Determination of Iron (II) in Aqueous Solutions Using Organic Reagent 3-Hydroxy-4-[(2-hydroxy benzylidene) amino] naphthalene-1- Sulphonic Acid by Spectrophotometric Method

Dr. Mohammad Marouf*
Ammar Khedr Ismail**

(Received 16 / 5 / 2024. Accepted 31 / 10 /2024)

□ ABSTRACT □

The possibility of formatting a colored complex between Fe^{2+} ions and 3-Hydroxy-4-[(2-hydroxy benzylidene) amino] naphthalene-1- Sulphonic Acid was studied by spectrophotometric method for determination of Iron in aqueous solutions. The reagent reacts in aqueous medium at pH=6 to give an Yellow complex with maximum absorbance at λ_{max}=420nm. The stoichiometric composition of complex is (1:2). The molar absorptivity and complex constant formation were found to be $\varepsilon=1.1013\times10^5$ l. $mol^{-1}.cm^{-1}$ and $\beta_k=0.4985\times10^3$. We have studied all factors which affect the complex formation. Beer-Lambert was obeyed within the range (0.1-6) mg/l with a detection limit of 0.0037 mg/l. The developed method was examined on Iron standard solutions, and the Relative Standard Deviation is (RSD%≤3.33), and the recovery (92-102.5)%. All results showed the accuracy, reliability and confirming the possibility of using the reagent to determination of Iron.

Keywords: 3-Hydroxy-4-[(2-hydroxy benzylidene) amino] naphthalene-1- Sulphonic Acid, Determination of Iron (II) by Visible spectrophotometric range.

Copyright **:**Tishreen University journal-Syria, The authors retain the copyright under a CC BY-NC-SA 04

* **Professor- Department of Chemistry- Faculty of Sciences- Tishreen University- Latakia- Syria.**
** **Postgraduate Student (Ph.D.)- Department of Chemistry- Faculty of Sciences- Tishreen University- Latakia- Syria. ammar.ismail@gmail.com**

تحديد الحديد الثنائي باستخدام الكاشف العضوي 3-هيدروكسي -4-[(2-هيدروكسي بنزيليدين) أمينو] نفتالين-1- حمض السلفونيك بالطريقة الطيفية اللونية

د. محمد معروف*

عمار خضر اسماعيل**

(تاريخ الإيداع 16 / 5 / 2024. قُبِل للنشر في 31 / 10 /2024)

□ ملخّص □

دُرست إمكانية تشكيل معقد ملون بين الحديد (II) والكاشف 3-هيدروكسي-4-[(2- هيدروكسي بنزليدين) أمينو] نفتالين-1- حمض السلفون بهدف استخدامه في تحديد الحديد في محاليله المائية بالطريقة الطيفية الضوئية اللونية؛ إذ تبين أن الكاشف المذكور يشكل مع الحديد (II) معقداً ملوناً بلون أصفر بوجود منظم البريتون pH=6 . دلت الدراسة التجريبية لطيف امتصاص محلول المعقد المتشكل، أن طول الموجة الموافق لامتصاص أعظمي هو 420 nm، وهو طول الموجة الذي استخدم من أجل تحديد كافة القرائن الكمية المتعلقة بهذا المعقد، فكانت نسبة التفاعل بين الكاشف والحديد(II)، (1:2) وبلغت أكبر قيمة لمعامل الامتصاص المولاري 1.1013×10^5 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ وثابت تشكل المعقد $\beta_K = 0.4985\times10^3$. درست كافة العوامل المؤثرة في عملية تشكيل المعقد حديد – كاشف (قيمة الـpH ونوع المحلول المنظم، درجة الحرارة، المذيبات العضوية، تركيز الكاشف...إلخ) حيث كان قانون بيير-لامبرت محققاً ضمن المجال mg/l (0.1-6) وبحد كشف قدره 0.0037 mg/l ، ولم تتجاوز قيم الانحراف المعياري النسبي المئوي القيمة 3.33% والاسترجاعية ضمن المجال % (92-102.5) عند تطبيق هذه الطريقة على عينات عيارية للحديد، مما يدل على صحة ودقة الطريقة وإمكانية استخدام الكاشف لتحديد الحديد (II).

