التقدير الطيفي لأيون النيكل الثنائي بأستخدام الكاشف(Chromazurol S)

علاء فراك حسين
قسم الكمياء/ كلية العلوم/جامعة كربلاء

بان محمود شاكر
قسم الكمياء/ كلية الطب/ جامعة بابل

(NJC)

(تاريخ الاستلام 14/ 2/2007) **(تاريخ القبول 10/ 7/ 2007)**

الخلاصة

يكون الكاشف (Chrome Azurol S) معقد بنفسجي اللون مع أيون النيكل الثنائي عند دالـة حامضية مقدارها (4) ، وجد أن معقد النيكل الثنائي مع الكاشف يكون مستقرا لأكثر من ساعتين عند الدالة الحـامضية الفضـلى مـع مطـاوعته لقـانـون بيـر في مـدى مـن التـراكـيـز يتـراوح بيـن($3.41* 10^{-5}M$ – $20.44* 10^{-5}M$) مع قيمـة أمتصـاصيـة مـولارية مقدارها ($2.178*10^{4}$ $L.mol^{-1}.Cm^{-1}$) تم تعين تكافؤية المعقد من حيث نسبة الكاشف – فلز بطريقة النسب المولية ، ومولارد فوجد أن الأرتباط في المعقد يكون بنسبة(1:2) . تم أثبات الصيغة الأيونية للمعقد من قياس التوصيلية عند درجة حرارة الغرفة . تم دراسة تأثير عدة عوامل منها تأثيرالتداخلات الناتجة من وجود أيونات موجبة أو سالبة ، عوامل الحجب ، تركيز الكاشف ، زمن التفاعل ، تعاقب الأضافة وتأثير أضافة مادة كاتيونية للسطوح .

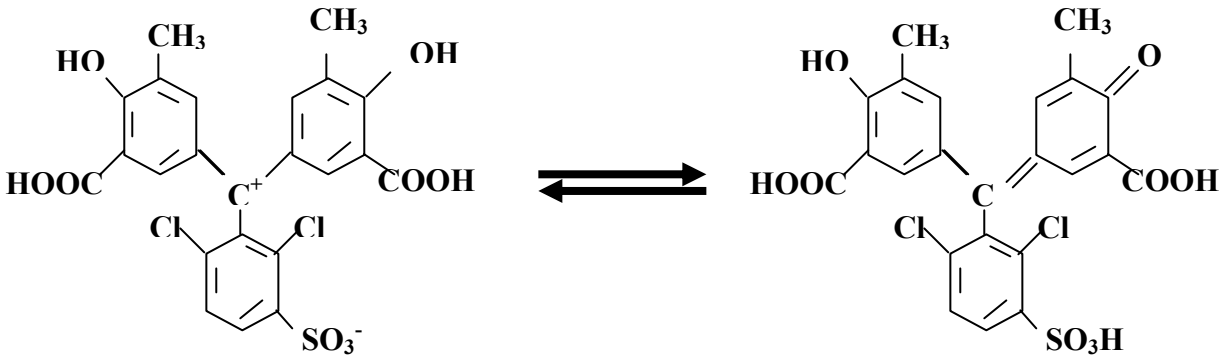
Abstract

Chromazurol S reagent from violet complex with nickel(II) in aqueous media at (pH=4) . The complex was found to be stable for at least 2 hour the given pH. Beers' law is obeyed in the concentration range ($3.41*10^{-5}M$-$20.44*10^{-5}M$) with molar absorpitivity of ($2.178*10^{4}$ $L.mol^{-1}.Cm^{-1}$) . The stoichiometry of complex was confirmed by mole ratio and molar method which indicated the ratio of reagent to metal is (2:1) . Measuring conductivity at room temperature the ionic character of the complex . The steadied effect of different parameters such as effect of cations and anions , masking agent , concentration of reagent , effect of time , sequences of addition and effect of cationic surfactat .

المقدمة

يعرف هذا الكاشف بـ (Chromazurol S) ويرمز له (Ch . S) ويوجد له مصطلحات أخرى في بعض الأدبيات منها (Alberon) ,

(Chromoxan pure Blue) (Gallochrome Briuiant Blue B)[1] . الذي يتواجد بالصيغتين الموضحتين أدناه .



[3-Sulpho-2,6-dichloro-3-dimethyl-4-hydroxy fuchsone-5,5-dicarboxylic acid]

يذوب هذا الكاشف بصورة كبيرة في الماء ويتغير لون محلوله بتغير قيم (pH) فهو أحمر – برتقالي عند (pH=3-4) وأصفر عند (pH=5) ، أما عند pH أعلى من (8) فيظهر أعلى أمتصاص عند 427) nm) يمكن للكاشف (Chromazurol S) أن يكون معقدات كليتية مع عدد من أيونات الفلزات [2] . وتستخلص هذه المعقدات بالمذيبات العضوية عند وجود أيونات موجبة على السطوح إذ تكون الأمتصاصية المولية في هذه الحالة كبيرة [3] .

تهدف الدراسة الحاليةالى أمكانية أستخدام هذا الكاشف في التقدير الكمي لعنصر النيكل ومعرفة الظروف المثلى لتدابير العمل وتقدير مدى الدقة والتوافق للطريقة المقترحة .

