جمهورية العراق

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة القادسية

كلية العلوم/ قسم الكيمياء

تطبيق تصميم Box-benken في ايجاد الظروف المثلى للتقدير الطيفي لعنصر النيكل

بحث مقدم من قبل الطالبة

فاطمة حسن ولي

الى مجلس كلية العلوم – قسم الكيمياء, للحصول على

شهادة البكالوريوس في علوم الكيمياء

بإشراف

د. زينب طارق ابراهيم

١٤٣٩هـ ٢٠١٨م

بسم الله الرحمن الرحيم

((وَقُل رَّبِّ زِدْنِي عِلْمًا))

صدق الله العلي العظيم

سورة طه : ١١٤

شكر وتقدير

بسم الله خير الأسماء . . . بسم الله رب الأرض والسماء . . باسمه الذي عليه توكلي في الشدة والرخاء . . والأخر بلا اخر يكون بعده . الذي قصرت عن رؤيته ابصار الناظرين وعجزت عن نعمته أوهام الواصفين الحمد لله الذي من علينا بمحمد نبيه (صلى الله عليه واله وسلم)

يطيب لي وانا على اعتاب نهاية هذا البحث بعونه تعالى ان اقدم خالص شكري واحترامي الى الدكتورة (زينب طارق إبراهيم) لاقتراحها موضوع البحث والاشراف المباشر عليه وما قدمته من نصائح وارشادات قيمه طيلة فترة اعداد البحث .

واخيراً اقف عاجزة عن تقديم شكري وحبي لعائلتي الكريمة لما قدمته لي من رعاية وتشجيع ودعم فأليهم ارفع اسمى آيات الشكر والتقدير وجزاهم الله عني خير الجزاء وابقاهم سنداً وعوناً . وأتمنى من الله العلي القدير ان يوفق الجميع ويوفقني معهم لتقديم كل ما هو خير ل

وطننا الحبيب والإنسانية جمعاء .

الله ولي التوفيق

الإهداء

إلى الحبيب المصطفى محمد صلى الله عليه وآله وسلم

إلى الذين وجوههم لغير الله ما توجهت ... وأقدامهم لغير الله ما سارت

... إلى كل من في الوجود بعد الله ورسوله والأئمة الميامين ..

إلى نبع الحنان... والدتي

إلى النور الذي ينير لي درب النجاح .. إلى القلب الكبير .. إلى والدي

الى ارواح ،،،،،،،،،،،،،،،، شهداء الوطن

إلى من علمونا حروفاً من ذهب..... وكلمات من درر

....وعبارات من أسمى وأحلى العبارات في العالم ..... إلى من

صاغوا لنا علمهم حروفا ....

ومن فكرهم منارة تنير لنا سيرة العلم والنجاح

إلى أساتذتنا الكرام

المحتويات

الموضوع	رقم الصفحة
الآية القرآنية	آ
الاهداء	ب
الشكر والتقدير	ج
المحتويات	د
الخلاصة	١
الفصل الاول	
١-١ كواشف العضوية واهميتها في الكيمياء التحليلية:	٢
١-٢ تقنية استخلاص نقطة الغيمة(Cloud Point Tech Extraction):	٤
١-٣ كيمياء النيكل :	٧
١-٤ التصاميم التجريبية (experimental of design)	٩
الفصل الثاني	
٢-١ الاجهزة المستخدمة:	١١
٢-٢ المواد الكيميائية وطرق العمل:	١١
٢-٣ تحضير المحاليل القياسية:	١٢
الفصل الثالث	
٣ - ١ النتائج والمناقشة	١٧
المصادر :	٢٦

الخلاصة

تضمن البحث استخدام الكاشف العضوي المحضر 2-(Benzoimidazolylazo-4-benzylphenol) ((BIABP)) مختبريا في التقدير الطيفي لكميات نزرة من ايون النيكل الثنائي استخلاصه باستخدام تقنية الاستخلاص بنقطة الغيمة , المعقد المتكون مع الكاشف يمتص عند الطول الموجي للامتصاص الاعظم (530) نانومتر بينما كان الطول الموجي الاعظم للكاشف (484)نانومتر عند دالة حامضية (PH=6) الذي استخلص بكفاءة في الطور الغني للتريتون X-114 ومن ثم تقديره طيفيا عند الامتصاص الاعظم في (530) نانومتر , اجريت تجارب مختلفة للحصول على الظروف الفضلى المهمة للتحليل من خلال دراسة تأثير العوامل المؤثرة على كفاءة الاستخلاص باستعمال تقفي العوامل تتابعيا واستخدام التصاميم العاملية في تحديد الظروف الفضلى بدقة اكثر ومن هذه العوامل الدالة الحامضية (PH) وتركيز الكاشف وكمية المادة السطحية بتطبيق الظروف الفضلى امكن الحصول على عامل اغناء (112) وضمن مدى خطي يتراوح (10-80) .mg/ml

١- ١ كواشف العضوية واهميتها في الكيمياء التحليلية:

تحظى العديد من الكواشف الكيمياوية 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 مجاميع قاعدية لها مزدوجات الكترونية غير أصريه مكونة ما يسمى بالمعقدات ولقد انتشرت تلك الكواشف بشكل واسع ولاقت تطبيقات واستخدامات عديدة وذلك للمحاسن التالية التي تمتاز بها :

١. **الاوزان الجزيئية 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 التحاليل الكمية الدقيقة Microanalysis.

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

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

٤. **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 .

٥. **ذوبـان معقـداتها فـي المـذيبات العضـوية** : لـذلك تسـتخدم فـي عمليـات الفصـل بالاستخلاص بالمذيب وبـالرغم من المحاسن السابقة التـي تمتاز بها الكواشف العضوية فلها بعض المساوئ التالية :

- ذات تطايريه عالية حيث تتأثر بالحرارة لضعف الاواصر بين جزيئاتها .
- تعتبر مركباتها لا قطبية : حيث لا تذوب في الماء مما يجعلنا ان لا نستخدم المذيبات القطبية كالماء في تحضير محاليلها.
- 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 المجل قدرتها على الانتقائية والحساسية العاليتين ،ومثال على ذلك استخدام كاشف (DMG) للكشف عن وتقدير النيكل .

١ـ٢ تقنية استخلاص نقطة الغيمة(Cloud Point Tech Extraction):

تكتسب العناصر النزرة عناية متزايدة من العلماء الذين يعملون في المجالات التحليلية المختلفة لما تمتلكه هذه العناصر من أهمية كيميائية وغذائية وحيوية لان وجود

او عدم وجود العناصر النزرة في نظام ما ,له أهمية في تحديد سلوك النظام ,وذلك يتطلب تقنية لها القدرة على قياس التراكيز القليلة جدا وهذا متوافر في تقنية استخلاص نقطة الغيمة (CPET) والتي هي عبارة عن التقنية القادمة لقياس التراكيز القليلة جداً وفصل العديد من العناصر النزرة من النظم البيولوجية والكيميائية المختلفة.

