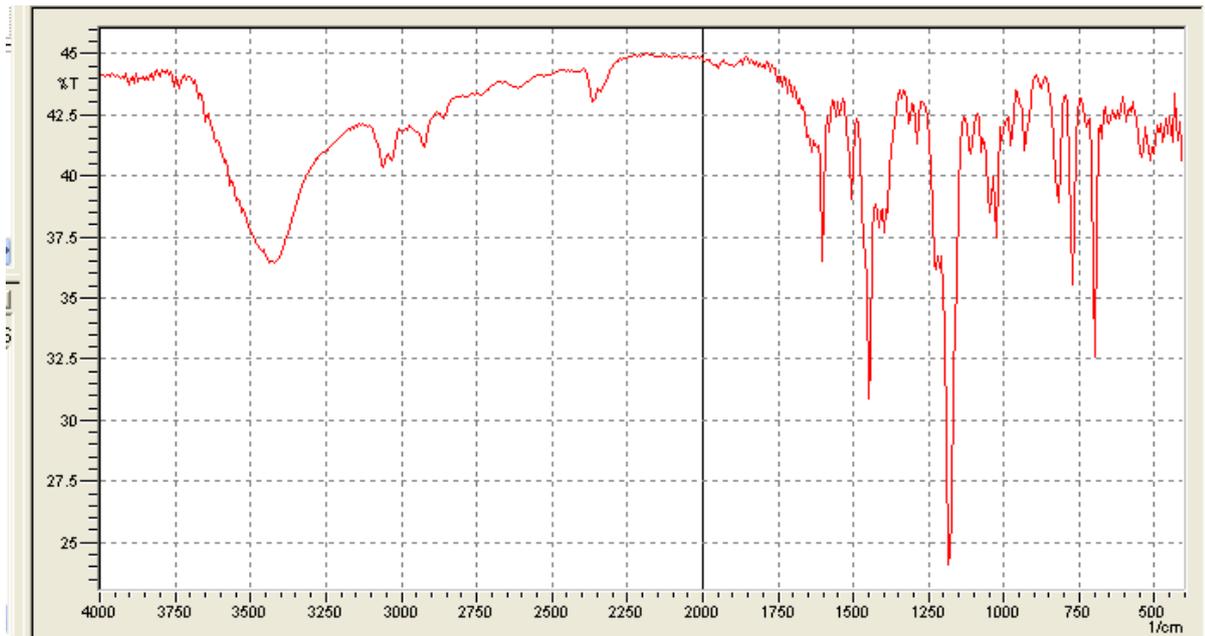
وقد تم استخدام قرص KBr عند العمل

2-Uv. Visible spectrophotometric 1650 pc

3- spectrophotometric DT 303



شكل (١) طيف الاشعة تحت الحمراء للكاشف

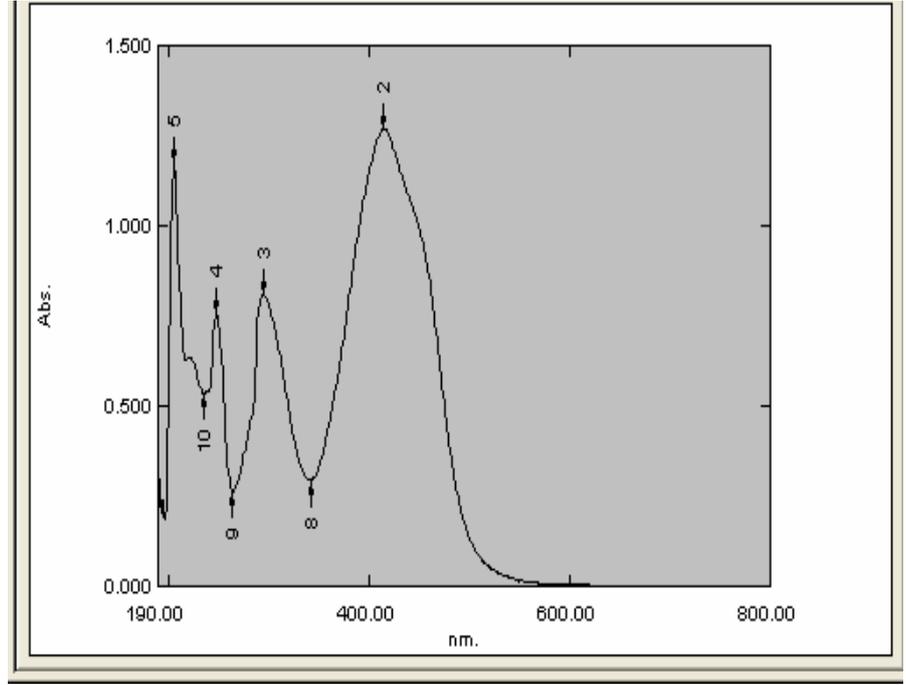


الشكل (٢) طيف امتصاص الاشعة تحت الحمراء للمعقد

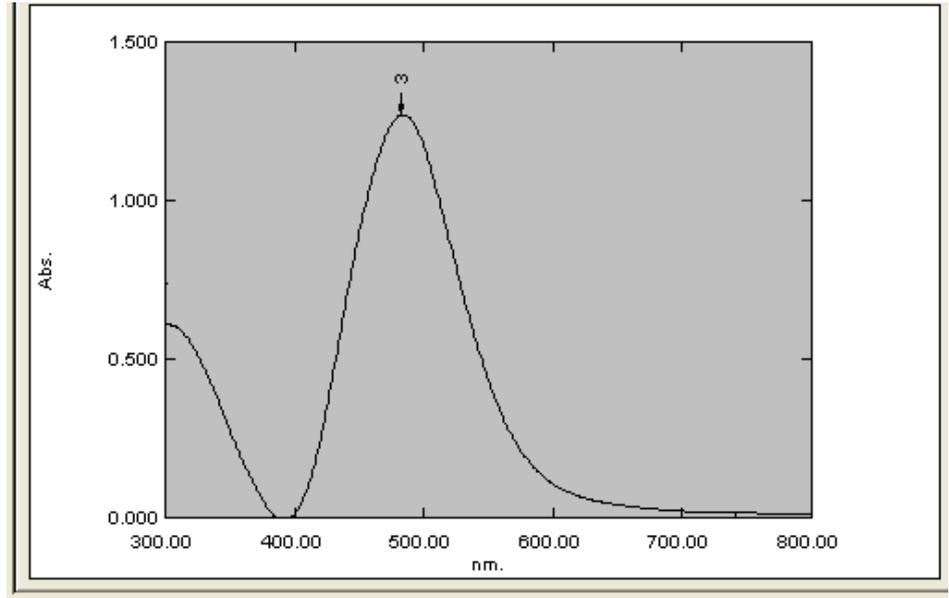
٢- دراسة تفاعلات النيكل مع الكاشف

أ-أطياف الإمتصاص