الكلمات المفتاحية : 3-هيدروكسي-4-[(2- هيدروكسي بنزليدين) أمينو] نفتالين-1- حمض السلفون، طريقة طيفية مباشرة لتحديد الحديد (II) في المجال المرئي.

حقوق النشر : مجلة جامعة تشرين- سورية، يحتفظ المؤلفون بحقوق النشر بموجب الترخيص CC BY-NC-SA 04

* أستاذ- قسم الكيمياء- كلية العلوم – جامعة تشرين- اللاذقية- سورية.

**طالب دكتوراه- قسم الكيمياء- كلية العلوم- جامعة تشرين- اللاذقية- سورية.ammar.ismail@gmail.com

مقدمة:

يُعد الحديد من العناصر الضرورية للإنسان؛ إذ يلعب دوراً رئيساً في نمو الخلايا ونقل الأوكسجين، ويؤدي انخفاض سوياته إلى فقر الدم، الشعور بالتعب، ضعف المناعة وفقدان الشهية **[2]**. وهو من العناصر الهامة في الصناعة مثل: (التعدين، الأصبغة، الأسمدة، المواد الغذائية والأدوية) **[3]**. ونتيجة لاستخداماته المتنوعة وأضراره الصحية كان لا بد من البحث عن طرائق كيميائية لتحديده (مطيافية الامتصاص الذري، الطريقة الكمونية، الكروماتوغرافيا الأيونية)

احتلت مطيافية الأشعة فوق البنفسجية والمرئية باستخدام الكواشف العضوية مكانة لا يُستهان بها بين الطرائق الطيفية نظراً لإمكانياتها الكبيرة ولاتساع المجالات البحثية التي يمكن أن تغطيها هذه الطريقة، كتحديد ثوابت تشكُّل المعقدات، ومعامل الامتصاص المولي، وعدد التساند، ونسبة الارتباط في جزيئة المعقد المتشكل **[1]**. استخدمت طريقة طيفية انتقائية وسريعة وحساسة لتحديد الحديد الثنائي باستخدام الكاشف ′2،3،4′،5،7–بنتا هيدروكسي فلافون (مورين) في وسط حمضي (3.8-4)=pH عند طول موجة امتصاص أعظمي λ_{max}= 415 nm، وبلغت قيمة معامل الامتصاص المولاري 6.85×10^4 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ وكان قانون بيير–لامبرت ضمن مجال تراكيز تراوح بين µg/ml(10-0.01) وبحد كشف قدره µg/l (0.5)، وكانت امتصاصية المعقد ثابتة لمدة 24 ساعة، طُبقت هذه الطريقة بنجاح على العديد من العينات (سبائك، معادن، مياه، أغذية، بول) **[4]**. حُدد الحديد الثنائي بطريقة طيفية مباشرة باستخدام الكاشف 2–هيدروكسي–1–نفتاالدهيد–P–هيدروكسي بنزوئيك هيدرازون؛ إذ تشكل معقد ملون عند λ_{max}= 405 nm، pH=5 وبلغت قيمة كل من معامل الامتصاص المولاري وحد كشف قدره 5.6×10^4 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ و µg/ml (0.095) على التوالي، وكانت الخطية محققة ضمن مجال التراكيز µg/ml (0.055-1.373)، طُبقت هذه الطريقة بنجاح على عينات مختلفة (مياه، سبائك، حيوية) **[5]**. أصطُنع كاشف جديد 6،2–بيس (1–هيدروكسي –2–نفتيل آزو) بيريدين لاستخدامه في تحديد الحديد الثنائي من خلال تشكيل معقد ثابت وملون معه، كانت قيمة طول موجة الامتصاص الأعظمي λ_{max}= 550 nm عند pH= 6 وبمعامل امتصاص المولاري قدره 2.65×10^4 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$، وكانت الخطية محققة ضمن مجال التراكيز ppm(0.3-2.76)، استُخدم هذا الكاشف بنجاح لتحديد سويات الحديد الثنائي في عينات (الحليب، الأغذية، الحبوب، الشاي) **[6]**. حُدد الحديد الثنائي في عينات المياه باستخدام الكاشف 10،1–فينانثرولين، إذ تشكل معقد ملون عند طول موجة امتصاص أعظمي λ_{max}= 512 nm و pH= (3-8)، وبحد كشف قدره 0.17 mg/l وبلغت قيمة معامل الامتصاص المولاري 11.1×10^3 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ وكانت الخطية محققة ضمن مجال التراكيز mg/l (0-5) **[7]**. استُخدمت طريقة طيفية مطورة لتحديد الحديد (II) باستخدام هيدرالازين هيدروكلوريد من خلال تشكيل معقد ملون عند λ_{max}= 538 nm و pH=7، وكانت الخطية محققة ضمن مجال التراكيز µg/ml (0.1-6) وحد كشف قدره 0.06 µg/ml، ونسبة التفاعل بين الكاشف والحديد هي (Fe:L- 1:2)، طُبقت هذه الطريقة بنجاح على عينات بيئية **[8]**. حُددت كمية الحديد (II) في الأقراص الدوائية باستخدام حمض ثيوغليكوليك في وسط حمضي؛ إذ تشكّل معقد ملون عند طول موجة امتصاص أعظمي λ_{max}= 540 nm وكانت الخطية محققة ضمن مجال التراكيز µg/ml (1-10) **[9]**. استُخدمت طريقة طيفية استخلاصية لتحديد الحديد (II) باستخدام الكاشف 2-أمينو-4-(3- نيتروفينيل آزو) بيريدين-3- ول من خلال تشكيل معقد ملون عند nm 644 =λ_{max} و pH = 3.8، وبلغت قيمة معامل الامتصاص المولاري وحد الكشف 1.09×10^5 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$و 6 ng/ml على التوالي، وكان قانون بيير محققاً ضمن مجال التراكيز ng/ml (20-450)، طُبقت هذه الطريقة بنجاح على عينات مياه وتربة **[10]**. حُدد الحديد (II) بطريقة طيفية انتقائية وبسيطة وحساسة