وهي عبارة عن نظام مستدام لأنها تنطوي على استخلاص نقطة صغيرة من المحلول وهي السطح المستعمل ,وهذا أيضا في تراكيز منخفضة جدا وفي درجات حرارة مرتفعة قليلا لتشكيل الغيوم التي يفصل منها الجزء الأكبر.

ظهرت تقنية استخلاص نقطة الغيمة (CPET) (Cloud Point Extraction عام ١٩٧٦م من قبل (Watanabe) وجماعته باستعمال (TritonX- 100) بوصفة سطحاً لاغناء النيكل (II) وباستعمال الكاشف العضوي (TAN)(1-2-thiazolylao-2-naphthol).

وبعد ذلك ارتفع عدد المنشورات المتعلقة بهذه التقنية باضطراد واستهدفت المعادن والبروتينات والجزيئات العضوية المختلفة ومما يجدر الإشارة اليه ان الاهتمام المتزايد بهذه التقنية وتطبيقها نابع من المزايا المهمة التي تمتاز بها مثل الإجراءات البسيطة وانخفاض الكلفة والسلامة البيئية والكفاءة العالية والسرعة واستعمال مذيبات قليلة السمية كذلك تعد تقنية فصل واغناء وطبقت على نطاق واسع لتحديد العناصر النزرة Trace Elements.

تتفق هذه التقنية مع مبادئ (Green Chemistry) حيث انها تقلل او تلغي استعمال او توليد المواد الخطرة في تصميم او تصنيع او تطبيقات المواد الكيميائية وهذا

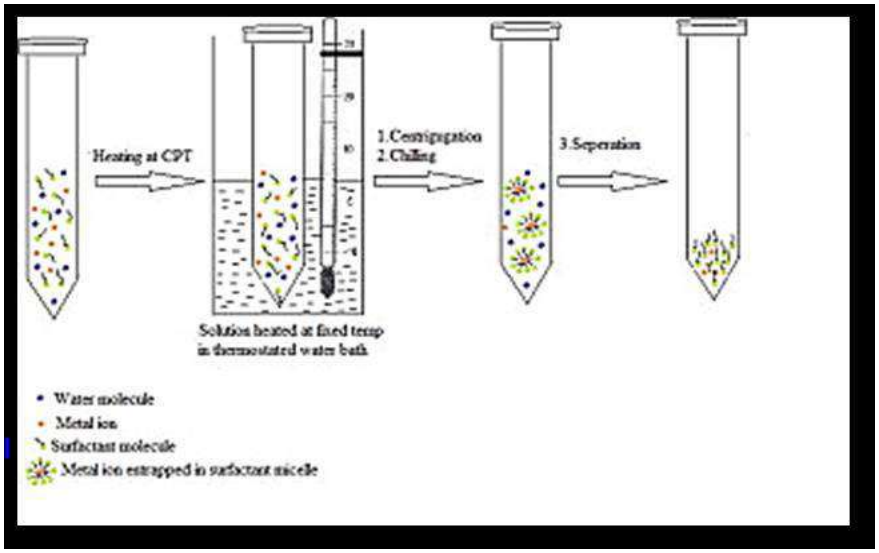
النهج الجديد يحمي البيئة عن طريق اختراع العمليات الكيميائية الأكثر اماناً والصديقة للبيئة التي تمنع التلوث من المصدر بدلاً من التنظيف في النهاية للأنابيب والمنتجات والملوثات الناتجة عن الطرق التقليدية.

ان نظرية نقطة الغيمة ناتجة عن خاصية مهمة لبعض السطوح عند درجة حرارة معينة لتعطي طبقة جزيئية او مايسيلات فوق السطح مع فقدان كمية من ماء الذوبان لتظهر بشكل طبقة الغيمة ولذلك فان العمل في هذه التقنية لا يتضمن استعمال طورين وانما يعتمد على تكوين الطور الثاني من خلال استعمال بعض السطوح surfactants مثل (TritonX- 100، TritonX- 114 ،Tween-20, Tween-80)، وغيرها من السطوح.

طرق الفصل في تقنيات (CPE) تعتمد على نوع السطح وتركيبة وطبيعة وتركيب الجزيئات المكونة (للمايسيل).

وان عمليات الفصل على وفق هذه التقنيات تحتاج الى درجة حرارية ملائمة لتكوين طبقة الغيمة وبذلك سوف ينفصل المحلول الى طبقتين هما طبقة عالية الكثافة الحاوية على السطح وتعرف نقطة الغيمة Cloud point وبسبب الكثافة العالية لهذه الطبقة سيكون حجمها صغيراً (Surfactant- rich phase) وطبقة المحلول المائي ستكون ذات حجم كبير.

ان عملية الحصول على طبقة السطح الكثيفة ذات الحجم الصغير هو الأساس في تطبيق تقنيات الفصل والاستخلاص وفق تقنية نقطة الغيمة Cloud - point extraction methodology(CPE) .



طريقة الاستخلاص بنقطة الغيمة

١-٣ كيمياء النيكل :

النيكل عنصر كيميائي له الرمز Ni والعدد الذري 28 في الجدول الدوري للعناصر، وهو فلز أبيض فضي بمظهر ذهبي خفيف وهو أحد أربع عناصر حديدية المغناطيسية عند درجة حرارة الغرفة، والثلاثة الباقون هم الحديد والكوبالت والگادولينيوم.

يرجع استخدام هذا العنصر لعام ٣٥٠٠ ق.م. ولكن تم فصله لأول مرة عام ١٧٥١ على يد العالم السويدي أكسل فردريك كرونستدت الذي أخطأ في اعتقاده انه خام معدن النحاس.

أهم الخامات لهذا المعدن هو الليدرايتس الذي يتضمن الليمونيت والجارنيرايت والبنتلاندايت. أكبر مواقع انتاج هذا المعدن تقع في منطقة سادبري في كندا ونيو كاليدونيا في روسيا.

يمتاز المعدن بمقاومته للتآكل ولذلك له استخدامات كثيرة في السبائك كطلاء للسبائك وفي تصنيع العملات المعدنية والمغناطيس والعديد من الادوات المنزلية والطبية وكعامل حفز في عملية الهدرجة وفي العديد من التطبيقات الأخرى.