الجزء العملي

1- المواد الكيميائية والكواشف:

أن جميع المواد الكيميائية والكواشف المستخدمة كانت بدرجة عالية من النقاوة (A.R. Grade)

2- تحضير المحاليل القياسية

a – حُضر المحلول القياسي للنيكل الثنائي بتركيز (1 mg /mL) من أذابة (0.495 g) من نترات النيكل المائية [$Ni(NO_3)_2.6H_2O$] في (100 ml) ماء مقطر .

b – تم تحضير محلول الكاشف (Chrome Azurol S) بتركيز ($1.858 * 10^{-3}$ M) بأذابة (0.1gm) من الكاشف بالماء المقطر وأكمال الحجم الى (100 ml) في قنينة حجمية .

c– تم تحضير الأيونات الموجبة (Mn^{+2},Eu^{+3},La^{+3},Zn^{+2},Cu^{+2},Mg^{+2},Fe^{+2},Ca^{+2}) من أملاحها بتركيز ($1.00 * 10^{-4}$ M) وذلك بأذابة الأوزان المحسوبة في الماء المقطر . وأكمال الحجم الى (100 ml) ماء مقطر .

d- تم تحضير محاليل الأيونات السالبة (SCN^-, $C_4H_4O_6^=$,$Cr_2O_7^=$,Br^-,CH_3COO^-,$SO_4^=$,F^-) من أذابة الأوزان المحسوبة للأملاح المستخدمة لهذه الأيونات على شكل أملاح الأمونيوم في (10 ml) من الماء المقطر .

3- الأجهزة :

a– مطياف الأشعة المرئية – فوق البنفسجية نوع

[Single Beam UV-visible Spectrophotometer LKB 4050 – 012 (England)]

أستخدم لعموم النماذج لقياس أمتصاص المحاليل عند الطول الموجي (470 nm) .

b– جهاز قياس الدالة الحامضية [pH-meter- (Pw.9421) – PHILPS] .

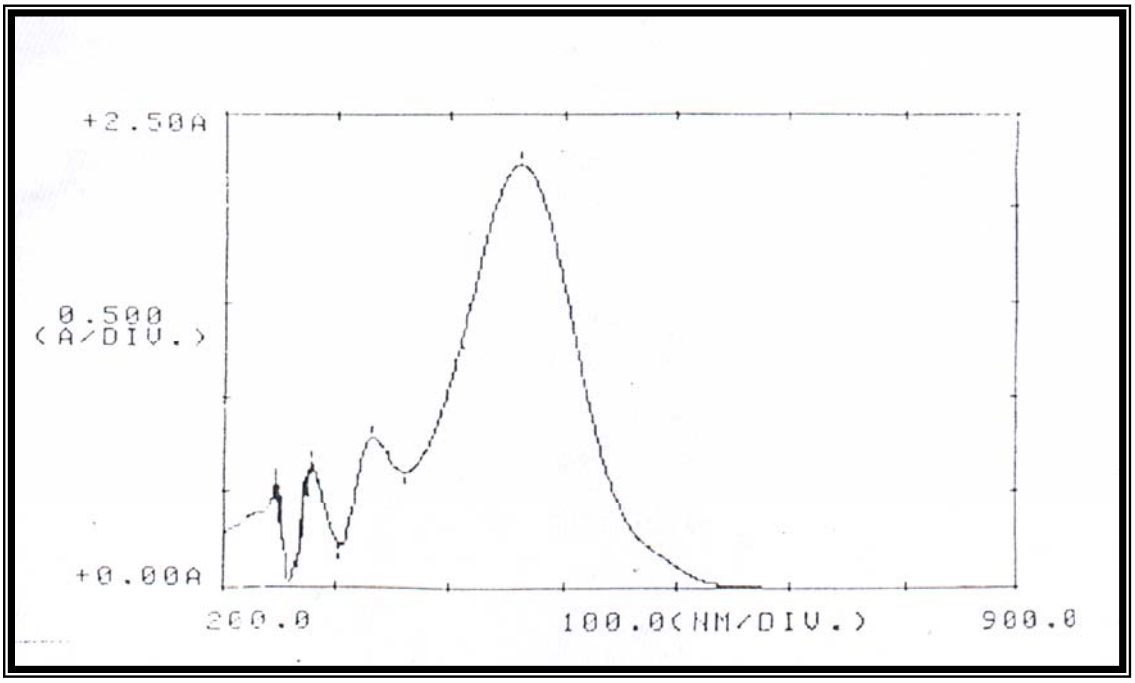
c– جهاز قياس درجة التوصيلية [Digital conductivity Meter-PHILPS-England] .

4- الأختبارات الأولية (Preliminary investigation)