يبين الشكل (٣) طيف إمتصاص الكاشف في المنطقة المرئية وما فوق البنفسجية والذي أظهر محلوله قيمة إمتصاص عظمى عند ٤١٥ نانومتر والتي تشير إلى إنتقالات π الى π^* بينما الشكل (٤) يمثل طيف إمتصاص المعقد في المنطقة المرئية وما فوق البنفسجية والذي أظهر قيمة إمتصاص عظمى عند ٤٨٣



شكل (٣) طيف إمتصاص الكاشف في المنطقة المرئية وما فوق البنفسجية



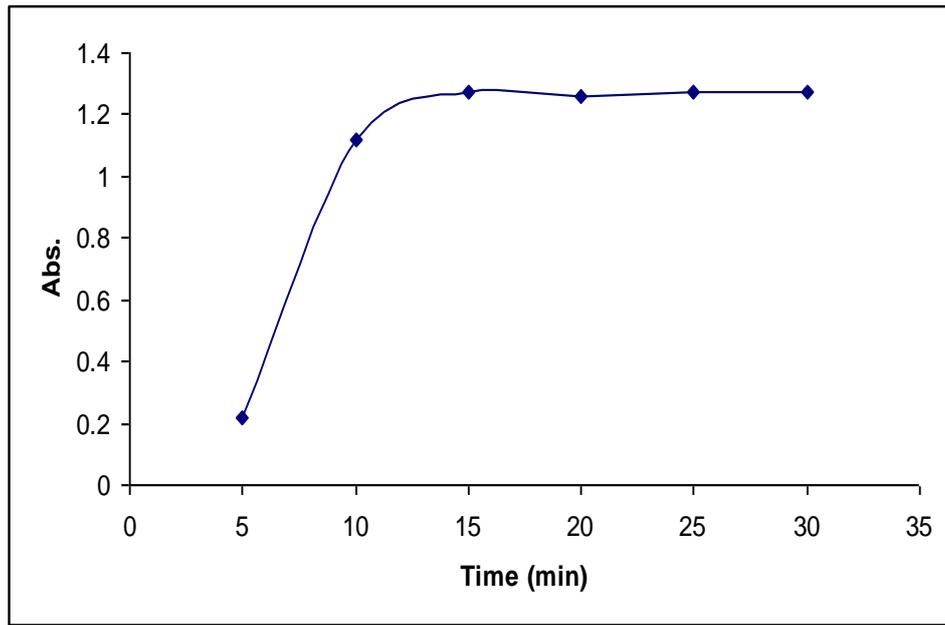
شكل (٤) طيف امتصاص للمعدن في المنطقة المرئية وما فوق البنفسجية