في بعض الأنواع من الحياة يستخدم النيكل كمركز نشط لتصنيع الأساس المعدني. يعتبر معدن النيكل العنصر الثاني والعشرين من حيث الوفرة في القشرة الأرضية كما يعد المعدن السابع بالنسبة لوفرة العناصر الانتقالية. بالرغم من وجود كثير من المعادن التي تحتوي على عنصر النيكل، الاان معادن الكبريتيد والأكاسيد تعد أهم المعادن الرئيسية إقتصاديا.

النيكل فلز ذو لون أبيض فضي لامع، ينتمي إلى الفلزات الانتقالية وهو أحد المواد الاربعة المغناطيسية في درجات الحرارة والضغوط العادية.

فلز النيكل قاسٍ وقابل للطرق. يوجد غالباً في الطبيعة مع الكبريت و الحديد في البنتلاندايت أو الكبريت في الميلليرايت أو الزرنيخ والكبريت في النيكل جالينا أو مع الخارصين في المناجم.

النيكل عنصر نشيط كيمائياً بشكله الحر، فيتفاعل مع أكسجين الهواء الجوي ببطيء في درجات الحرارة والضغوط العادية مشكلاً طبقة عازلة من الأكسيد على السطح تخفف من مدى النشاط الكيميائي كما هي الحال بالنسبة لعناصر الكروم والألومنيوم والتيتانيوم.

لهذا السبب يستعمل النيكل غالباً في عمليات الطلي المعدني كالحديد والنحاس الأصفر و في سك العملات المعدنية، وفي صناعة الأجهزة المخبرية والطبية والكيميائية أيضاً وفي أنواع محددة من السبائك كسبيكة الفضة الألمانية.

يُستخدم النيكل في الأعمال الهيكلية والتغطية الكهربائية لمقاومته الصدأ. وتستخدم المطابع كثيراً ألواح طباعة مغطاة بالنيكل لتستطيع احتمال الاستعمال الشديد. ويكوِّن بيروكسيد النيكل مادة موجبة فعالة في مركم أديسون (البطارية المشحونة)، كما يستعمل النيكل في مركم الكادميوم والنيكل.

ومن استخدامات النيكل الهامة تنشيط تفاعلات كيميائية معينة بطريقة الحفز. ولا يتغير النيكل نفسه خلال هذه العملية ويمكن تكرار استعماله. ويستخدم النيكل حفازًا في عملية تسمى الهدرجة إذ يساعد النيكل بعض المكونات العضوية على الاتحاد مع الهيدروجين لتكوين مكونات جديدة. وتُنتج الهدرجة زيتًا نباتيًا جامدًا للطهي.

١-٤ التصاميم التجريبية (experimental of design)

ان استخدام التصميم التجريبي الصحيح يضمن للباحث الهيكل السليم والاستراتيجية المناسبة التي تضبط له بحثه وتوصله الى نتائج يمكن الاعتماد عليها في الاجابة على الاسئلة التي طرحتها مشكلة البحث وفروضه.

ولعل اهم ما تتميز به التصاميم التجريبية هو كفاية الضبط للمتغيرات والتحكم فيها عن نص من جانب الباحث.

حيث يهدف التصميم التجريبي بصورة عامة الى استنتاج علاقة معينة بين مجموعتين من العوامل تسمى بالمتغيرات واستنتاج مدى تأثير احدهما على الاخر وكذلك ضبط تأثير المتغيرات الدخيلة وبهذا يهدف الى تقليل ما يمكن من تباين الخطأ والذي يشمل الخطأ والقياس.

- **التصاميم العاملية :**

هي نوع من انواع التصاميم التجريبية التي تتيح استخدام متغيرين مستقلين او اكثر في وقت واحد في التجربة بدلا من استخدام كل متغير على انفراد في تجربة مستقلة ، تتلقى في هذه التصاميم معظم عيوب ونقائص التصاميم التي تحدد نفسها في اطلاق متغير واحد فقط وتثبيت الشروط والعوامل الاخرى في التجربة.

- **التصميم السطحي للاستجابة (response surface design)**

هو مجموعة تصاميم متقدمة من تقنيات التصاميم التجريبية التي تستخدم لتحديد العوامل او المتغيرات الاهم او الاكثر تأثيرا واستبعاد المتغيرات الغير مؤثرة او الضارة وفهم وتفسير وعرض نتائج التصاميم المختلفة واختيار التصميم الانسب لكل نوع من انواع التجارب.

هناك نوعان مهمان في تصاميم سطح الاستجابة :

١. التصاميم المركبة المركزية (Central Composite Design)

٢. تصميم صندوق (Behnken) (Box-Behnken Design)

- ***تصميم صندوق (Behnken) (Box-Behnken Design):***

هو نوع من الاحصاء التطبيقي يتناول تحليل الاختبارات لتقييم العوامل التي تتحكم في قيمة الاستجابة.

في هذا التصميم يتم وضع كل عامل او المتغير من واحدة من ثلاث قيم متساوية التباعد يتم ترميزها$(-1,0,+1)$ والتصميم يجب ان يكون كافيا لتكوين نموذج تربيعي.

- يجب ان يعتمد التباين التقديري بشكل او بأخر فقط على المسافة من المركز ويجب ان لا يختلف داخل اصغر مكعب يحتوي على النقاط التجريبية.
- هندسة التصميم عبارة عن كرة بحيث يبرز سطح الكرة من خلال كل وجه مع سطح الكرة المائلة الى نقطة المنتصف.

٢-١ الاجهزة 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.

٢-جهاز قياس الدالة الحامضية.(PH Meter)

٣-حمام مائي. (Water bath)

٤-جهاز الطرد المركزي (Centrifuge EBA20)

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 تحظير كل المحاليل اللازمة في هذا البحث.

تحضير الكاشف:

2-[(Benzoimidazolyl)azo]-4-benzyl phenol(BIABp)

هذا الكاشف سبق وان حضر سنة ٢٠١٥ من قبل زينب[٣] واعيد تحضيره في هذا البحث.

٢-٣ تحضير المحاليل القياسية:-

- **محلول الكاشف:-**

حضر محلول الكاشف بتركيز ($1*10^{-2}$ M) وذلك بإذابة (0.15g) منه في كمية قليلة من الايثانول ثم نقل كمية الى قنينة حجميه سعة (50ml) واكمل الى العلامة بالايثانول.

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

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

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

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

- **تحضير محلول بفر:-**

حضرت محاليل بفر الخلات عند قيم (PH) مختلفة عن طريق اذابة (0.7708) من خلات الامونيوم في الماء المقطر وثم ضبطت الدالة الحامضية بإضافة حجوم

مختلفة من حامض الخليك المركز او الامونيا المركزة ثم اكمال الحجم الى اللتر بواسطة الماء المقطر.

