
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة بابل / كلية العلوم
قسم الكيمياء

تقدير ايون الحديد (II) في عينات مختلفة باستعمال الكاشف العضوي 1,10 فينانثرولين

رسالة مقدمة الى
مجلس كلية العلوم - جامعة بابل كونها جزء من متطلبات نيل درجة البكالوريوس في
علوم الكيمياء

تقدم بها الطالب
مسلم عقيل داود كريم

بإشراف

المدرس الدكتور
صبا صاحب محسن

2022 م

1443هـ

الخلاصة

استخدم الكاشف 1,10 فينانثرولين لتقدير أيون الحديد الثنائي في عينات مختلفة بطريقة تحليلية بسيطة وسريعة وحساسة. المعقد المتكون مع الكاشف 1,10 فينانثرولين يمتص عند الطول الموجي للامتصاص الأعظم 510 نانوميتر وبنسبة 1:3 من الحديد إلى الكاشف وعند $\text{PH}=5.5$ معامل الامتصاص المولاري $= 14910.615$ لتر.مول⁻¹.سم⁻¹، مدى التراكيز التي تطوع قانون بير في الامتصاص (0.4 – 2.35) جزء بالمليون حديد (II) وبحد كشف $\text{D.L} = 0.51$ جزء بالمليون، وقيمة ثابت الاستقرار $\text{Sandell's Sensitivity (S)}$ ($\text{Kst}=1.299*10^5 \text{L.mol}^{-1}$) كما حسبت حساسية ساندل من خلال حساب معامل الامتصاص النوعي وكانت تساوي (0.003745318) مايكروغرام ، سم⁻² ومن خلال هذه النتائج يتبين أن الطريقة حساسة اضافة إلى امكانية استخدامها في تعيين التراكيز الواطئة من الحديد

2- الجزء العملي

1-2 الأجهزة المستعملة Apparatus

مطياف فوق البنفسجية-المرئية UV-Vis.

- Single beam (UV-Vis) spectro photometer, Shimadzu Japan

جهاز قياس pH .

pH- meter, WTW, Listed, Laboratory Equipment, E163694, CE, Germany

,Italy

A&D

الميزان الكهربائي.

company, Limited, Dool, CE, HR200, Japan

هيتز كهربائي.

Heidoph, Type:MR.Hei-Standard, Germany

2-2 المواد المستعملة.

يوضح الجدول (1-2) اهم المواد الكيميائية المستخدمة في البحث ودرجة نقاوتها والشركات المنتجة لها.

Substances	Formula	Company	Purity
hydrated Ferrous Sulphate	FeSO ₄ .7H ₂ O	Sigma - Aldrich	98%
Ethanol	C ₂ H ₅ OH	Honeywell	99.8 %
Acetic acid	CH ₃ COOH	J.T.Baker	98%
Hydroxyl amine hydrochloric	NH ₂ OH.HCl	Honeywell	96%
Sodium Acetate	CH ₃ COONa	Gcc	94%
Hydrochloric acid	HCl	J.T.Baker	98%
Sodium Hydroxide	NaOH	Gcc	95-97%
Sulphuric acid	H ₂ SO ₄	J.T.Baker	97%

3-2 تحضير المحاليل القياسية.

تم استعمال الزجاجيات المختلفة في التجارب بعد غسلها بحوامض مخففة ثم بالماء المقطر لأجل استعمالها مرة أخرى, كما استعمل الماء المقطر لتحضير كافة المحاليل.

أ- محلول ايون الحديد(II) القياسي بتركيز (0.001M)

حضر بإذابة 0.0277908 gm من hydrated Ferrous Sulphate في كمية قليلة من حامض الكبريتيك المركز واكمل الحجم الى 100 ml ماء مقطر .

ب- تحضير الكاشف العضوي 1,10 فينانثرالين بتركيز(0.001M)

حضر بإذابة 0.018 gm في كمية من الايثانول ثم اكمل الحجم الى 100 ml ماء مقطر.

ت- تحضير محلول منظم PH5

حضر من حامض الخليك وخلات الصوديوم بتركيز 0.1M لكل منهما وتم ضبط الدالة الحامضية باستخدام جهاز ال pH meter .

ث- تحضير محلول 5 % من Hydroxyl amine hydrochloride

حضر بإذابة 5 gm منه في 100 ml ماء مقطر.

ج- محلول ايون الحديد(II) القياسي بتركيز (100ppm)

أذيب 0.04979 gm من كبريتات الحديدوز المائية و اضافة 0.5 ml من حامض الكبريتيك المركز واكمل الحجم الى 100ml من الماء المقطر

4-2 الدراسات الطيفية Spectroscopic studies

لغرض تحديد قمة امتصاص (λ_{max}) للمعقد الناتج بين جزيئة الكاشف العضوي 1,10 - فينانثرالين مع ايونات الحديد (II) تم اخذ 1ml من محلول ايون الحديد(II) القياسي بتركيز (0.001M) و 1 ml من محلول منظم PH5 اضيف له 3ml من محلول الكاشف العضوي 1,10- فينانثرالين بتركيز $1 \times 10^{-3}M$ و 1ml من محلول 5 % من Hydroxyl amine hydrochloride و تم اكمال الحجم الى 25ml من الماء المقطر رسم طيف الامتصاص لمنطقتي UV-Vis وقد اعطى اعلى قيمة امتصاص عن الطول الموجي 510 nm.

