

بحث بعنوان

استخدام التصاميم العاملة في إيجاد الظروف المثلى
لتقدير ايون الكوبلت (II) طيفيا باستخدام الاستخلاص
بنقطة الغيمة

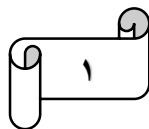
بحث مُقدم من قبل الطالب (مصطفى حازم جواد)

الى مجلس كلية العلوم-قسم الكيمياء-وهو كجزء من متطلبات نيل شهادة

البكالوريوس في علوم الكيمياء

بإشراف

الدكتورة زينب طارق إبراهيم



الفهرس

٤ الخلاصة

الفصل الاول

٦ الكواشف العضوية واهميتها

٧ الاستخلاص بنقطة الغيمة

٨ فوائد الاستخلاص بنقطة الغيمة

٩ كيمياء الكوبلت

١٠ الطريقة الطيفية

١٠ أنواع التصاميم التجريبية

١١ إجراءات التصاميم العاملة

١٢ اعتبارات مهمة في منهج البحث التجريبي

الفصل الثاني

الجزء العملي

- الأجهزة المستخدمة ١٤
- المواد الكيميائية وطرق العمل ١٥-١٦
- تحديد الظروف الفضلى للاستخلاص بنقطة الغيمة ١٧
- تعيين الظروف الفضلى باستخدام التصاميم العاملة ١٨
- تحضير منحنى المعايرة ١٩

الفصل الثالث

- النتائج والمناقشة ٢١-٢٤
- تعيين الظروف الفضلى باستخدام التصاميم العاملة ٢٥
- منحنى المعايرة ٢٧
- المصادر ٢٨

الخلاصة



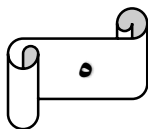
تضمن البحث استخدام الكاشف العضوي 2-2-(5-نيثرو ثيازوليل ازو-8- هيدروكسي

{كوبوليمر}

(5-NTA8HQ)

المُحضر مختبريا في التقدير الطيفي لكميات نذرة من ايون الكوبلت الثنائي بعد استخلاصه باستخدام تقنية الاستخلاص بنقطة الغيمة ،المعقد المتكون مع الكاشف يمتص عند الطول الموجي للامتصاص الأعظم (615)نانو متر عند دالة حامضية (PH=5)الذي استخلص بكفاءة في الطور الغني للتريتون X-114 ومن ثم تقديره طيفيا عند الامتصاص الأعظم في (615)نانومتر ،أجريت تجارب مختلفة للحصول على الظروف الفضلى المهمة للتحليل من خلال دراسة تأثير العوامل المؤثرة على كفاءة الاستخلاص باستعمال تقني العوامل تتابعيا واستخدام التصاميم العاملة في تحديد الظروف الفضلى بدقة اكثر ومن هذه العوامل الدالة الحامضية (PH) وتركيز الكاشف وكمية المادة السطحية وبتطبيق الظروف الفضلى امكن الحصول على عامل اغناء (110) وضمن مدى خطي يتراوح (10-50)µg/ml

الفصل الأول



١-١ الكواشف العضوية وأهميتها في الكيمياء التحليلية (1)

تحظى العديد من الكواشف الكيمياءوية وخاصة الكواشف العضوية بأهمية كبيرة في مجالات عديدة في الكيمياء ، كالكيمياء التحليلية واللاعضوية والحيوية والطبية .

ان هذه الكواشف لها القابلية على الارتباط التناسقي بالعديد من الفلزات لاحتوائها على مجاميع حامضية او / و مجاميع قاعدية لها مزدوجات الكترونية غير أصريه مكونة ما يسمى بالمعقدات التناسقية .

لقد انتشرت تلك الكواشف بشكل واسع ولاقت تطبيقات واستخدامات عديدة وذلك للمحاسن التالية التي تمتاز بها :

١- **انتقائيتها العالية** : حيث يمكن إجراء عمليات الترسيب والفصل لأيون فلزي دون غيره بواسطة كاشف معين .

٢- **الترسيب المشترك** : ان الرواسب التي تكونها هذه الكواشف مع الفلزات ذات طبيعة تساهمية غير ايونية لذلك لا تتلوث بالشوائب الايونية أي انها خالية من الترسيب المشترك .

٣- **الاوران الجزئية العالية** : هذه الصفة تسمح لها بالحصول على راسب كبير نسبيا رغم الكمية الضئيلة من الايون الفلزي، وهذا ما يسمح لها بان تكون كواشف مهمه في التحليل الكمية الدقيقة (Microanalysis) .

٤- **الألوان المميزة لمعقداتها** : وهذا ما يجعلها ملائمة في التحليل الوصفي واللوني وفي الكشوفات البقعية .

٥- **ذوبان معقداتها في المذيبات العضوية** : لذلك تستخدم في عمليات الفصل بالاستخلاص بالمذيب .

وبالرغم من المحاسن السابقة التي تمتاز بها الكواشف العضوية فلها بعض المساوئ التالية :

١- **ذات تطايريه عالية** : حيث تتأثر بالحرارة لضعف الاواصر بين جزيئاتها .

٢- **تعتبر مركباتها لا قطبية** : حيث لا تذوب في الماء مما يجعلنا ان لا نستخدم المذيبات القطبية كالماء في تحضير محاليلها .

٣- **نقاوتها القليلة** : لا يمكن تحضيرها بنقاوة عالية حيث تتكون لبعضها ايزومرات عند التحضير .

ففي مجال الكيمياء التحليلية لها المقدرة على تكون معقدات تناسقية ذات الوان مميزة ، وما يزيد في أهميتها في هذا المجال قدرتها على الانتقائية والحساسية العاليتين ، ومثال على ذلك استخدام كاشف (DMG) للكشف عن وتقدير النيكل ، واستخدام الاليزارين في الكشف عن وتقدير الألومنيوم .