a- تحضير معقد النيكل الثنائي :-

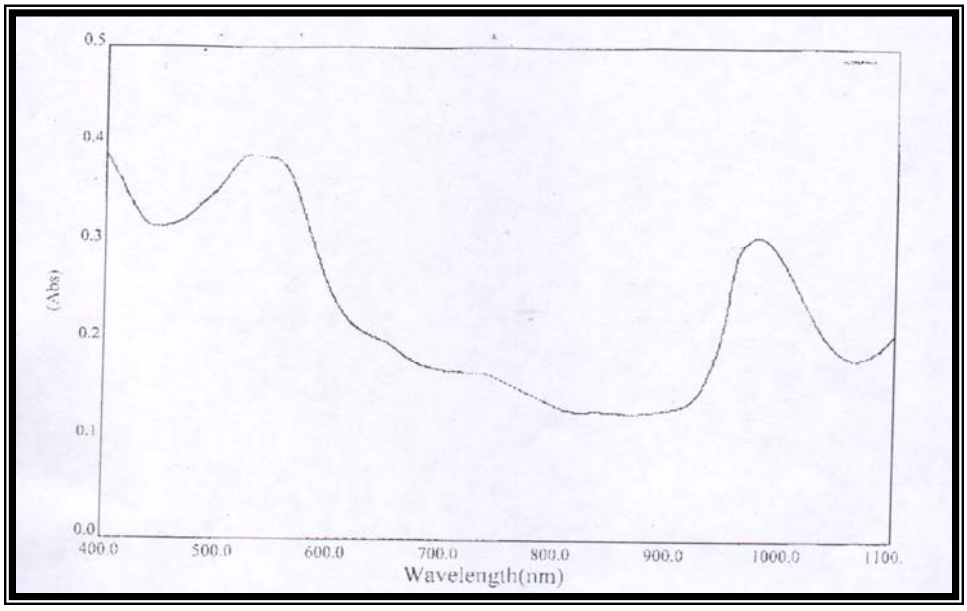
حُضر معقد النيكل الثنائي في الوسط الحامضي بمزج (1 ml) من محلول أيون (Ni^{+2}) بتركيز ($3.41 * 10^{-4}$ M) مع (10 ml) من محلول الكاشف بتركيز ($1.86 * 10^{-5}$ M) يصاحب ذلك تعديل الدالة الحامضية عند (pH=4) بأستخدام محلول حامض الهيدروكلوريك (1M) أو/ هيدروكسيد الصوديوم (1 M) يلي ذلك أكمال الحجم الى (25 ml) بالماء المقطر .

b- تم تسجيل طيف أمتصاص محلول الكاشف (Chrome Azurol S) (0.1%) المذاب في الماء المقطر. وجد أن ذروة الأمتصاص عند (λ_{max} = 461 nm) كما مبين في الشكل(1) .



شكل (1):- طيف أمتصاص محلول الكاشف (Ch . S)

c- تم تسجيل طيف معقد النيكل الثنائي مع الكاشف وكما يبينه الطيف في الشكل (2) . يظهر الطيف حزمة أمتصاص عريضة وبشدة عالية عند الطول الموجي(λ_{max} = 527 nm) .



شكل (2) طيف أمتصاص المعقد

من مقارنة قيم الطول الموجي لطيف امتصاص الكاشف Chromazurol S الشكل (1) مع طيف المعقد الشكل (2) يلاحظ ظهور اختلاف واضح في قيم (λ_{max}) لكل من الكاشف والمعقد المتكون مع حصول انزياح نحو طول موجي اكبر (انزياح احمر) وهذا يعني تكزن صنف جديد (معقد اتلنيكل مع الكاشف) تغاير في امتصاصها امتصاص الكاشف .

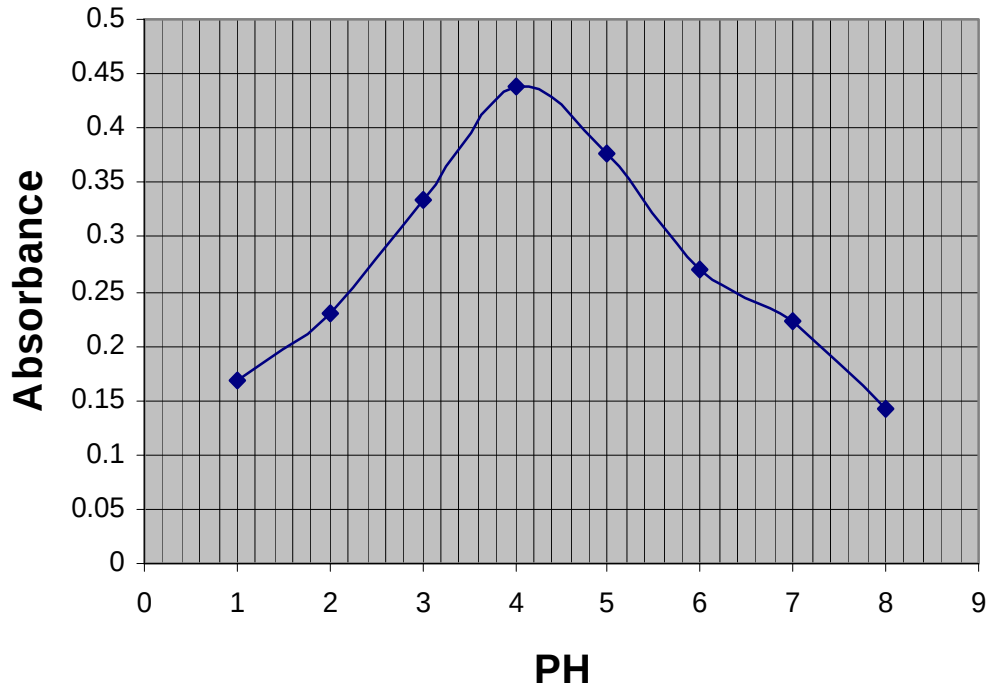
دراسة الظروف المثلى لتكون المعقد

تم دراسة العديد من المتغيرات التي تؤثر في امتصاص المعقد المتكون وتحديد الظروف المثلى لتكوين المعقد باستخدام الطريقة الطيفية لغرض الحصول على حساسية عالية وانتقائية جيدة تمثلت بما يلي :

1- تأثير الدالة الحامضية (Effect of pH)

تم تحضير سلسلة من محاليل معقد النيكل الثنائي ، تركيز أيون Ni^{+2} فيها ($3.41 * 10^{-4}$ M) وذلك بمزج (1 ml) من محلول الأيون ($3.41 * 10^{-4}$ M) مع (10 ml) من محلول الكاشف ($2.79 * 10^{-5}$ M) وعدلت الدالة الحامضية عند قيم مختلفة كانت بين (pH=1-10) بعد ذلك ينقل المزيج الى دورق حجمي سعة (25 ml) ويكمل الحجم إلى العلامة .