- **دراسة طيف امتصاص محلول ايون النيكل (II) مع الكاشف (BIABP)**

اخذ (2ml) من محلول ايون النيكل ذي تركيز (PPm10) في قنينة حجمية سعة (10ml) واضيف اليه (2ml) من الكاشف بتركيز ($1*10^{-3}$M) واكمل الحجم بالماء المقطر ثم اجري مسح طيفي للمحلول مقابل محلول كاشف المحضر بنفس الطريقة كمرجع وذلك لغرض تحديد الطول الموجي للامتصاص الأعظم للمعقد المتكون ما بين النيكل والكاشف.

- **الطريقة العامة لاستخلاص ايون النيكل (II) باستخدام الاستخلاص بنقطة الغيمة**

يؤخذ (2ml) من المحلول الحاوي على كمية معلومة التركيز من ايون (II) ويضاف له (0.2ml) من الكاشف بتركيز ($1*10^{-3}$ M) ثم يضاف(2ml) من محلول البفر عن (PH=6) ثم يضاف (2ml) من(Triton X −114) وتمزج سوية في قنينة حجمية سعة (10ml) وتخفف الى العلامة بالماء المقطر ثم ينقل المزيج الى انبوبة الطرد المركزي سعة (10ml) حيث يتم تسخين المزيج في حمام مائي بدرجة (60C) لمدة (15) دقيقة ثم يتم 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 (3ml) من الايثانول ومن ثم يعين ايون النيكل طيفيا عند الطول الموجي الأعظم له.

- **تحديد الظروف الفضلى لاستخلاص بنقطة الغيمة لايون النيكل باستخدام الكاشف(BIABP)**

١-تأثير الدالة الحامضية:

اخذت مجموعة من القناني الحجمية سعة (10ml) واضيف الى كل منها (2ml) من محلول ايون النيكل (II) بتركيز (1000ppm) و (2ml) من الكاشف بتركيز ($1*10^{-3}$ M) واضيف لها (2ml) من (Triton X -114) ثم اضيف اليها كميات مختلفة من بفر الخلات بالمدى (3,4,5,6,8) واكمل حجم بالماء المقطر الى العلامة ثم طبقت عليها طريقة الاستخلاص بنقطة الغيمة المذكورة سابقا وقيست الامتصاصية عند الطول الموجي الأعظم.

٢- تأثير تركيز الكاشف:

اخذت مجموعة من القناني الحجمية سعة(10ml) واضيف الى كل منها (2ml) من محلول ايون النيكل (II) بتركيز (1000ppm) واضيف اليها حجوم مختلفة من الكاشف

تتراوح من (1-5)مل بتركيز($1*10^{-3}M$) واضيف اليها(2ml) من(- Triton X 114)عند(PH) المثلى واكمل الحجم بالماء المقطر الى العلامة ثم طبقت عليها طريقة الاستخلاص بنقطة الغيمة المذكورة سابقا وقيست الامتصاصية عند الطول الموجي الأعظم .

٣-تأثير الكمية (Triton X -114):-

تم إضافة حجوم مختلفة من (Triton X -114) بتركيز (%10 v/v) تتراوح من(1-5)مل مع بقاء الظروف الأخرى ثابتة ثم قيست الامتصاصية لكل محلول عند الطول الموجي الأعظم له بعد تطبيق تقنية الاستخلاص بنقطة الغيمة.

- **تحديد الظروف الفضلى باستخدام التصاميم العاملية :**

تم اجراء التصميم العاملي لثلاثة من العوامل المؤثرة على تكوين المعقد لمعرفة تأثير اتلك العوامل ذات الدور المهم في عملية تكوين المعقد وعملية الاستخلاص , العوامل هما تأثير الدالة الحامضية وتأثير تركيز الكاشف وتركيز المادة السطحية ومستويات العوامل حددت بإشارة سالب (المستوى الواطئ) وبإشارة موجب للمستوى العالي وبإشارة صفر لمعدل المستويين وكما مبين بالجدول التالي يوضح اشارات العوامل لثلاث مستويات لمعقد النيكل الثنائي .

No	PH	C_R	C_{SUR}
1	-	0	+
2	-	0	-
3	-	+	0
4	0	0	0
5	0	-	+
6	0	+	-
7	-	-	0
8	+	+	0
9	0	0	0
10	0	-	-
11	0	+	+
12	+	0	+
13	+	0	-
14	+	-	0
15	0	0	0

جدول(1)

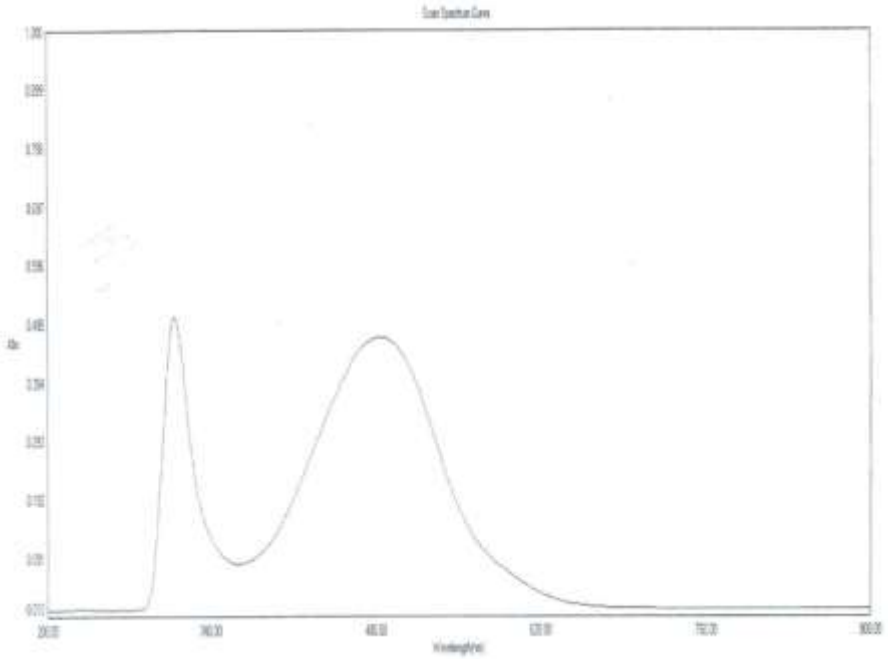
- **تحضير منحني المعايرة**

تم تحضير عدة محاليل قياسية بتراكيز مختلفة لأيون النيكل (II) تتراوح من (10−70PPM) في قناني حجمية سعة 10ml واضيف لها الحجوم المثلى من محلول البفر والكاشف العضوي ومادة (Triton X −114) واكمل الحجم الى العلامة بالماء المقطر وطبقة عليه الطريقة العامة للاستخلاص بنقطة الغيمة ثم قيست الامتصاصية لها عند الطول الموجي للامتصاص الاعظم ضد محلول البلانك المحضر بطريقة متماثلة الظروف بدون وجود ايون الفلزي.