٢-١ الاستخلاص بنقطة الغيمة (2)

الاستخلاص بنقطة الغيمة هو أسلوب فصل يُستخدم لفصل واستخلاص العناصر النزرة وقد جذبت هذه الطريقة اهتماما كبيرا لكونها تتوافق مع مبدأ الكيمياء الخضراء وكذلك لكون المذيبات العضوية المستخدمة في هذه الطريقة اقل من حيث كميتها وسُميتها من المذيبات التي يتم استخدامها في طرق الاستخلاص الكلاسيكية ، وكذلك تتميز هذه الطريقة ببساطتها وسرعتها وكفاءتها العالية ، وقد تم تطبيق هذه الطريقة على بعض الايونات مثل النحاس في الماء والعينات البيئية . ان المحاليل المائية لمركب (Surfactant) غير الأيوني يصبح غائما عندما تصل درجة الحرارة الى درجة تكون السحابة او الغيمة حيث يتفكك (Analyte) مع كمية صغيرة من (Surfactant) النشطة .

يشير مصطلح (Surfactant) الى عوامل نشطة سطحيا تعمل على تقليل التوتر السطحي للسائل الذي يتم اذابته فيه وهذه العوامل عادة ما تكون عبارة عن مركبات عضوية محبة للجهتين ، أي بمعنى انها تتكون من ذبول (Tails) كارهه للماء التي تكون عبارة عن سلسلة هيدروكربونية او حلقة اروماتية تعمل على تقليل الذوبان في الماء .

اما الرؤوس (Heads) فتكون محبة للماء بسبب وجود مجاميع الكتروفيلية او مجاميع أليفة النواة وغالبا ما تكون متأينة وذات تأثير معاكس . يصنف (Surfactant) استنادا الى الشحنة التي تحملها منطقة الرأس المحبة للماء الى :

١- Anionic Surfactants

٢- Cationic Surfactant

٣- Non-Ionic Surfactant

٤- Zwitterionic Surfactants

وان استخلاص الأيونات الى طبقة نقطة الغيمة يعتمد على استخدام كواشف عضوية عالية الميل لتكوين المعقدات مع انتقائية عالية ضمن الظروف المثلى لرفع كفاءة الاستخلاص لتلك الايونات على هيئة معقدات سيما ان الدالة الحامضية لها تأثير مهم في بناء المعقدات المستخلصة الى طبقة نقطة الغيمة

١-٣ فوائد الاستخلاص بنقطة الغيمة

ان استخدام أنظمة المواد النشطة سطحيا في الاستخلاص بنقطة الغيمة كبديل لطرق الاستخلاص التقليدية مثل استخلاص الطور السائل واستخلاص الطور الصلب له فوائد كثيرة منها :-

1- الكلفة المنخفضة فهو يستعمل ادوات مختبرية بسيطة واقتصادية في الاستهلاك الكيميائي.

2- ذو طريقة عملية بسيطة فهو لا يتطلب مهارة شخصية .

3- له كفاءة عالية ويعطي عامل تركيز عالي جدا لمختلف النماذج العضوية و اللاعضوية مع استرجاع عالي بسبب صغر حجم الطور الغني(0.2-0.5ml) الذي يُحصل عليه باستعمال تقنية الاستخلاص بنقطة الغيمة مقارنة بتلك الحجم التي يُحصل عليها من تقنيات الفصل الأخرى.

4- طريقة امنه وخضراء و اقل سُمية من طرق الاستخلاص الأخرى وذلك بسبب استخدام الكميات القليلة من المواد السطحية التي تكون غير قابله للاشتعال وقليلة التطاير مما يُقلل المخاطر خلال عملية الاستخلاص.

5- ممكن ربطها مع أنظمة الجريان بصورة تلقائية.

6- لها حد كشف واطى وهي تعطي عامل اغناء عالي الذي يحسن من حساسية نظام الكشف .

7- يمكن تطبيقها لكثير من النماذج الايونات الفلزية والمركبات العضوية ذات الطبيعة المختلفة بالإضافة الى تطبيقها في التحليل الانتقائي (Speciation analysis).

١-٤ كيمياء الكوبلت (3)

الكوبلت فلز ابيض مائل للزرقة ويمتلك صفات فيرومغناطيسية، وله حالات تأكسد عديدة هي $2+$ ، $3+$ ، $4+$ ، $5+$ ، واكثر هذه الحالات شيوعا هي الثنائية، ويترسب على هيئة هيدروكسيد $(\text{Co}(\text{OH}))$ عند $\text{ph}=7.5$ ، ويكون معقدات ذائبة مع الامينات والهاليدات والتارتيرات و EDTA يستعمل الكوبلت في صناعة الزجاج الملون ويدخل في صناعة أنواع الفولاذ ذات الخصائص المغناطيسية كما يدخل في تركيب فيتامين (B_{12}) .

ولمعقدات الكوبلت الثنائية والتي تصنف ضمن عناصر السلوك الوسطي بين سلوك الحوامض الصلبة (a) والحوامض اللينة (b) soft and hard acids ولكنها اقرب الى السلوك (a)، ولذلك لوحظ له الفة عالية تجاه ذرات النتروجين الواهبة ويكون معقدات مستقرة ولو بدرجة اقل مع ذرات أخرى مثل الاوكسجين والهاليدات المتواجدة في الكواشف العضوية.