لوحظ من نتائج هذه الدراسة والتي موضحة في الشكل (3) أن الشدة اللونية لمحلول المعقد تزداد تدريجياً لتصل ذروتها عند الدالة الحامضية (pH=4) والتي يكون عندها المعقد ذو لون أرجواني وهي تمثل قيمة (pH) المثلى للوصول الى أعلى امتصاص ، تقل الشدة الأيونية للمعقد بازدياد الدالة الحامضية عن هذا الحد ، وربما يعود السبب الى بدء ترسب أيونات العناصر أو بسبب تكون أيونات معقدة غير مستقرة [4،5] .



شكل (3) تأثيرات الدالة الحامضية

2 – تأثير تعاقب الأضافة

لبيان تأثير ترتيب إضافة مكونات التفاعل في إمتصاص المعقد ، أعتمدت ثلاثة تراتيب للأضافة وكما موضح في الجدول (1) .

جدول (1) :- تأثيرتعاقب الأضافة في أمتصاص معقد النيكل الثنائي بأستخدام ($3.41*10^{-4}$) من الأيون و ($2.79*10^{-5}$ M) من الكاشف عند دالة حامضية (pH=4)

Sequence of number	Sequence of Addition	Abs. of Ni^{+2} complex
I	M + L+ pH	0.441
II	M + pH + L	0.342
III	L + pH + M	0.361

حيث ان M= الايون ، L = الكاشف ، PH= الدالة الحامضية

أظهر تعاقب الاضافة تأثيراً في قيمة أمتصاصه ، فقد أعطى تعاقب الأضافة الثاني والثالث من المزج أمتصاصا أوطأ ، وقد يعود السبب الى تنافس الأيونات السالبة للحامض أو القاعدة في الأرتباط مع الفلز مما يؤدي الى أنخفاض قيم الأمتصاص . وهذا ماتشير اليه دراسات أخرى [8،7،6] . وعليه فأن تعاقب الأضافة الممثل بالتعاقب الأول هو الذي يوصى به في تقدير النيكل الثنائي بهذه الطريقة [9] .

3 –تأثير الزمن في استقرارية المعقد (Effect of Time on Stability of the Complex)

نتائج الجدول (2) تبين متابعة تفاعل الكاشف مع الأيون مع الزمن بأستخدام الظروف المثلى المذكورة أنفاً . وهذه النتائج تشير الى تكون معقد النيكل الثنائي أنياً ويبقى المعقد مستقراً (بدلالة قيم أمتصاصه) لمدة 120 دقيقة من بدء التجربة أن نتائج هذه الدراسة تعززأستخدام هذا الكاشف كأحد الكواشف المستخدمة لتقدير عنصر النيكل طيفياً وتعتبر كأحد أيجابياته وبذا فهو يماثل الطرق المعتمدة لتقديره طيفياً .

جدول (2) :- تأثير الزمن في أمتصاصية المعقد بأستخدام ($3.41* 10^{-4}$) من Ni^{+2} مع ($2.79 * 10^{-5}$ M) من الكاشف عند دالة حامضية (pH=4)

Time / min.	Abs. of Complex
0.0	0.441
1.0	0.441
5.0	0.441
15.0	0.441
30.0	0.441
45.0	0.441
60.0	0.441
90.0	0.441
120.0	0.441

4 – تأثير تركيز الكاشف

درس تأثير تغير تركيز الكاشف في تكوين المعقد . يتضمن الجدول **(3)** النتائج التي تم الحصول عليها من خلال هذه الدراسة والتي يتبين منها أن قيم أمتصاص المعقد تزداد لتبلغ ذروتها عند أضافة ($2.798 *10^{-5}$ M) من محلول الكاشف والسبب يعود الى دفع التفاعل بين الأيون الفلزي والكاشف بأتجاه تكوين المعقد وأعطاء أفضل شدة لونية .

$$\text{Metal ion} + \text{Chromazorol S} \rightleftharpoons \text{Complex of [Metal - Chromazorol S]}$$

ومع أستمرار زيادة تركيز الكاشف تبدأ قيم الأمتصاص بالتناقص وربما يعود السبب الى ذلك تكوين أصناف جديدة من المعقد في المحلول تمتص عند أطوال موجية مختلفة وربما حصول أمتلاء أو أكتفاء المجال التناسقي للأيونات مع الليكاند أو عدم ذوبان الكاشف بالمذيب بشكل تام . أن التصرف الخاص بالكاشف في هذه الدراسة يماثل ماوجده باحثون في دراسات طيفية أخرى [10] . أو دراسات الأستخلاص التي أستخدمت كواشف مغايرة [11] .

جدول(3):- تأثيرأضافة تراكيز مختلفة من الكاشف في أمتصاص المعقد بأستخدام ($3.41*10^{-4}$) من Ni^{+2} وعند دالة حامضية (pH=4)

Conce. Of Chromazurol S $[C_L]$	Abs. of Ni^{+2} Complex
$0.466*10^{-5}$	0.293
$0.932*10^{-5}$	0.317
$1.399*10^{-5}$	0.373
$1.865*10^{-5}$	0.390
$2.332*10^{-5}$	0.421
$2.798*10^{-5}$	0.440
$3.265*10^{-5}$	0.432
$3.731*10^{-5}$	0.356
$4.66*10^{-5}$	0.334

5 – تأثير أضافة مادة كاتيونية منشطة للسطوح

درس تأثير أضافة تركيز محدود من مادة منشطة للسطوح مثل (CTMABr) (Cetyl triethyl ammonium bromide) بتركيز (0.01 M) والنتائج موضحة في الجدول (4) .