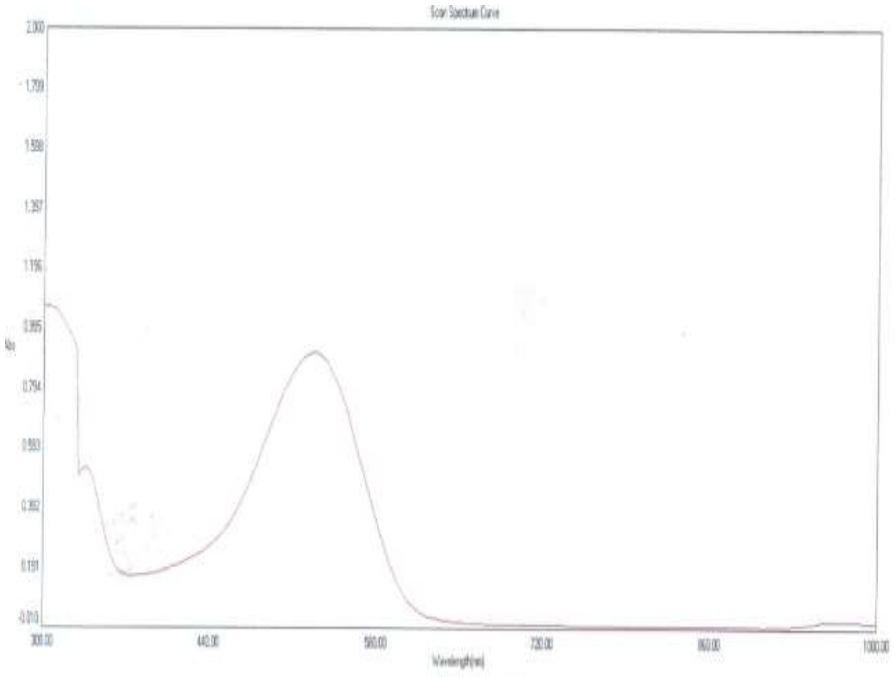
٣ - ١ النتائج والمناقشة

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

تم اجراء مسح طيفي لمعقد محلول النيكل (II) مع الكاشف(BIABP) بوجود المادة السطحية (Triton X-114) مقابل محلول الكاشف المحضر بنفس الطريقة كمرجع وذلك لتحديد الطول الموجي للامتصاص الاعظم للمعقد المتكون ما بين النيكل والكاشف والشكل (1) يوضح طيف الاشعة المرئية للمعقد المتكون حيث اظهر الشكل حزمة رئيسية عند الطول الموجي (530) نانومتر تعود الى الانتقال ($\pi^* \longrightarrow n$) العائد لمجموعة الازور الخاصة بانتقال الشحنة (charge transfer)



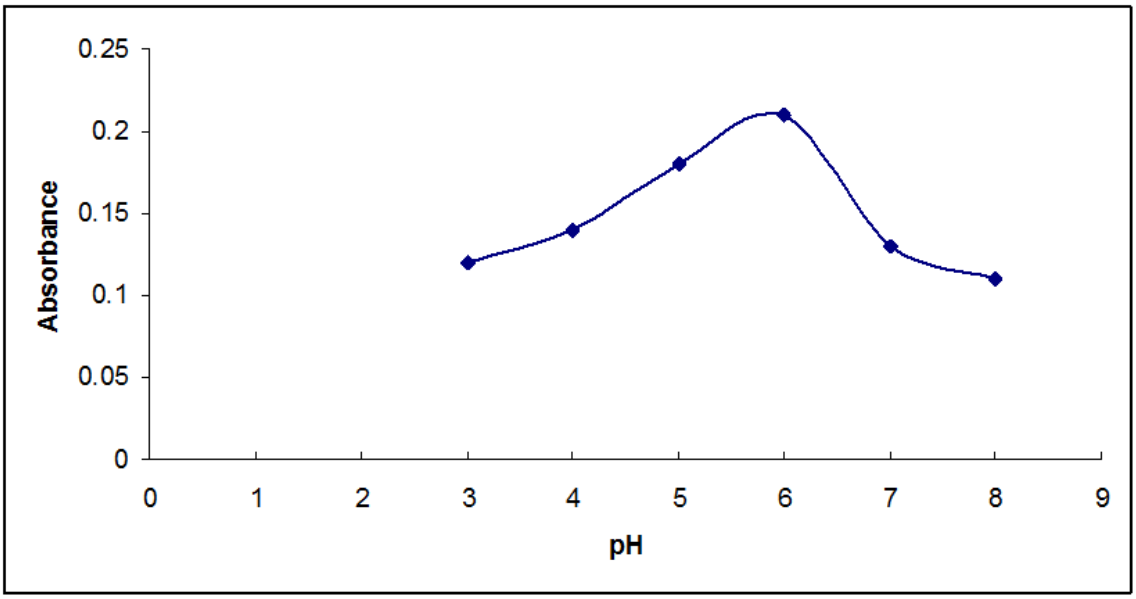
الشكل (1)



الشكل (2)

٢- دراسة تأثير الظروف لتكوين المعقد

تم دراسة تأثير الدالة الحامضية على استخلاص معقد النيكل (II) مع الكاشف (BIABP) عن طريق تسجيل قيم الامتصاصية عند الطول الموجي للامتصاص الاعظم لمدى PH يتراوح بين (3-8) باستخدام محاليل ذات PH مختلفة من بفر الخلات , التجربة انجزت باستخدام الكاشف (BIABP) بتركيز ($1*10^{-3}M$) واستخدام مادة(Triton X-114) بتركيز (10%v/v) والنتائج موضحة بالشكل (2)