استخدمت عدة طرق لتقدير ايون الكوبلت الثنائي وبتراكيز الأجزاء بالمليون او بالأجزاء بالبليون منها طريقة الامتصاص الذري الكهروحراري لتقديره في نماذج مختلفة منها الحياتية ورواسب البحار ومياه الأنهار كما استخلص الكوبلت إضافة الى ايون النحاس والنيكل باستخدام تقنية الاستخلاص بالطور الصلب بوجود (polytetrafluoro ethylene) ومن ثم تقديره طيفيا بالكاشف $2\text{-naphthol}-(2\text{-pyridyl azo})-1$ لمدى من التراكيز (0.3-29.3) جزء بالمليون وعند مدى واسع من الدالة الحامضية، كما استخلص الكوبلت من محاليله المائية ومن ثم تقديره طيفيا باستعمال الكاشف Benzyl mono oxime وبمدى تركيزي (0.08-2.2) جزء بالمليون وحد كشف يصل الى (0.01) جزء بالمليون وقام (Gioks) وجماعته باستعمال بعض الطرق الالكترو تحليلية مثل الفولتامترية و البولاروغرافي لتقدير الكوبلت ولمدى خطي من التراكيز يتراوح (0.01-40) مليغرام /مل . وبعده كشف مساويا الى 80 بيكوغرام/مل .

كما استخدم الأقطاب مختارة الايونات في تقدير الكوبلت بتصنيع اغشية بوليميرية حاوية على ناقلات ايونية متعادلة متعددة حيث وصل حد التحسس فيها الى $(1 * 10^{-7})$ مولاري وذات ازمان استجابة مختلفة (10-12) كما استخدم (LU) وجماعته و (Cannizzaro) وجماعته من تقدير الكوبلت الحقن الجرياني المتحدة مع طريقة الامتصاص الذري الكهروحراري ولتراكيز تصل الى (0.03) جزء بالمليون .

واستخدمت الكواشف العضوية بصورة واسعة في التقدير الطيفي للكثير من الايونات الفلزية وبضمنها الكوبلت حيث تعتبر اصباغ الأزو من اكبر أصناف الكواشف المستخدمة في التقديرات الطيفية واللونية حيث تعد الطرق التي تعتمد على استخدام كواشف الأزو من الطرق الحساسة جدا .

فقد استخدمت مشتقات الثيازول أزو والاميدازول أزو ومعقداتها في تقنيات متعددة زيادة الى استعمالها المعروفة بوصفها كواشف عضوية مولدة للصبغة (Chromogenic- reagent)

١-٥ الطريقة الطيفية Spectrophotometric Method

تعتمد هذه الطريقة على العلاقة البسيطة بين امتصاص الشعاع عند طول موجي معين وتركيز المكونات الذائبة في المحلول ، ولأجل تقدير هذه المكونات فأنها تُحول في الغالب الى معقدات ذائبة باستخدام كواشف عضوية ومن خصائص هذه الطريقة و التي جعلتها مفضلة هي تنوع استخدامها (Versatility) وحساسيتها (Sensitivity) ودقتها الناتجة من الانتقائية العالية للمادة المراد تحليلها عند اطول موجية معينة وكذلك ملائمة وسهولة تطبيقها .

تعتمد هذه الطريقة على تطبيق قانون بير في الامتصاصية الذي يتضمن قياس قمم الامتصاص للمحلول عند الطول الموجي للامتصاص الأعظم .

١-٦ أنواع التصميم التجريبية (4)

ان التصميم التجريبي للباحث كالرسم الهندسي المعماري فاذا جاء هنا التصميم مبهما وغير واضح جاءت نتائج البحث ضعيفة القيمة ومبهما ،اما التصميم الذي يحسن وضعه الباحث فانه يضمن الهيكل السليم والاستراتيجية المناسبة التي تضبط له بحثه وتوصله الى نتائج يمكن الاعتماد عليها في الإجابة على الأسئلة التي طرحتها مشكلة البحث وفروضه فالتصميم يقترح على الباحث الملاحظات التي ينبغي عليه ان يتبعها كما يقترح عليه الأدوات الإحصائية المناسبة وكيفية تحليل المادة التي يجمعها والنتائج المحتملة التي يمكن ان يستخلصها من التحليل ولا يوجد نموذج واحد للتصميم يصلح لكل بحث فطبيعة المشكلة التي يتخذها الباحث موضوعا للتجربة وظروف العينة التي يختارها هي التي تحدد نوع التصميم وصورته واليك بالتفصيل أنواع التصميم التجريبي :-

١-تصميم المجموعة الواحدة

٢-تصميم المجموعات المتكافئة

٣-تصميم تدوير المجموعات

٤-التصميم العاملية :- هي تلك التصميم التي تتيح استخدام متغيرين مستقلين او اكثر في وقت واحد في التجربة بدلا من استخدام كل متغير على انفراد في تجربة مستقلة .تتلافى في هذا التصميم معظم عيوب ونقائص التصميم التي تحدد نفسها في اطلاق متغير واحد فقط وتثبيت الشروط والعوامل الأخرى في التجربة .

ولما كانت الظواهر الاجتماعية والبيولوجية معقدة و العوامل فيها متداخلة فان من الصعب على الباحث ان يتوصل في كثير من التجارب الى عزل عامل واحد هو المتغير المستقل وحتى عندما

ينجح في هذا العزل فانه قد يتجاهل فعل العوامل الأخرى المصاحبة التي تتفاعل مع هذا المتغير المستقل او قد يحول دون تأثيرها الذي يحدث عادة في المواقف الطبيعية .

والتصاميم العاملية توفر للباحث بيانات اكثر مما هي عليه فيما لو قام الباحث بتجربتين منفصلتين على انفراد ولكل منها متغير مستقل خاص بها اذ ان مثل هذه التجارب تعطي الإجابة عن اثر المتغير المستقل على المتغير التابع كل على انفراد . وفي التصاميم العاملية يتمكن الباحث من الحصول على الإجابة على اثر المتغير المستقل على المتغير التابع لكل من المتغيرين المستقلين اذ ان الباحث المستخدم لمثل هذه التصاميم يعرف التأثير المشترك للمتغيرين المستقلين ويتوصل الى حجم هذا التأثير ومداه - اقل او اكثر .