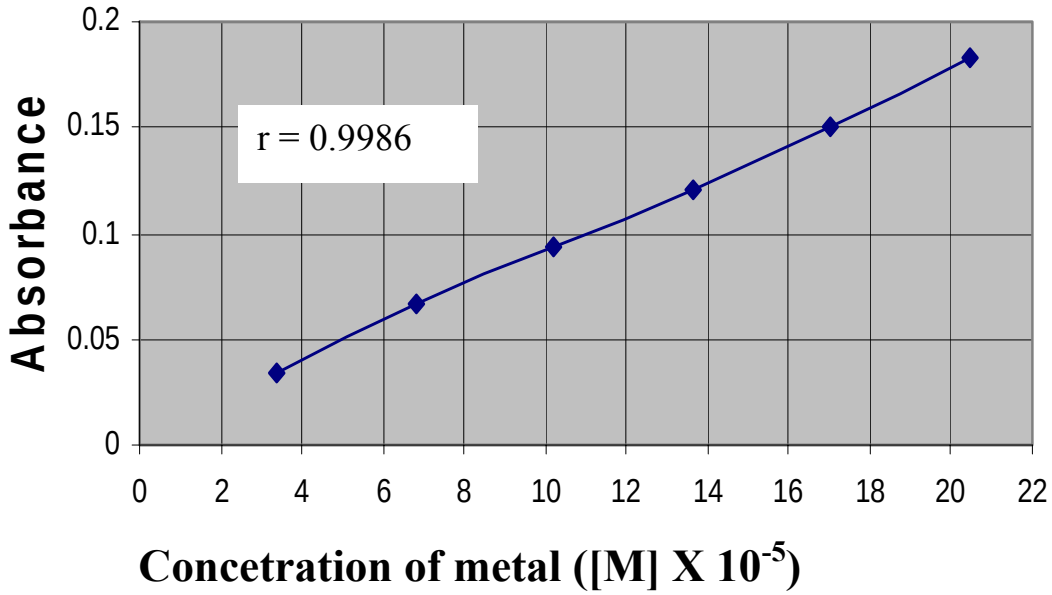
جدول (4):- تأثير (pH) بوجود المادة المنشطة (CTMABr) في أمتصاص Ni^{+2} بأستخدام تركيز $(3.41*10^{-4}$ M) من الأيون $(2.798*10^{-5}$ M) من الكاشف مع أضافة (1 ml) من المادة (CTMABr) بتركيز (0.01 M)

pH	Abs. of Ni^{+2} Complex
1	0.168
2	0.230
3	0.332
4	0.439
5	0.376
6	0.270
7	0.223
8	0.141

نتائج هذه الدراسة توضح عدم فعالية أو وجود تأثير يذكر لتلك المادة في قيم أمتصاص معقد النيكل الثنائي وهذا يماثل ما وجده باحثون أخرون[13، 12] .

6 – بناء منحني المعايرة (Construction of Clibration Curve)

يبين الشكل (4) الصفة الخطية لمنحنى المعايرة الذي تم الحصول عليه تحت الظروف المثلى اذ يتضح ان معقد الايزن مع الكاشف يتبع قانون بير لامبرت لمدى من التراكيز تتراوح بين $(3.41*10^{-5}$ - $20.44*10^{-5}$ M)وبأمتصاصية مولارية مقدارها ($2.178 * 10^4$ $L.mol^{-}.Cm^{-1}$) وهي قيمة عالية وتقع ضمن المدى العام لقيم الأمتصاصية المولية ($(10^4 – 10^5$ $L.mol.^{-1}Cm^{-}$) [1] وهذا يعطي أستدلالاً جيداً على أن الطريقة ذات حساسية عالية يمكن أستخدامها في تقدير النيكل الثنائي ضمن تراكيز واطئة .