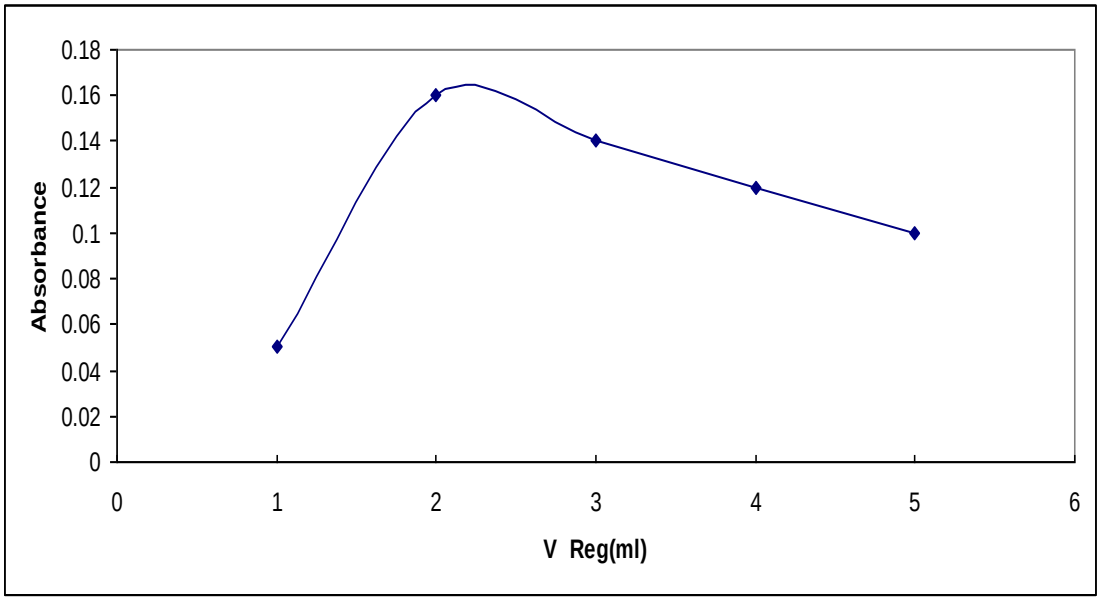


الشكل (3)

يلاحظ من الشكل (3) ن الامتصاصية تزداد في البداية مع زيادة الدالة الحامضية وتصل الى اعلى قيمة عند (PH=6) ثم تنخفض الامتصاصية تدريجيا بسبب التفكك الجزئي للمعقد عند قيم PH العالية.

٣- تأثير تركيز الكاشف :

تم دراسة تأثير تركيز الكاشف (BIABP) على معقد النيكل (II) عن طريق قياس الامتصاصية وفقا الى الطريقة العامة للاستخلاص بنقطة الغيمة للمحلول الحاوي على (20 mg/L) من النيكل و (Triton X-114) بتركيز (10%V/V) وكميات مختلفة من الكاشف (BIABP) تراوحت من (1-5 ml) والنتائج موضحة بالشكل (4)

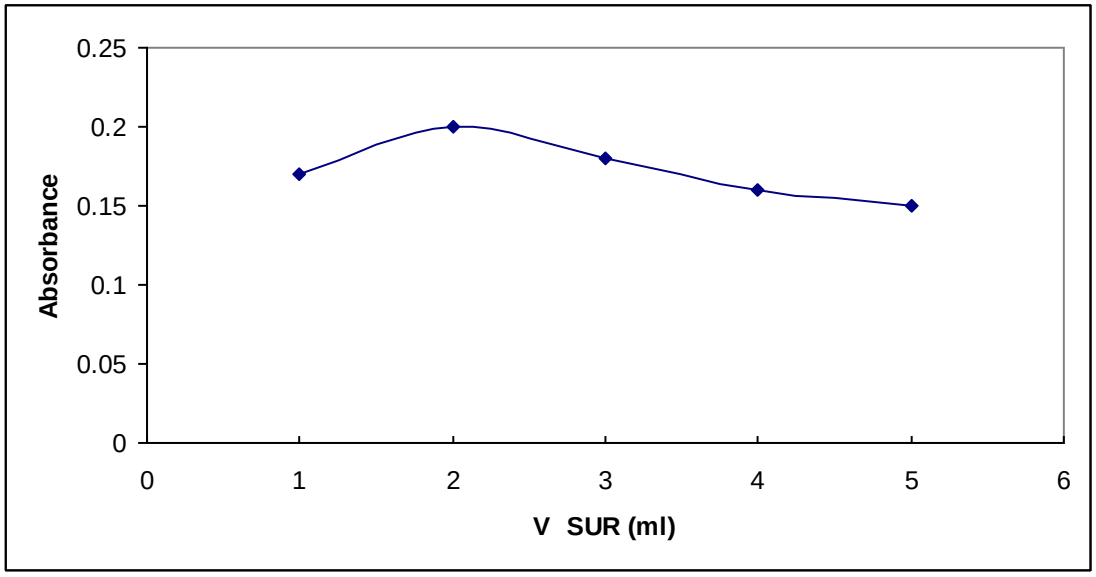


الشكل (4)

٤- تأثير تركيز (Triton X-114)

الشكل (4) يوضح تأثير تغير كمية (Triton X-114) غلى امتصاصية المعقد المتكون بين ايون النيكل (II) والكاشف (BIABP) بعد تطبيق الطريقة العامة

للاستخلاص بنقطة الغيمة حيث اضيفت كميات مختلفة من (Triton X-114 بتركيز (10% V/V) بحدود (1-5ml)مع تثبيت الظروف الاخرى والنتائج تشير الى ان حجم (2) مل من (Triton X-114) هو الحجم الافضل لأعطاء اعلى امتصاصية للمعقد المتكون .



الشكل (5)

٢-٣ تعيين الظروف الفضلى باستخدام التصاميم العاملية

لتقييم النموذج وتعيين الظروف المثلى للمتغيرات المهمة (الدالة الحامضية و ph وتركيز الكاشف Cr) اجريت التصاميم العاملية لها في ثلاث مستويات , كما في جدول رقم (2) وان قيم الاستجابة لكل قراءة موضحة بالجدول التالي :