٧-١ إجراءات التصاميم العاملية

١- ما يحتوي على متغيرين مستقلين او اكثر ، وكل متغير قد ينقسم على حالتين او اسلوبين ويسمى هذا التصميم بـ(2*2).

٢- ما يحتوي على متغيرين مستقلين قد ينقسمان بحيث يظهر احد المتغيرين في حالتين والآخر في ثلاث حالات ويسمى هذا التصميم بـ(2*3).

٣- ما يحتوي على متغيرين مستقلين يتنوعان بحيث يظهر كل منهما في ثلاث حالات ويسمى هذا التصميم بـ(3*3).

٤- ما يحتوي على ثلاث متغيرات بحيث يظهر كل منها في حالتين ويسمى التصميم بـ(2*2*2).

٥- ما يحتوي على المتغير المستقل الأول في اربع حالات والثاني في ثلاث حالات والثالث في حالتين وبذلك تكون المجاميع العشوائية المطلوبة 24 وتسمى بتصميم (2*3*4)

ويعد التصميم (2*2) من ابسط التصاميم العاملية وفيها يدرس الباحث متغيرين مستقلين يظهر كل منهما في حالتين

١-٨ اعتبارات مهمة في منهج البحث التجريبي

يعد المنهج التجريبي ادق أنواع البحوث واكفاها في التوصل الى نتائج دقيقة يوثق بها ويرجع ذلك الى اعتبارات كثيرة من أهمها :-

١- انه يسمح بتكرار التجربة تحت شروط واحدة ، مما يتيح جمع الملاحظات والبيانات عن طريق اكثر من باحث وهذا يساعد في التحقيق من ثبات النتائج وصدقها .

٢- يتيح للباحث ان يغير عن قصد وعلى نحو منظم متغيرا معينا وهو المتغير التجريبي او المستقل ليرى تأثيره على متغير اخر هو المتغير التابع وذلك مع ضبط جميع المتغيرات الأخرى وبناء على ذلك يمكن للباحث ان يدرس العلاقات العلية بين متغيرات الظاهرة وبصورة ادق عما اتبع في المنهج الوصفي

الفصل الثاني

الجزء العملي

٢-١ الأجهزة المستخدمة

١-مطياف الاشعة فوق البنفسجية والمرئية ثنائي الاشعاع وذو خلايا من الكوارتز

-UV-Visible-Spectrophotometer-Shimadzu. Japan

- UV-Visible-Spectrophotometer

حيث استخدم الأول لرسم أطياف كل من محاليل الكاشف والايون الفلزي المعقد بينما الثاني استخدم في بقية التجارب لقياس الامتصاصية للمعقد عند الطول الموجي للامتصاص الأعظم

PH Meter

٢-جهاز قياس الدالة الحامضية

Water bath

٣-حمام مائي

Centrifuge-EBA20

٤- جهاز الطرد المركزي

٢-٢ المواد الكيميائية وطرق العمل

المواد الكيميائية المستخدمة في هذا البحث مجهزة من شركات مختلفة هي Merck و B,D,H,Fluka وبدرجات عالية من النقاوة وقد استخدم الماء المقطر في تحضير كل المحاليل اللازمة في هذا البحث.

تحضير الكاشف 2-2-(5-نيترو ثيازوليل ازو-8-هيدروكسي كوينولين)

(5-NTA8HQ)

هذا الكاشف سبق وان حضر سنة 2014 من قبل زينب (5) وأعيد تحضيره في هذا البحث

تحضير المحاليل القياسية :-

- محلول الكاشف :-

حُضر محلول الكاشف بتركيز ($1 * 10^{-2} M$) وذلك بإذابة (0.15g) منه في كمية قليلة من الايثانول ثم نُقل كميا الى قنينة حجمية سعة (50 ml) واكُمّل الى العلامة بالإيثانول .

-تحضير محلول ايون الكوبلت (II) القياسي بتركيز (1000 ppm) :-

أذيب (0.0403 g) من كلوريد الكوبلت سداسي المائي في الماء المقطر ثم اكمل الحجم الى (100 ml) ومن هذا المحلول تم تحضير بقية المحاليل القياسية الأخرى بالتخفيف المتعاقب .

محلول Triton X-114 بتركيز (10% v/v) :-

هذا المحلول حُضر بواسطة اخذ (10 ml) من Triton X-114 واذابته بالماء المقطر ثم تخفيفه الى العلامة في قنينة حجمية سعة (100 ml)

تحضير محاليل البفر :-

حُضرت محاليل بفر الخلات عند قيم PH مختلفة عن طريق اذابة 0.7708 gm من خلات الامونيوم في الماء المقطر و ثم ضُبُطت الدالة الحامضية بإضافة حجوم مختلفة من حامض الخليك المركز او الامونيا المركزة ثم اكمال الحجم الى اللتر بواسطة الماء المقطر.

٢-٣ دراسة طيف امتصاص محلول ايون الكوبلت (II) مع الكاشف (5-NTA8HQ)

اخذ (1 ml) من محلول ايون الكوبلت ذي تركيز (١٠ ppm) في قنينة حجمية سعة (10 ml) و اضيف اليه (0.3 ml) من الكاشف بتركيز ($1 \times 10^{-3} M$) واكمل الحجم بالماء المقطر ثم اجري مسح طيفي للمحلول مقابل محلول الكاشف المُحضّر بنفس الطريقة كمرجع وذلك لغرض تحديد الطول الموجي للامتصاص الأعظم للمعقد المتكون ما بين الكوبلت والكاشف.