5-2 تحديد الظروف الفضلى للمعقد

قد تبين من الفقرة السابقة إن λ_{max} للمعقد هي 510 نانوميتر ، بعد ذلك أجريت التجارب

التالية لتحديد الظروف الفضلى للمعقد وتشمل :

1-5-2 حجم الكاشف المضاف :

أخذت مجموعة من القناني الحجمية سعة (10) مليلتر و أضيف إلى كل منها حجم (1) مليلتر من محلول الحديد (II) بتركيز (5) جزء بالمليون ثم اضيف إليها على التوالي حجوم مختلفة من محلول الكاشف ذي تركيز (1×10^{-3}) مولاري تراوحت ما بين (0.5 - 4.5) مليلتر ثم اكمل الحجم الى حد العلاقة بالماء المقطر وقيست الامتصاصية لها عند λ_{max} للمعقد مقابل محلول الكاشف كمرجع ولكل المحاليل المقاسة.

2-5-2 استقرارية المعقد المتكون مع الزمن وتأثير درجة الحرارة

أخذت قنينة حجمية سعة (10) مليلتر ووضع فيها (1) مليلتر من أيون الحديد ذي تركيز (5) جزء بالمليون واطيف لها (3) مليلتر من الكاشف ذي تركيز (1×10^{-3}) مولاري واكمل الحجم بالماء المقطر ثم قيس الامتصاصية للمحلول عند λ_{max} للمعقد مقابل محلول الكاشف كمرجع وبعد فترات زمنية تراوحت من 5 دقائق إلى 24 ساعة. بعد ذلك وضعت قنينة المعقد مع قنينة المحلول المرجع في حمام مائي ذي درجات حرارة تتراوح (5 - 50) م° ولمدة عشرة دقائق ومن ثم قيس امتصاصية المعقد عند نفس λ_{max} مقابل محلول الكاشف كمرجع .

2-5-3 تأثير الدالة الحامضية

أخذت مجموعتين من القناني الحجمية سعة (10) مليلتر ووضع فيها حجم (1) مليلتر من أيون الحديد ذي تركيز (5) جزء بالمليون ثم اضيف الى المجموعة الأولى حجوم مختلفة من محلول (0.1) مولاري هيدروكسيد الصوديوم والى الثانية حجوم مختلفة من محلول (0.1) مولاري حامض الهيدروكلوريك وبذلك تم الحصول على مدى واسع من الدالة الحامضية تراوحت من 2 - 9) تقريبا ،بعد ذلك اضيف لكل القناني حجم (3) مليلتر من الكاشف ذي تركيز (1×10^{-3})

10^{-3} مولاري واكمل الحجم بالماء المقطر الى حد العلامة وقياس الامتصاص لكل المحاليل عند $\lambda \max$ للمعد بعد اتباع الظروف الفضلى للمعد مقابل محلول الكاشف كمرجع.

2-5-4 منحنى المعايرة

أخذت مجموعة من القناني الحجمية سعة (10) مليلتر ووضع فيها حجوم مختلفة من تراكيز تراوحت ما بين (0.25 - 5) جزء بالمليون من محلول أيون الحديد (II). ثم اضيف الى كل منها (3)مليلتر من محلول الكاشف ذي تركيز (1×10^{-3}) مولاري مع اتباع بقية الظروف الفضلى للمعد ثم اكمل الحجم بالماء المقطر وقياس الامتصاص لها عند الطول الموجي 510 نانوميتر مقابل محلول الكاشف كمرجع.

2-6التطبيقات

تم إجراء تطبيق للطريقة الطيفية المتبعة في هذا البحث عن طريق تقدير أيون الحديد في خمسة عينات و هم كالتالي عينة ماء شط الحلة وعينة ماء منزل وعينة نبات المعدنوس وعينة حبة دواء وعينة ماء بئر في النجف

تم اخذ عينه من حبه الدواء 4.69 gm وتم اذابتها في 100 ml من الماء المقطر

كذلك تم اخذ عينه من ماء البئر النجف بحجم 1.5 ml ومن ثم تم تركيزه الى 25ml

وكذلك تم اخذ عينه من ماء الشط بحجم 5L ومن ثم تم تركيزه الى 25ml

كذلك تم اخذ عينه من ماء المنزل بحجم 5L ومن ثم تم تركيزه الى 35 ml

واخيرا عينة نبات المعدنوس 650gm تم اذابته في 6.5 L وتركيظه الى 70ml

حيث تم اخذ 1 ml من كل عينة في خمسة قناني حجمية سعة (25) مليلتر، يتبعها إضافة (3) مليلتر

من الكاشف ذي تركيز 1×10^{-3} مولاري واكمل الحجم بالماء المقطر وقياس الامتصاصية للمحاليل

الخمس عند 510 نانوميتر مقابل محلول الكاشف كمرجع ثم قياس تركيز أيون الحديد في محاليل

العينات الخمسة