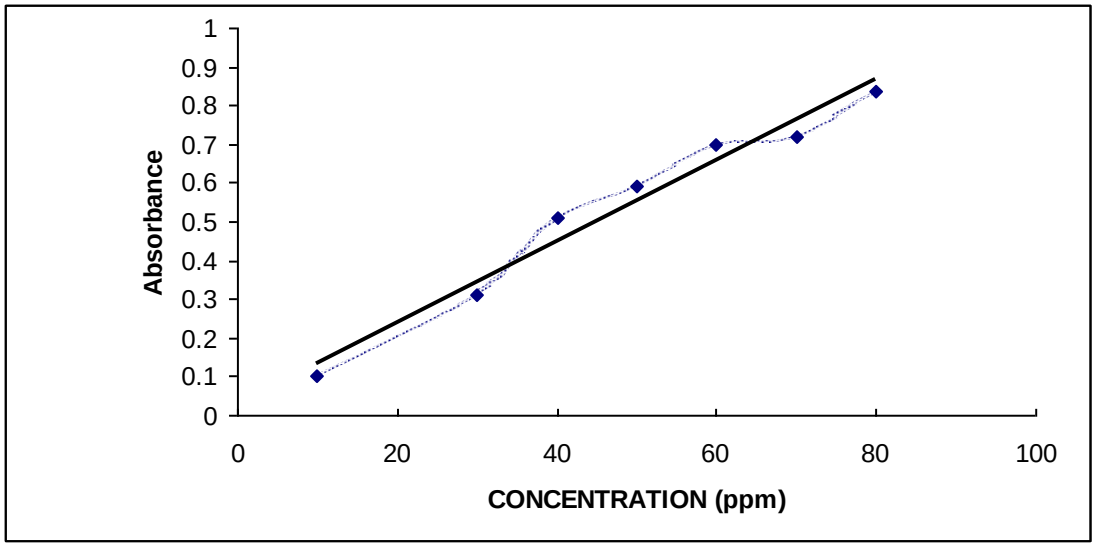
No	PH	C_R	C_{SUR}	response
1	3	3	5	0.344
2	3	3	1	0.225
3	3	5	3	0.103
4	5.5	3	3	0.225
5	5.5	1	5	0.161
6	5.5	5	1	0.204
7	3	1	3	0.06
8	8	5	3	0.353
9	5.5	3	3	0.225
10	5.5	1	1	0.103
11	5.5	5	5	0.204
12	8	3	5	0.061
13	8	3	1	0.161
14	8	1	3	0.255
15	5.5	3	3	0.225

جدول (2)

٣-٣ منحني المعايرة :

تحت الظروف المثلى التي حصلنا عليها من تطبيق تقنية الاستخلاص بنقطة الغيمة تم الحصول على منحني معايرة خطي عن طريق رسم قيم الامتصاصية ضد تراكيز ايون النيكل (II) والشكل رقم (6) يوضح النتائج حيث يلاحظ من الشكل (6) ان

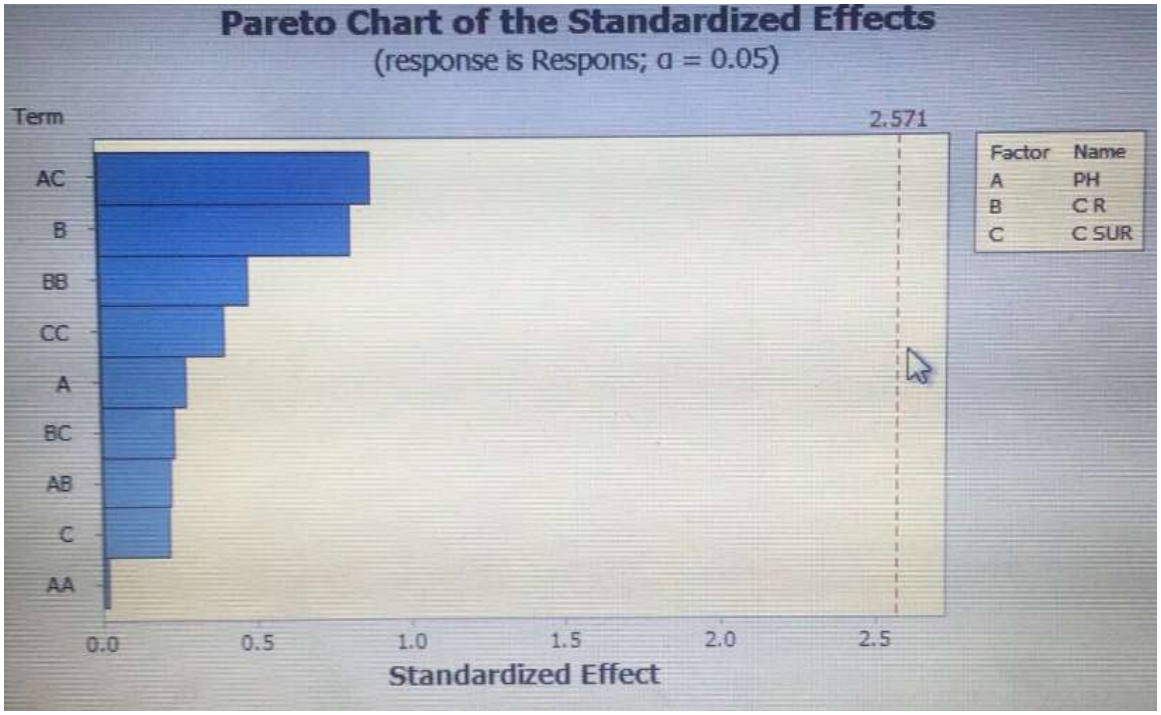
مدى الخطية يتراوح بين التراكيز (10-80PPM) ومنه حصلنا على عامل اغناء بقيمة (112) .