٢-٤ الطريقة العامة لاستخلاص ايون الكوبلت (II) باستخدام الاستخلاص بنقطة الغيمة

يؤخذ (2 ML) من المحلول الحاوي على كمية معلومة التركيز من ايون (II) ويُضاف له (0.3 ml) من الكاشف بتركيز ($1 \times 10^{-3} M$) ثم يضاف (1 ml) من محلول البفر عن $ph=5$ ، ثم يُضاف (0.2 ml) من Triton X-114 وتُمزج سوية في قنينة حجمية سعة (10 ml) وتخفف الى العلامة بالماء المقطر ثم يُنقل المزيج الى انبوبة الطرد المركزي سعة (10 ml) حيث يتم تسخين المزيج في حمام مائي بدرجة (60 C) لمدة (15) دقيقة ثم فصل الاطوار بواسطة جهاز الطرد المركزي ، ويتم زيادة لزوجة الطور بواسطة تبريد المزيج في حمام ثلجي لمدة (5) دقائق وبعد التخلص من الطور المائي يؤخذ الطور ويذاب باستخدام (3 ml) من الايثانول ومن ثم يُعين ايون الكوبلت طيفيا عند الطول الموجي الأعظم له .

٥-٢ تحديد الظروف الفضلى للاستخلاص بنقطة الغيمة لايون (Co II) باستخدام الكاشف

(5-NTA8HQ)

١-تأثير الدالة الحامضية :-

اخذت مجموعة من القناني الحجمية سعة (10 ml) و اضيف الى كل منها (2 ml) من محلول ايون الكوبلت (II) بتركيز (1 ppm) و (0.3 ml) من الكاشف بتركيز ($1 \times 10^{-3} M$) و اضيف لها (0.2 ml) من (Triton X-114) ثم اضيف اليها كميات مختلفة من بفر الخلات بالمدى (2-8) و اكمل الحجم بالماء المقطر الى العلامة ثم طبقت عليها طريقة الاستخلاص بنقطة الغيمة المذكورة سابقا وقيست الامتصاصية عند الطول الموجي الأعظم .

٢-تأثير تركيز الكاشف (5-NTA8HQ) :-

اخذت مجموعة من القناني الحجمية سعة (10 ml) و اضيف الى كل منها (2 ml) من محلول ايون الكوبلت (II) بتركيز (1 PPM) و اضيف اليها حجوم مختلفة من الكاشف تتراوح من (0.5-0.1) بتركيز ($1 \times 10^{-3} M$) و اضيف اليها (0.2 ml) من (Triton X-114) عند PH المتلى و اكمل الحجم بالماء المقطر الى العلامة ثم طبقت عليها طريقة الاستخلاص بنقطة الغيمة المذكورة سابقا وقيست الامتصاصية عند الطول الموجي الأعظم .

٣-تأثير كمية (Triton X-114) :-

تم إضافة حجوم مختلفة من (Triton X-114) بتركيز (10% v/v) تتراوح من (0.1-0.5) مع بقاء الظروف الأخرى ثابتة ثم قيس الامتصاصية لكل محلول عند الطول الموجي الأعظم بعد تطبيق تقنية الاستخلاص بنقطة الغيمة.

٦-٢ تعيين الظروف الفضلى باستخدام التصاميم العاملية

تم اجراء التصميم العملي لعاملين من العوامل المؤثرة على تكوين المعقد لمعرفة تأثير تلك العوامل ذات الدور المهم في عملية تكوين المعقد وعملية الاستخلاص ،العاملين هما تأثير الدالة الحامضية وتأثير تركيز الكاشف مستويات العوامل حُددت بإشارة (-) للمستوى الواطئ وإشارة (+) للمستوى العالى وإشارة (0) لمعدل المستويين وكما مبين بالجدول التالي (الجدول رقم (١) يوضح إشارات العاملين لثلاث مستويات لمعقد الكروم الثنائي)

العامل	المستوى	
	+	-
PH	٦	٤,٥
C _R	٠,٣	٠,٢

جدول رقم (١)

وُصِّمَت مصفوفة التصميم التجريبي لعاملين في ثلاثة مستويات كالتالي

الامتصاصية	القيمة الحقيقية		الإشارة		القياس
	C _R	PH	C _R	PH	
	0.3	6	+	+	1
	0.1	6	-	+	2
	0.3	3	+	-	3
	0.2	6	0	+	4
	0.2	3	0	-	5
	0.3	4.5	+	0	6
	0.1	4.5	-	0	7
	0.1	3	-	-	8
	0.2	4.5	0	0	9

جدول رقم (٢)