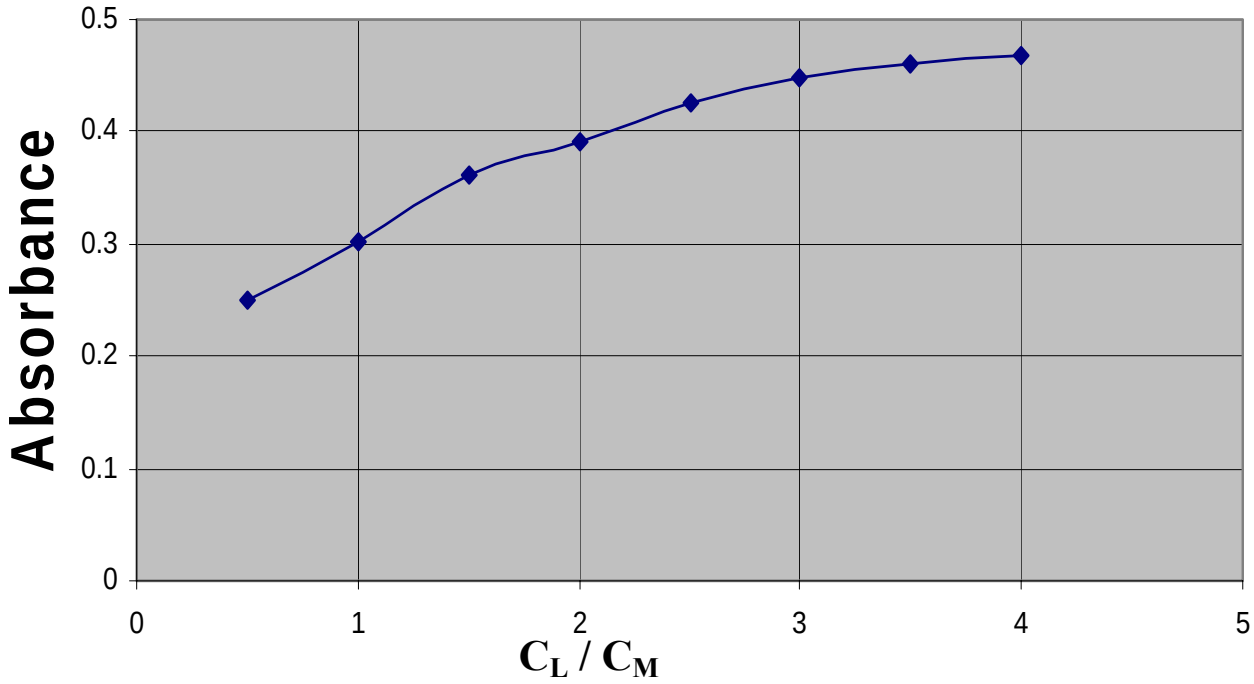
شكل (4) منحي المعايرة لايون النيكل

7 – تعين تكافؤية المعقد
(Determination of Stiochometry of the Complex)

لتعين تكافؤية المعقد المتكون تم توظيف الطرائق الأتية :-

أ – طريقة النسب المولية (Mole Ratio Method)

بأستخدام تركيز ثابت ومعلوم من أيون النيكل الثنائي ($1.70 * 10^{-4}$ M) مع تراكيز متزايدة ومتناسبة من الكاشف المستخدم في هذه الدراسة تتراوح بين ($0.85 *10^{-4}$ – $6.80*10^{-4}$ M) بينت نتائج هذه الدراسة ان تكافؤية المعقد المستخلص هي(1:2) كما موضح في الشكل (5) والجدول (5).



شكل (5) طريقة النسب المولية

جدول (5) طريقة النسب المولية

Concentration (Ch.S) [L]	C_L: C_M	Abs. of Ni^{+2}Ch.SComplex
0.85×10^{-4}	0.5	0.249
1.70×10^{-4}	1.0	0.301
2.55×10^{-4}	1.5	0.362
3.40×10^{-4}	2.0	0.390
4.25×10^{-4}	2.5	0.426
5.10×10^{-4}	3.0	0.448
5.95×10^{-4}	3.5	0.460
6.80×10^{-4}	4.0	0.468

وقد تم حساب قيمة ثابت أستقرارية المعقد المتكون
في الوسط الحامضي حسب المعادلة الأتية:-

$$M^{+2} + 2L \longrightarrow ML_2$$
$$\alpha c \quad 2\alpha c \qquad (1-\alpha)c$$

$$K = \frac{[ML^2]}{[M^{+2}][L^-]^2} \qquad \text{----------(1)}$$

حيث إن :-
M^{+2} هو الأيون الفلزي Ni(II)
L^- هو اللاجنة (Ch.S)

أذا كانت α درجة التفكك و(C) التركيز المولاري للمعقد المتكون ، تكتب المعادلة (1) بالشكل الأتي

$$K = \frac{(1-\alpha)c}{\alpha c\,(\,2\alpha c\,)^2} \qquad \text{----------(2)}$$

ويمكن حساب قيمة (α) من العلاقة الأتية :-

$$\alpha = \frac{A_m - A_s}{A_m} \qquad \text{----------(3)}$$

حيث أن
A_s = أمتصاص المعقد عند نقطة التكلفؤ
A_m = أمتصاص المعقد عند أعظم قيمة [14] .

من الجدول (6) يتضح أن للمعقد أستقرارية عالية مما يعزز إمكانية إستخدام الكاشف (Chromazorol S) في التقدير الطيفي لهذا العنصر .

جدول (6):- قيمة أستقرارية المعقدK

The determination metal ion [M]	Value A_s	Value A_m	α	Stability Constant
Ni^{+2}	0.393	0.468	0.160	$2.83 * 10^8$

ب – طريقة مولارد [Molard Method]

في هذه الطريقة تم :-

1 – مزج (1 ml) من محلول الفلز بتركيز ثابت ($1.70 * 10^{-4}$ M) مع زيادة من محلول الكاشف بتركيز ($2.79 * 10^{-3}$ M) بعد تعديل الدالة الحامضية عند (pH=4) ثم بأخذ قراءة الأمتصاصية (As) وجد أنها (Am=0.241) .

2 – مزج (1 ml) من محلول الكاشف بتركيز ($2.79 *10^{-5}$ M) مع زيادة من الفلـ ـز بتركيز ($3.41 * 10^{-3}$ M) بعد تعديل الدالة الحامضية عند (pH=4) تؤخذ قراءة الأمتصاص لـ(A_l) ووجد أنها تساوي (Al=0.122) .