ب- الحجم الأفضل للكاشف

عند أخذ حجومات تراوحت بين (٥,٠-٤) مل من الكاشف ذو التركيز (1×10^{-3}) إلى (١) مل من ايون النيكل ذو التركيز ١٠ جزء بالمليون، تبين أن ٣ مل هو أفضل حجم .

ج- تأثير الفترة الزمنية

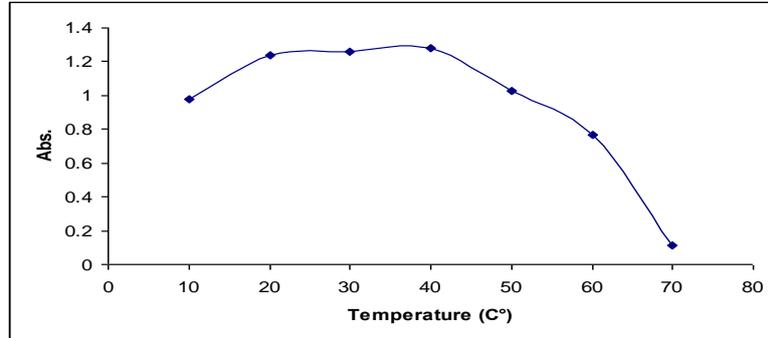
يبين الشكل (٥) ان الزمن اللازم لاكمال التفاعل هو ١٥ دقيقة وان المعقد مستقر الى فترة ٢٤ ساعة مما يدل على ثبوتية المعقد.



شكل (٥) تأثير الفترة الزمنية على المعقد

د-تأثير درجة الحرارة

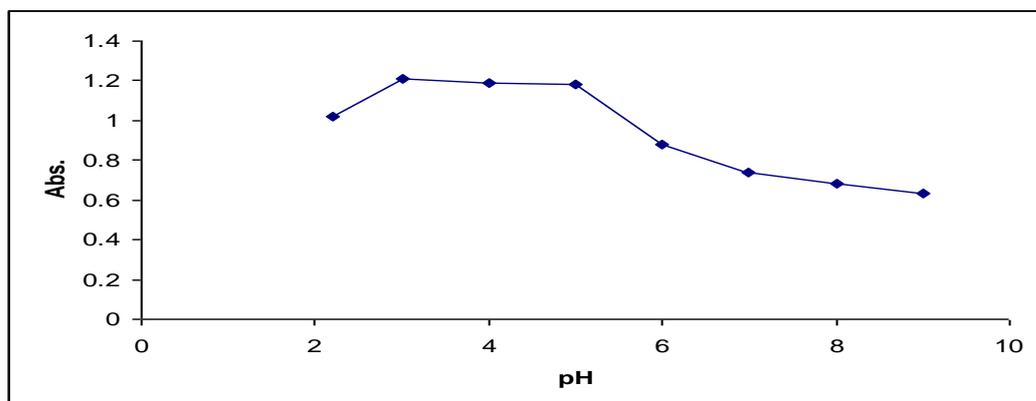
اظهر الشكل (٦) بان افضل درجة حرارية لتكوين المعقد تكون ما بين ٢٠ - ٤٠ اما بعد ٤٠ فان المعقد يكون في حالة تفكك.