٧-٢ تحضير منحنى المعايرة :-

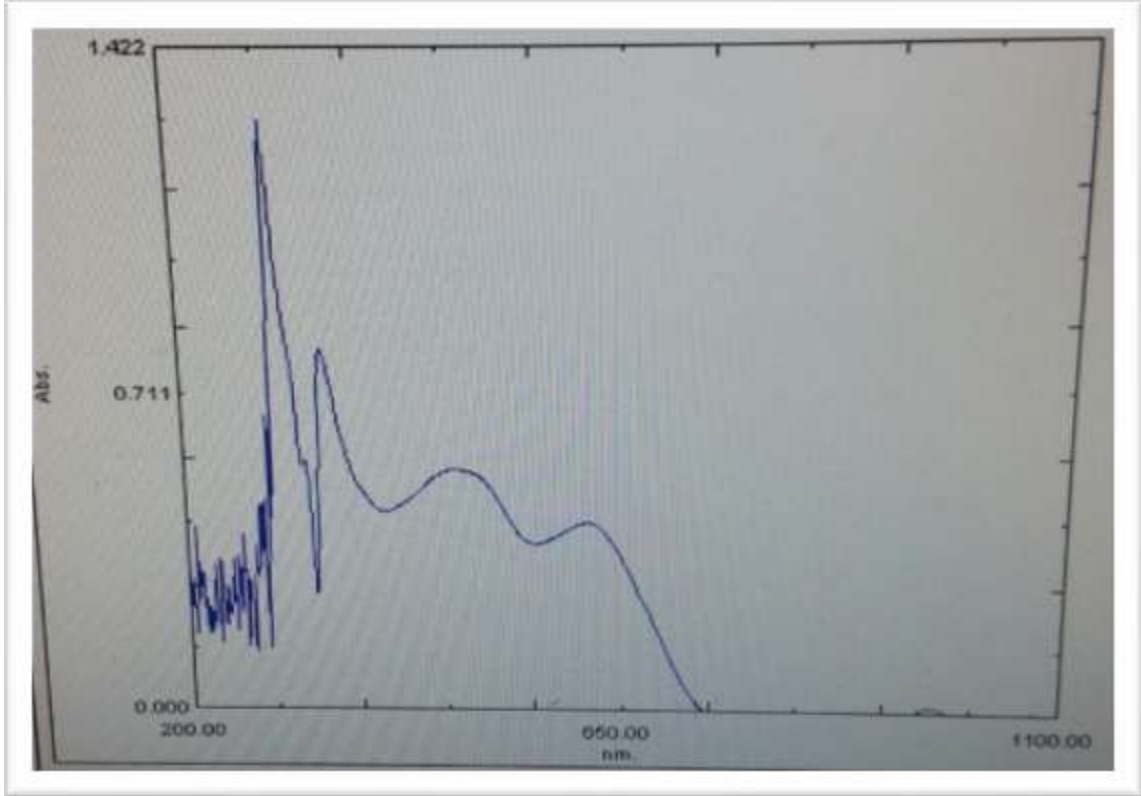
تم تحضير عدة محاليل قياسية بتركيز مختلفة لايون الكوبلت (II) تتراوح من (10-70 PPM) في قناني حجمية سعة (10ml) واضيف لها الحجم المثلئ من محلول البفر والكاشف العضوي ومادة (Triton X-114) وأكمل الحجم الى العلامة بالماء القطر وطبقت عليها الطريقة العامة للاستخلاص بنقطة الغيمة ثم قيست الامتصاصية لها عند الطول الموجي للامتصاص الأعظم ضد محلول البلانك المُحضر بطريقة متماثلة الظروف بدون وجود الايون الفلزي

الفصل الثالث

١-٣ النتائج والمناقشة

١-دراسة طيف امتصاص محلول معقد الكوبلت (II) مع الكاشف العضوي:-

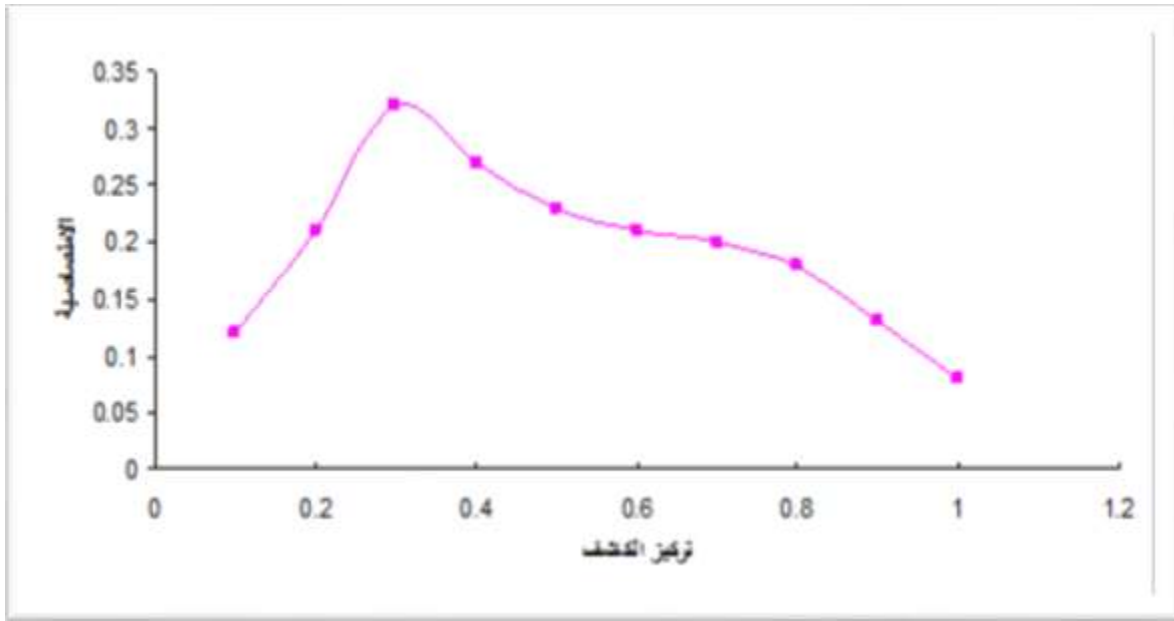
تم اجراء مسح طيفي لمعقد محلول الكوبلت (II) مع الكاشف (5-NTA8HQ) بوجود المادة السطحية (Triton X-114) مقابل محلول الكاشف المُحضر بنفس الطريقة كمرجع وذلك لتحديد الطول الموجي للامتصاص الأعظم للمعقد المتكون ما بين الكوبلت والكاشف والشكل (١) يوضح طيف الاشعة المرئية للمعقد المتكون حيث اظهر الشكل حزمة رئيسية عند الطول الموجي (615) نانومتر تعود الى الانتقال ($n \rightarrow \pi^*$) العائد لمجموعة الأزور الخاصة بانتقال الشحنة (Charge transfer)



الشكل رقم (١)

