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 – قسم الكيمياء كونها جزء من متطلبات نيل درجة البكالوريوس في علوم الكيمياء

تقدم بها الطالب

مصطفى عدنان هدلوش قدوري

بإشراف

المدرس الدكتور

صبا صاحب محسن

1443هـ **2022 م**

abstract

The reagent 1,10 phenanthroline was used to determine the iron(II) ion in different samples in a simple, fast and sensitive analytical way. The complex formed with the reagent 1,10 phenanthroline is absorbed at the maximum absorption wavelength of 510 nm and in a ratio of 3:1 from iron to the reagent and at PH = 5.5 molar absorption coefficient = 14910.615 liters.mol-1.cm-1, range of concentrations that comply with Beer's law in absorption (2.35 - 0.4) ppm iron (II) and detection limit = D.L 0.51 ppm, and the value of the stability constant is (Kst=1.299*105L.mol- 1) Sandell's Sensitivity (S) was also .calculated by calculating the specific absorption coefficient

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** PH=5.5 **معامل الامتصاص المولاري = 14910.615 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، مدى التراكيز التي تطاوع قانون بير في الامتصاص (**0.4 – 2.35**) جزء بالمليون حديد (II)وبحد كشف** D.L= 0.51 **جزء بالمليون، وقيمة ثابت الاستقرارية (**Kst=1.299*10^{5}L.mol^{-1}**) كما حسبت حساسية ساندل (**Sandell's Sensitivity (S**) من خلال حساب معامل الامتصاص النوعي**

وكانت تساوي (0.003745318) مايكروغرام ، سم $^{2-}$ ومن خلال هذه النتائج يتبين أن الطريقـة حساسة اضافة إلى امكانية استخدامها في تعيين التراكيز الواطئة من الحديد

2- الجزء العملي

2-1 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

الميزان الكهربائي. A&D company, Limited, Dool, CE, HR200, Japan

هيتر كهربائي.

Heidoph,Type:MR.Hei-Standard, Germany

2-2 المواد المستعملة.

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

Substances	Formula	Company	Purity
hydrated Ferrous Sulphate	FeSO4.7H2O	Sigma - Aldrich	98%
Ethanol	C2H5OH	Honeywell	99.8 %
Acetic acid	CH3COOH	J.T.Baker	98%
Hydroxyl amine hydrochloric	NH2OH.HCl	Honeywell	96%
Sodium Acetate	CH3COONa	Gcc	94%
Hydrochloric acid	HCl	J.T.Baker	98%

Sodium Hydroxide	NaOH	Gcc	95-97%
Sulphuric acid	H2SO4	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 باذابة 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- تحضر محلول منظم PH5

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

ث- تحضر 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

2-4 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 1×10^{-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.

2-5 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 :

2-5-1 حجم الكاشف المضاف :

أخذت مجموعة من القناني الحجمي ة سعة (10) مليلتر و أضيف إلى كل منها حجم (1) مليلتر من محلول الحديد(II) بتركيز (5) جزء بالمليون ثم اضيف اليها على التوالي حجوم مختلفة من محلول الكاشف ذي تركيز (1×10^{-3}) مولاري تراوحت ما بين (0.5 ـ 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) ملليتر ووضع فيها (1) مليلتر من أيون الحديد ذي تركيز (5) جزء بالمليون واضيف لها (3) مليلتر من الكاشف ذي تركيز (1×10^{-3}) مولاري واكمل الحجم بالماء المقطر ثم قيست 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) مْ ولمدة عشرة دقائق ومن ثم قيست امتصاصية المعقد عند نفسλmax مقابل محلول الكاشف كمرجع .

2–5–3 تأثير الدالة الحامضية

آخذت 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 ـ 9) تقريبا ،بعد ذلك اضيف لكل القناني حجم (3) مليلتر من الكاشف ذي تركيز (1×10^{-3}) مولاري واكمل الحجم بالماء المقطر الى حد العلامة وقياس الامتصاص لكل المحاليل عند λ max للمعقد بعد اتباع الظروف الفضلى للمعقد مقابل محلول الكاشف كمرجع.

2–5–4 منحني المعايرة

آخذت 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 للمعقد ثم اكمل الحجم بالماء المقطر وقيس الامتصاص لها عند الطول الموجي 510 نانوميتر مقابل محلول الكاشف كمرجع.

2-6التطبيقات

تم أجراء 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 الدواء4.69 gm وتم اذابتها في 100 mlمن 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 5Lومن ثم تم تركيزه الى35 ml
واخيرا عينة نبات المعدنوس 650gmتمة اذابته في 6.5 L وتركيزه الى70ml

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

.