شكل (٦) تأثير درجة الحرارة على المعقد

ه- تأثير الدالة الحامضية

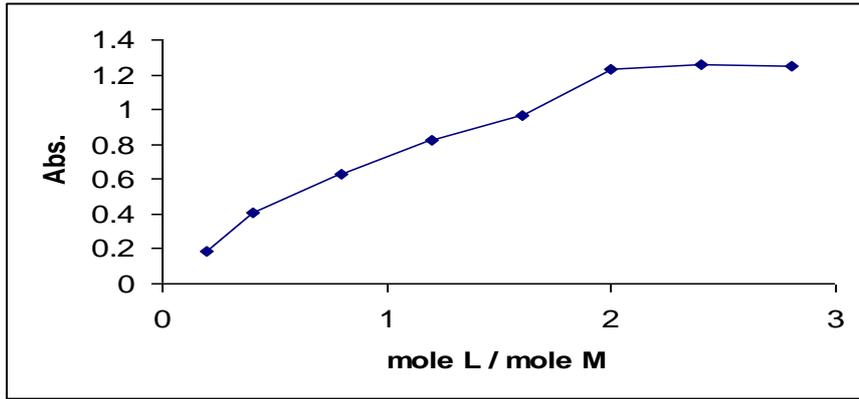
يبين الشكل (٧) بان افضل دالة حامضية لتكوين المعقد عند مدى (٥ - ٣) اما قبل ٣ فان ايون الاوكزنيوم ينافس ايون النيكل مع الكاشف لذلك يحصل انخفاض في قيمة الامتصاص اما بعد ٥ فتحصل ايضا انخفاض في قيمة الامتصاصية وذلك بسبب تكوين هيدروكسيد النيكل .



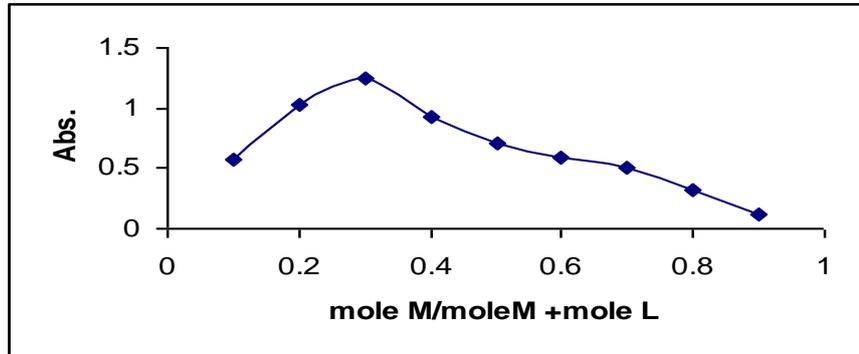
(٧) تأثير الدالة الحامضية على المعقد

تحديد نسبة الفلز الى الكاشف^(٩)

يبين الشكل (٨) و (٩) طريقتي النسبة المولية والتغيرات المستمرة لمعقد النيكل ، اذ يستنتج في هذين الشكلين ان نسبة الفلز الى الكاشف هي ٢:١ عند دالة حامضية = ٤ وتم حساب ثابت الاستقرارية للمعقد ووجد بانه $1,4 \times 10^2$ لتر^٢ مول^{-٢} مما يدل على استقرارية المعقد .



شكل (٨) طريقة النسبة المولية لمعقد النيكل عند الدالة الحامضية=٤

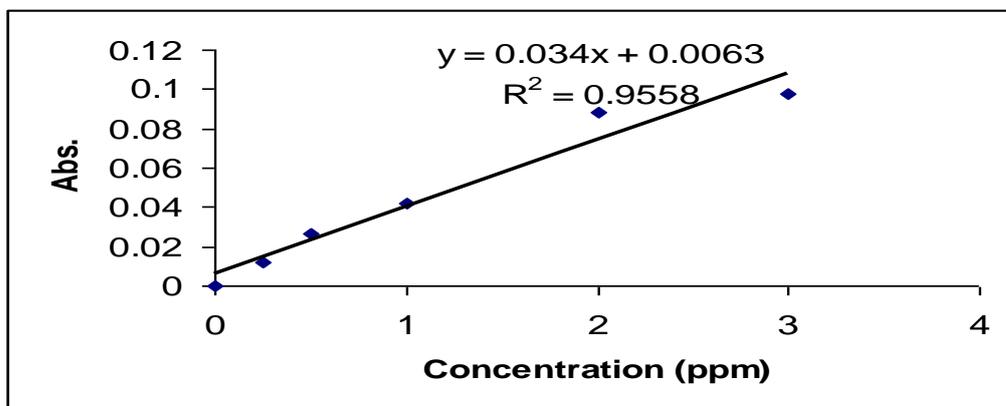


شكل (٩) طريقة التغيرات المستمرة لمعقد النيكل عند الدالة الحامضية=٤

الخواص التحليلية

أ- منحنى المعايرة

يظهر الشكل (١٠) مطاوئته لقانون بيرلتر اكرز بين (٣ - ٠,٢٥) جزء بالمليون من محلول النيكل مع الكاشف عند ٤٨٣ نانومتر وبمعامل ارتباط ٠,٩٥٥٦ و بحد كشف ٠,٢١ جزء بالمليون وبمعامل امتصاص مولاري ١٩٩٥,٨ لتر . مول^{-١} . سم^{-١}