٣- تأثير تركيز الكاشف

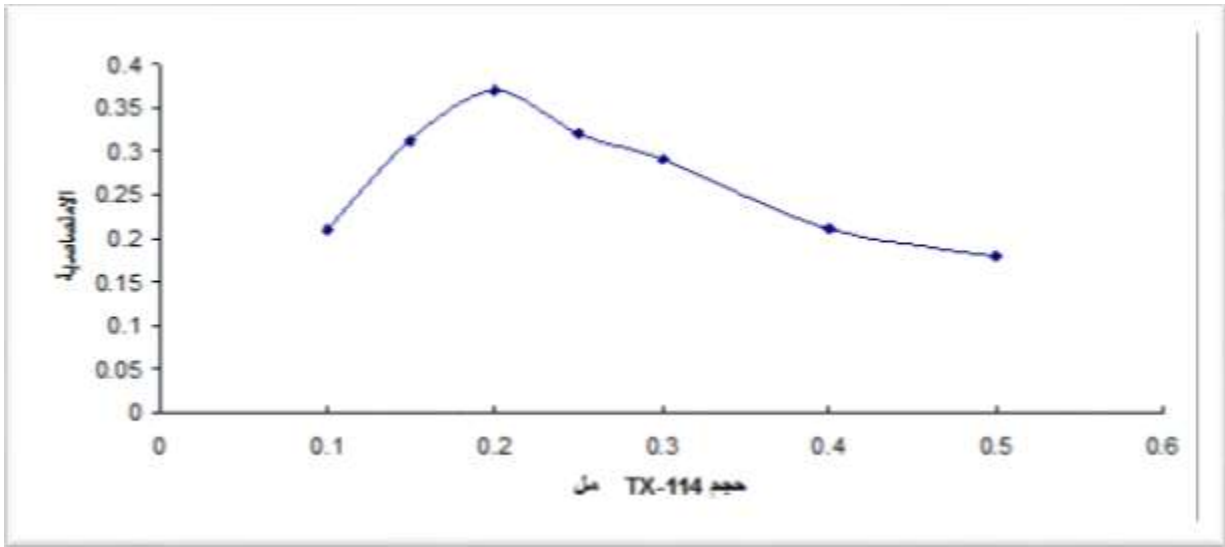
تم دراسة تأثير تركيز الكاشف (5-NTA8HQ) على معقد الكوبلت (II) عن طريق قياس الامتصاصية وفقا الى الطريقة العامة للاستخلاص بنقطة الغيمة للمحلول الحاوي على (20mg/L) من الكوبلت و (Triton X-114) بتركيز (10% v/v) وكميات مختلفة من الكاشف (5-NTA8HQ) تراوحت من (0.1-0.5 ml) والنتائج موضحة بالشكل (٣)



الشكل (٣)

٤- تأثير تركيز (Triton X-114)

الشكل (4) يوضح تأثير تغير كمية (Triton X-114) على امتصاصية المعقد المتكون بين ايون الكوبلت (II) والكاشف (5-NTA8HQ) بعد تطبيق الطريقة العامة للاستخلاص بنقطة الغيمة حيث أضيفت كميات مختلفة من (Triton X-114) بتركيز (10% v/v) بحدود (0.1- ml) مع تثبيت الظروف الأخرى والنتائج تشير الى ان حجم (0.2) مل من (Triton X-114) هو الحجم الأفضل لإعطاء اعلى امتصاصية للمعقد المتكون .



الشكل (4)

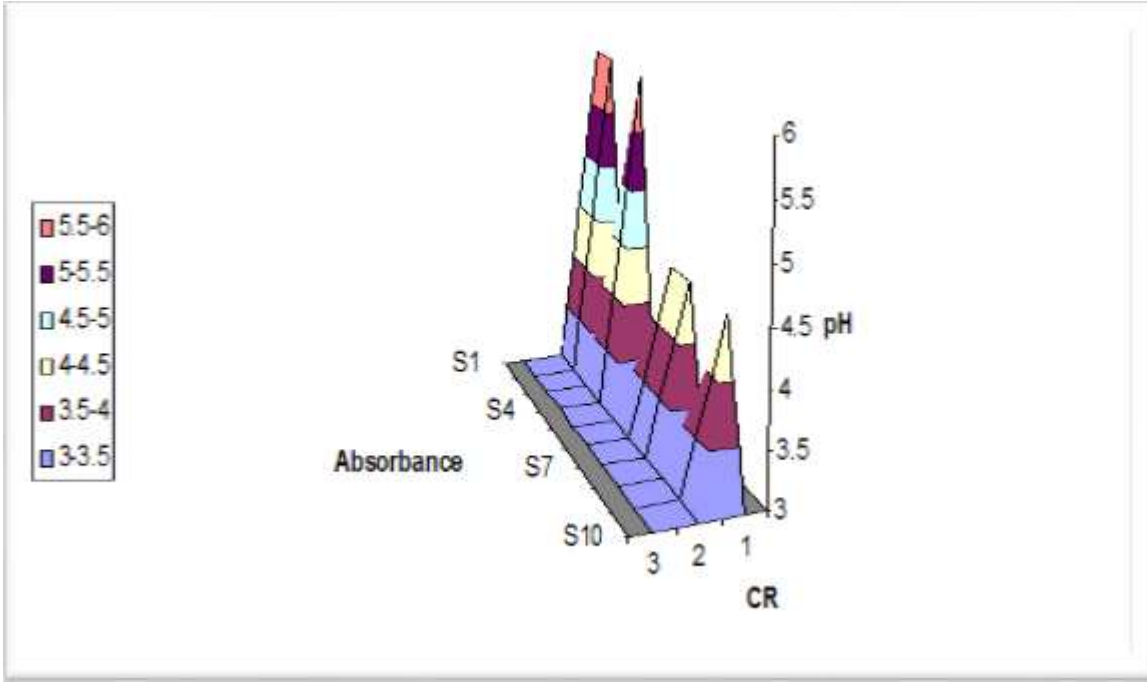
٣-٢ تعيين الظروف الفضلى باستخدام التصاميم العاملة

لتقييم النموذج وتعيين الظروف المثلى للمتغيرات المهمة (الدالة الحامضية و ph وتركيز الكاشف C_R) أجريت التصاميم العاملة لها في ثلاث مستويات (جدول رقم ٣) وان قيم الامتصاصية لكل قراءة موضحة بالجدول التالي