ومن العلاقة :-

$$mC_M + lC_L \longrightarrow M_M L_L$$

$$m/l = \frac{A_m}{A_l} = \frac{0.241}{0.122} = 1.97$$

وهذا يعني أن الأرتباط بين الكاشف والفلزبنسبة (1:2) وعليه يتضح أن الطريقتين التي تم توظيفها في هذه الدراسة تؤكد أرتباط الفلزمع الكاشف بنسبة (1:2) .

8 – تأثير المتداخلات (Effect of inter ference)

تم قياس قيم الأمتصاص لمعقد النيكل الثنائي مع الكاشف (Chrome Azorol S) بعد أضافة بعض الأيونات الموجبة والسالبة مع الأيون المقدر طيفيا في الظروف التجريبية التي حُصل عليها خلال هذه الدراسة . نتائج هذه الدراسة موضحة في الجدولين (7)، (8) . حيث تظهر هذه النتائج الى أن لوجود بعض الأيونات خلال عملية تكوين معقد النيكل الثنائي مع الكاشف تأثيراً متبايناً على قيمة إمتصاص المعقد أعتماداًعلى طبيعة الأيون المضاف وتركيزه هذا ربما يعود الى مايلي :-

1- ان وجود الايونات الموجبة تعمل على تقليل او زيادة الامتصاص وهذا ربما يعود الى تنافس هذه الايونات مع ايون النيكل على تكوين المعقد مع الكاشف .

2- بعض الايونات السالبة تعمل على تداخل في عملية تكوين المعقد مما يؤدي الى نقصان قيمة الامتصاص بسبب سلوكها كعوامل حجب او تؤدي الى زيادة قيمة الامتصاص بسبب تاثيرها في استقرارية المعقد او ظروف تمذوبه .

جدول(7):- تأثير أضافة بعض الأيونات الدخيلة الموجبة بتراكيز مختلفة في قيمة أمتصاص معقد النيكل الثنائي مع الكاشف بتركيز ($3.41 *10^{-4}$ M) ودالة حامضية عند (pH=4)

تركيز الأيون الدخيل المضاف	$3.41 * 10^{-4}$ M		$10.23 * 10^{-4}$ M		$20.46 * 10^{-4}$ M	
نوع الأيونات الدخيلة	قيم.Abs بعد إضافة الأيونات	نسبة الخطأ %E	قيم.Abs بعد إضافة الأيونات	نسبة الخطأ %E	قيم.Abs بعد إضافة الأيونات	نسبة الخطأ %E
-	0.441	-	0.441	-	0.441	-
Fe^{+2}	0.271	-38.54	0.270	-38.77	0.270	-38.77
Ca^{+2}	0.382	-13.37	0.398	-9.75	0.420	-4.76
Mg^{+2}	0.639	44.89	0.644	46.03	0.646	46.48
Zn^{+2}	0.482	9.29	0.494	12.02	0.498	12.92
La^{+2}	0.333	-24.49	0.351	-20.41	0.357	-19.05
Cu^{+2}	0.283	-35.82	0.305	-30.83	0.311	-29.47
Eu^{+3}	0.367	-16.78	0.367	-16.78	0.372	-15.64
Mn^{+2}	0.555	25.85	0.570	29.25	0.576	30.61

جدول(8) :-):- تأثير أضافة بعض الأيونات الدخيلة السالبة بتراكيز مختلفة في قيمة أمتصاص معقد ($Chromazurol\ S\text{-}Ni^{+2}$)بتركيز قياسي ($3.41 *10^{-4}$ M) ودالة حامضية عند (pH=4)

تركيز الأيون الدخيل المضاف	$1.38 * 10^{-4}$ M		$5.52 * 10^{-4}$ M		$11.04 * 10^{-4}$ M	
نوع الأيونات الدخيلة	قيم.Abs بعد إضافة الأيونات	نسبة الخطأ %E	قيم.Abs بعد إضافة الأيونات	نسبة الخطأ %E	قيم.Abs بعد إضافة الأيونات	نسبة الخطأ %E
-	0.441	-	0.441	-	0.441	-
NO_3^-	0.403	-8.61	0.411	-6.80	0.416	-5.66
F^-	0.321	-27.21	0.367	-16.78	0.384	-12.92
$SO_4^=$	0.682	54.64	0.651	47.61	0.643	45.80
CH_3COO^-	0.625	41.72	0.641	45.35	0.641	45.35
$C_4H_4O_8^-$	0.255	-42.17	0.267	-39.45	0.301	-31.74
Br^-	0.417	-5.44	0.422	-4.30	0.423	-4.08
$Cr_2O_4^=$	0.531	20.40	0.511	15.87	0.502	13.83
SCN^-	0.372	-15.64	0.389	-11.79	0.415	-5.89

9 – تأثير عوامل الحجب (Effect of Masking agents)

لغرض أختيار كيفية أستخدام عوامل الحجب على أنتقائية قياس أيون النيكل الثنائي بوجود أيونات موجبة فقد أضيف (1 ml) بتركيز (0.01 M) من بعض عوامل الحجب كما موضح في الجدول (9) .

جدول (9) :-تأثير أضافة (1 ml) من عوامل الحجب في أمتصاص معقد Ni^{+2} بتركيز($2.798*10^{-4}$ M) عند دالة حامضية (pH=4)

Masking agent	Abs. of Ni^{+2} –Ch-S Complex
Without masking agent	0.441
Thiourea	0.417
Potassium Thiocynaite	0.382
Ascorbic acid	0.321
Sodium Fluraide	0.277

نلاحظ من الجدول **(9)** أن جميع المحاليل المبينة في الجدول تعمل على تعقيد أيون Ni^{+2} . لذلك لايمكن أستخدامها بوصفها عوامل حجب لتقديرها مع الكاشف .