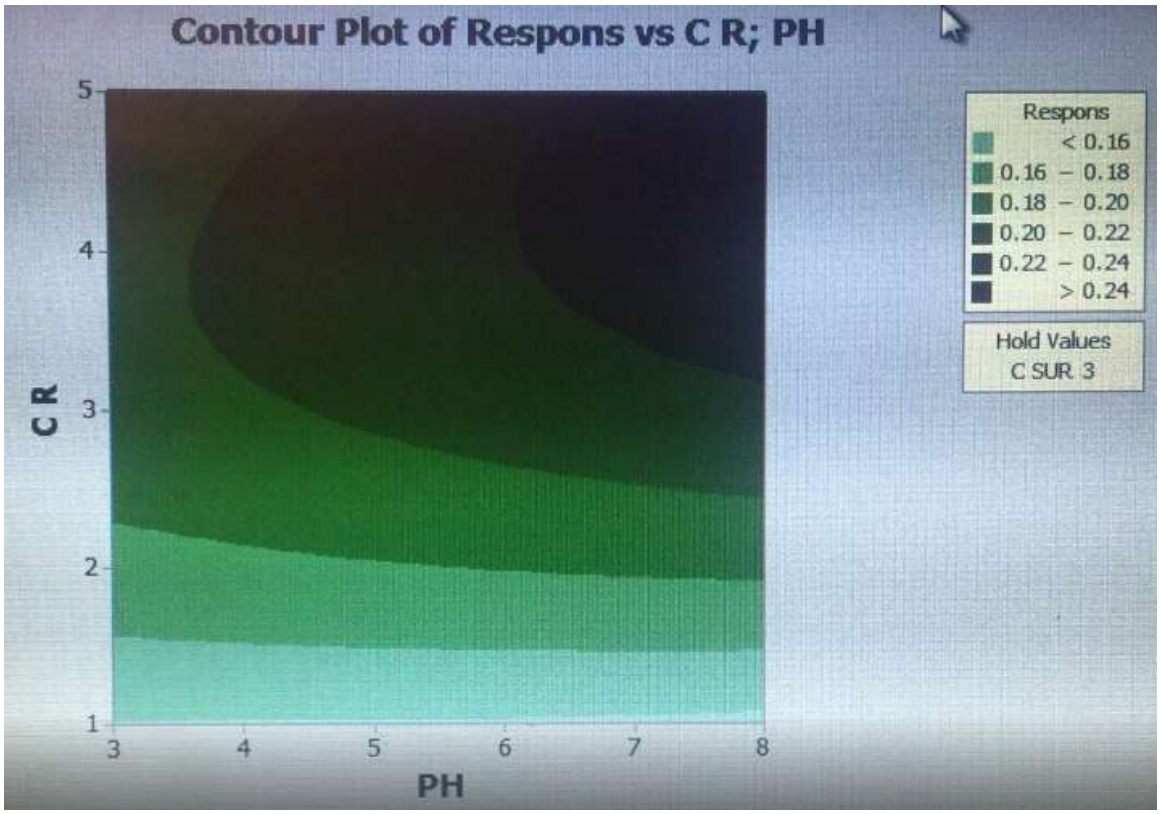


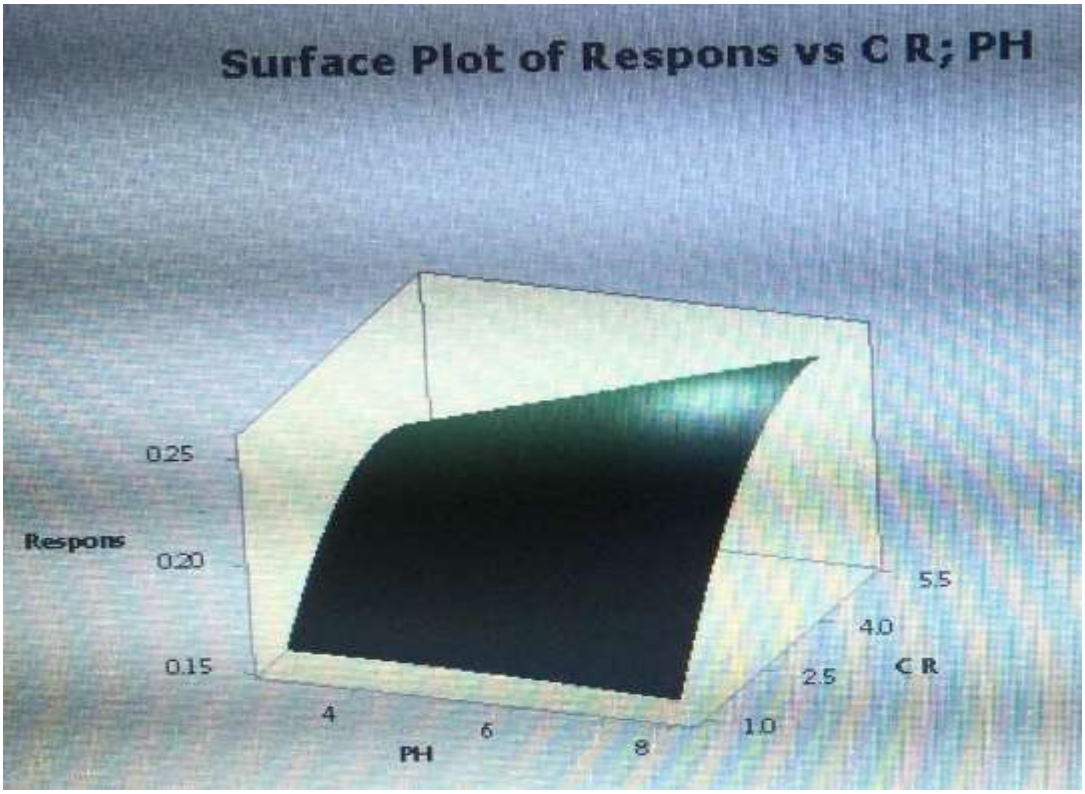
الشكل (6)

وفقاً الى طريقة العمل المذكورة في الفقرة(تعيين الظروف الفضل باستخدام التصاميم العاملية) ادناه القيم الامتصاصية لكل تصميم حصلنا عليه موضحه بالجدول رقم (٢).

نتائج التحليل التباييني (ANOVA) متمثله بشكل باريتو للتاثيرات الرئيسية للعوامل قيد الدراسة .


Pareto Chart of the Standardized Effects
(response is Respons; α = 0.05)
Term
2.571
AC
B
BB
CC
A
BC
AB
C
AA
0.0
0.5
1.0
1.5
2.0
2.5
Standardized Effect
Factor Name
A PH
B C R
C C SUR


Contour Plot of Respons vs C R; PH
C R
5
4
3
2
1
3
4
5
6
7
8
PH
Respons
< 0.16
0.16 – 0.18
0.18 – 0.20
0.20 – 0.22
0.22 – 0.24
> 0.24
Hold Values
C SUR 3



حيث ان في شكل باريتو طول كل عمود يتناسب مع القيمه المطلقه لعامل المعني حيث

ان النتائج تظهر ان المتغير (PH) وتركيز الكاشف هي الاكثر تأثيراً .

المصادر :

(References)

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

٢- كتاب دليل الباحثين في التحليل الاحصاني للبيانات باستخدام برنامج و (Minitab)،تاليف.أسامه ربيع امين (2018).

3- brahim .ZT, Khammas ZAA , Khadhim KJ . Determination of bmicro amounts of Fe (II) AND Fe (III)in tea and rice sample by cloud point extraction spectrophotometry using anew chelating agent .1nt . J.chem Sci , 12 (4):1189-1207,(2014).

٤- مشكور ضياء زكي . ٢٠١٦ . اقتران الاستخلاص والتقدير الطيفي لبعض الايونات الفلزية بأستخدام الكاشف العضوي ٤-نيترو فينيل آزو اميدازول ،صفحة ١٠ و ١١.رسالة ماجستير ، قسم الكيمياء ، كلية التربية ' جامعة القادسية.

5- Carnes, M.; et al. (2009). "A Stable Te alkyl Complex of Nickel(IV)". Angewandte Chemie International Edition. 48: 3384. .doi:CÉ 10.1002/anie.200804435 .

6- Pfirrmann, S.; et al. (2009). "A Dinuclear Nickel(I) Dinitrogen Complex and its Reduction in Single-Electron Steps". Angewandte Chemie International Edition. 48: 3357. .doi± 10.1002/anie.200805862 .

7- Kelly, T. D.; Matos, G. R. "Nickel tatistics" (PDF). U.S. Geological Survey. . Retrieved 2014-08-11.

8- Nickel" (PDF). U.S. Geological Survey* .0 .Mineral Commodity Summaries. January 2013.