الامتصاصية	القيمة الحقيقية			الإشارة		القياس
	C_R	PH		C_R	PH	
0.157	0.3	6		+	+	1
0.228	0.1	6		-	+	2
0.137	0.3	3		+	-	3
0.203	0.2	6		0	+	4
0.140	0.2	3		0	-	5
0.181	0.3	4.5		+	0	6
0.259	0.1	4.5		-	0	7
0.138	0.1	3		-	-	8
0.281	0.2	4.5		0	0	9

جدول رقم (٣)

ومن هذه القيم رسمت الاستجابة على شكل ثلاثي الأبعاد (3D) كما مبين في الشكل رقم (٥) التالي



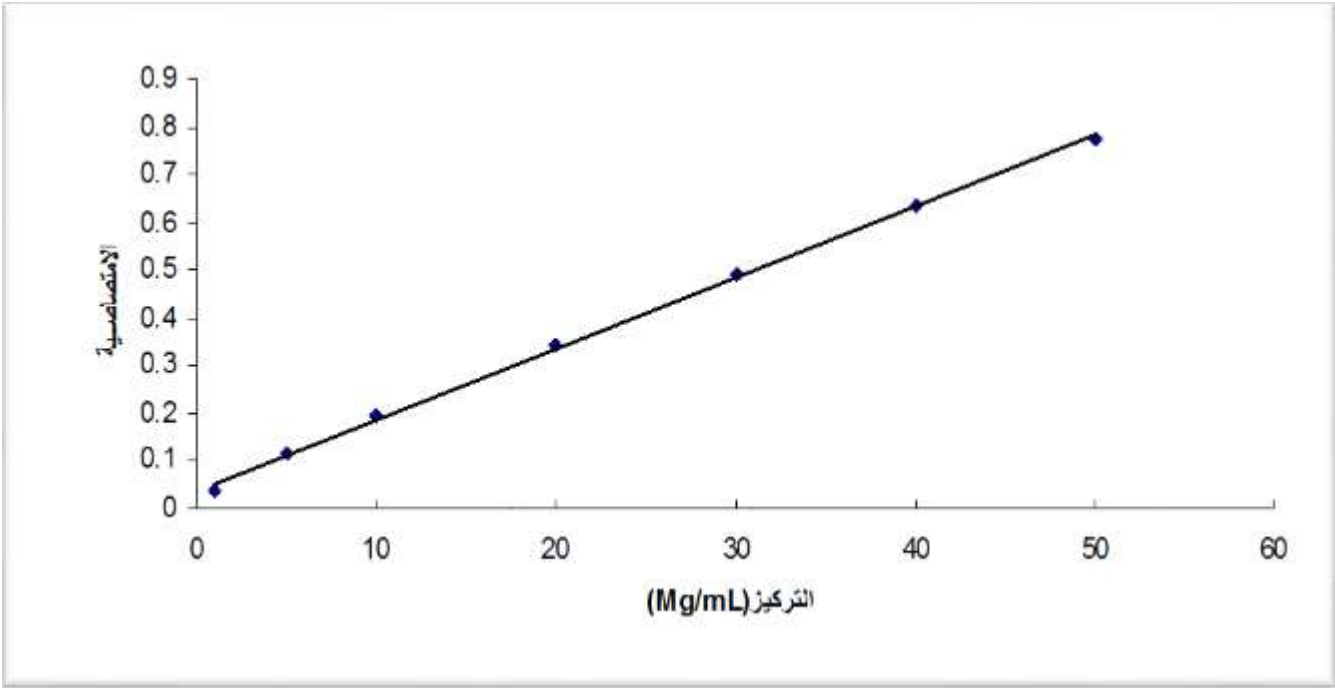
الشكل (٥)

ومن خلال الشكل (رقم ٥) نلاحظ انه من الضروري الحفاظ على قيم PH ما بين (4.5 – 5) بقيمة مثلى $PH=4.7$ وهي قريبة من القيمة التي حصلنا عليها عن طريق تعيين الظروف المثلى الكلاسيكية

٣-٣ منحنى المعايرة :-

تحت الظروف المثلى التي حصلنا عليها من تطبيق تقنية الاستخلاص بنقطة الغيمة تم الحصول على منحنى معايرة خطي عن طريق رسم قيم الامتصاصية ضد تراكيز ايون الكوبلت (II) والشكل (رقم ٦) يوضح النتائج حيث يلاحظ من الشكل (رقم ٦) ان مدى الخطية يتراوح بين التراكيز (10-50 PPM) ومنه حصلنا على عامل اغناء بقيمة (١١٥)

شكل رقم (٦)



المصادر

1-K.G.AL-Adely and F.H.Hussein .Natio
J.of chem,1,87(2001)

2-J and Teo,K,C (Determination of cadmium ,copper,Lead and Zinc
in water sample by Flame Atomic absorption spectrometry after
cloud point Extraction ,Analytica chimica ,Acta ,Vol 450 ,pp.215-222
(2010)

3- قاسم حسن كاظم [التقدير الطيفي لايون الكوبلت الثنائي باستخدام الكاشف 2-(3-برومو
فنيل ازو)-5,4ثنائي فنيل اميدازول]مجلة جامعة بابل/العلوم الصرفة والتطبيقية /المجلد ١٢
العدد ٣ (٢٠٠٦)

4- كتاب دليل الباحثين في التحليل الاحصائي للبيانات باستخدام برنامج (Minitab),تأليف
د.اسامه ربيع امين (٢٠٠٧)

5-Ibrahim .ZT, Khammas ZAA , Khadhim KJ .Determination of
micro amounts of Fe (II) AND Fe (III)in tea and rice sample by
cloud point extraction spectrophotometry using anew chelating
agent .Int . J.chem Sci ,12 (4):1189-1207,(2014).