10 – تعيين درجة أنصهار المعقد (Determination of Melting point of Complex)

تم تعيين درجة أنصهار معقد النيكل الثنائي مع الكاشف قبد الدراسة وجد أن المعقد يتجزأ عند درجة حرارة تتراوح مابين (C° 251- 248) . أن الأختلاف بين قيم درجة أنصهار الكاشف (C° 210- 215)عند درجة تفكك المعقد يثبت تكوين المعقد ويشير الى زيادة الوزن الجزئي للمعقد بالمقارنة مع الوزن الجزئي للكاشف المستخدم .

11 – قياس التوصيلية للمعقد (Measurement of Conductivity)

جرى دراسة التوصيلية المولارية للمعقد في درجة حرارة الغرفة وتحت الظروف المثالى والنتيجة موضحة في الجدول (10) .

جدول (10):- التوصيلية المولارية للمعقد

No.	Complex	$A_m(\Omega^{-1}.Cm^2.mol^{-1})$
1	$[Ni(Ch.S)_2]^{-2}$	225

بما أن التوصيلية هي مقياس لقابلية المحلول الألكتروليتي على حمل التيار الكهربائي من خلال هجرة الأيونات تحت تأثير مجال كهربائي مما يتضح من الجدول أن المعقد المحضر معقد أيوني .

المعـالجة الأحـصائية للنتـائج (Statistical Treatment of the Results)

أعتمد الأنحـراف المعيـاري النـسبي (RSD) والخطـأ النـسـبي مقيـاساً للـتوافق ودقـة النتائـج وذلـك عـن طريـق تحضيـر ثـلاثـة سـلاسـل مـن محـاليـول أيـون النيـكل بتـراكيـز مختلفـة (2.726*10^{-4},2.044*10^{-4},1.363*10^{-4} M) مع الكاشـف(Chromazural S) بأسـتخدام المـاء المقطر مذيباً . أعيدت قراءة الأمتـصاص خمـس مرات لكل تركيز ثم عولجت النتائج لحساب قيمـة (RSD) وكما موضح في الجدول (11) .

جدول(11):- توافقية ودقة الطريقة لتقدير أيون (Ni^{+2})

Nikal added[M]	Abs. of Ni^{+2} Complex	RSD%	Error %
2.726*10^{-4}	0.371,0.382,0.375,0.372,0.376	2.024	-0.432
2.044*10^{-4}	0.282,0.284,0.282,0.288,0.284	1.408	0.490
1.363*10^{-4}	0.233,0.236,0.238,0.242,0.233	3.044	-0.131

من خلال النتائج المستخلصة من الجدول (11) وجد أن معدل الأنحراف القياسي النسبي كان بين (1.408 % - 3.044 %) بأستخدام كميات مختلفة من أيون الفلز كما يلاحظ أن قيمة الخطأ النسبي تتراوح بين [(0.490 %) – (-0.432 %)].

حساب حساسية الطريقة الطيفية في تقـدير أيـون Ni^{+2}

Sensitivity of the Spectrometric Method in Determination of Nikal(II)

أستخدم تعبير حد الكـشف (Detection limit) للدلالةعلى حساسية الطريقة المستخدمة فـي تقـدير النيكل الثنائي بهذه الطريقة . حيث أوضحت الطريقة أن أدنى تركيز يمكن تعينته بهذه الطريقة الطيفيـة لأ النيكل الثنائي ومن ثم تحديد أدنى تركيز لأيون يـون النيكل هو (8.519*10^{-6} M) . وهذا مايشير الى أن الطريقة المستخدمة ذات حساسية عالية وناجحة [15] .

المصادر

1 – Belcher . R and Frieser H. International series of monographs in analytical chemistry – indicators ,1972, **51** .

2 – ***Uochb. Cos.cz*** .,1993, **58**,1495 – 1508.

3 – Gurre " Synthetic dyes biology medicine and chemistry academic press London ,1971 .

4 – N.N. Green Wood and Ernshaw chemistry of the Elements 2nd Edition , Butter – Woths , London ,1998, 944-946 .

5 – Ahmed , R.K. M.S.C.Thesis .

6 – Rana .S.A. M.Sc.Thesis. university of Baghdad ,2003 .

7 – Amera .H.H. M.Sc.Thesis. M.Sc. university of Baghdad ,2001.

8 – Hussain , A.F, Salman , J.D and Matty , F.S.;***IBN AL- Haitham J. for pure and appl. Sci.***, 2002, **15 (4A)**,85 – 100 .

9 – Zygmunt marczenko " Separation and Spectrophotometric determination of elements " ,1986 .

10 –AL- Haideri , A.M. , etal , ***Iraqi J. of chemistry*** ,2000, **26 (2)**,384-390.

11 – Hussain , A.F ,J .D and Matty , F.S ,***IBN AL-Haitham J. for pured appl.Sci***.;1999, **4**(**2A)** .

12 – Jery , A and Strzelbich , L ; ***Anal.* Chem. ;** 1981,**53 (1)**.

13 – Ibiral , J and Sommer , L. ***Z. Anal chem***.;1981, 306 .

14 – Jain , A.K. Aggrawala , S. P. Garg ***Talanta***, 1972 , **19,**1481-1482 .

15 – Jersy . A,and Strzelbich . L ; ***J.Anal. Chem***.;1981, **53 (1)** .