شكل (١٠) منحني معايرة لمعقد النيكل

ب-الدقة والضبط

من خلال قيم الانحراف القياسي المئوي ونسبة الاستيعادية و الخطأ النسبي المبينة في الجدول (١) تبين بان الطريقة ذات دقة وضبط جيدين

1.6	R. S. D%
98.77	Re.%
-1.23	Erel%

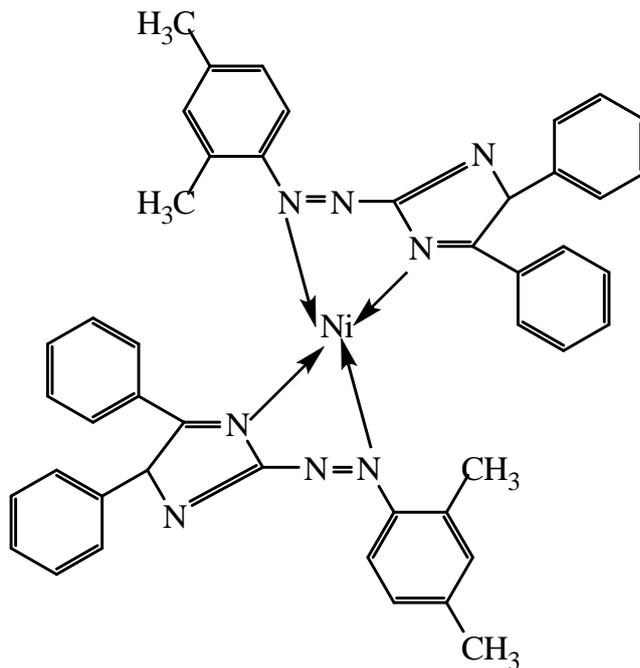
الحجب (١١،١٠)

تم استخدام مجموعة من عوامل الحجب و هي كالآتي:

(oxalic acid , sodium fluoride , ascorbic acid , citric acid , tartaric acid , 1.10 – phenanthrolin , sulfosalicylic acid)

وقد تبين أن oxalic acid , citric acid , 1.10 – phenanthrolin لا تؤثر على امتصاصية المعقد واستخدمت كعوامل حجب في الدراسة.

اقترح الصيغة التركيبية للمعقد المتكون



التطبيقات

تم اجراء تطبيق الطريقة التحليلية المتبعة لتقدير النيكل في احدى حشوات الاسنان حيث كانت النسبة الحقيقية للنيكل في الحشوة ٠,٧% اما عند تقدير النسبة بهذه الطريقة فكانت ٠,٦٦%

REFERENCE

- 1- K.Lee,M.Oshima and Smotomizo , Anal . Sci . , (2004) , 20 , 1423
- 2- H . W . Qoo , Y. chang , H . , and Q , song Yc , J . Korean chemic , Soc . , (2001) , 22 , 6
- 3- A . A . Kassam , M . Sc . Thesis , Babylon university (2005)
- 4- M . H . Mashhadizaden , and A . Momeni , Talanta , 59 , 47 (2003)
- 5- Q . Liu , J .Liu , Y . Tong , and J . cheng , Anal . chin . Acta . , 269 , 223 (1992)
- 6- S . K . Kumar , P . S . Rao , L . Krishnaiah , B . Jayarj , and P . chiranjeevi , Anal . sci . , 20 , 95 , (2004)
- 7- A.M.Ali,A.S.Hussein and L.A.Mohammed, kufa Med.Journal. , 2007, 10(1) , 362 .
- 8- K . Luttke , and W . Zeit , Electrochem. , 64 ,650 (1960)
- 9- W . C . Vosburgh , and G . R . Cooper , J . A m . chem . Soc . , (1941), 63 , 347
- 10- W . Abd AL-Azezz , ph . D . Thesis , Babylon university (1999)
- 11- H . Shuker , M . Sc . Thesis , Mosul university ,(1990)