باستخدام الكاشف 3،2- ثنائي كلورو-6-(3-كربوكسي-2- هيدروكسي-1- نفتيل آزو) كينوكزالين ليتشكل معقد ملون عند λ_{max}= 743 nm و pH = 3.54 وبحد كشف قدره 280 ng/l وكانت الخطية محققة ضمن مجال التراكيز (1-20) µg/l، وبلغت قيمة كل من معامل الامتصاص المولاري وحساسية ساندل 2.86×10^{6} $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ و 0.0196 ng/l على التوالي، طُبقت هذه الطريقة على عينات المياه المعدنية والصنبور **[11]**. اصطُنع الكاشف 4-هيدروكسي-3،5-ثنائي ميتوكسي بنزالدهيد -4-هيدروكسي بنزويل هيدرازون لتحديد الحديد (II) بطريقة طيفية مباشرة، تشكل معقد ملون عند λ_{max}= 400 nm و pH = 4 وكان قانون بيير محققاً ضمن مجال التراكيز µg/ml (0.139-1.396)، وبلغت قيمة كل من معامل الامتصاص المولاري وحساسية ساندل 3.09×10^{4} $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ و 0.0018 µg/ml على التوالي، طُبقت هذه الطريقة بنجاح على السبائك **[12]**. دُرست امكانية تشكيل معقد ملون بين الحديد (II) والكاشف 4- هيدروكسي-3-(2-هيدروكسي فينيل) ميثلن أمينو بنزن حمض السلفون؛ إذ تشكل معقد ملون عند طول موجة امتصاص أعظمي λ_{max}= 415 nm عند pH=5، كان قانون بيير-لامبرت محققاً ضمن مجال تراكيز تراوح بين µg/ml(0.1-5) وبحد كشف قدره 0.04 µg/ml وبمعامل امتصاص مولاري يساوي2.27×10^{4} $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ **[13]**.

أهمية البحث وهدفه:

تتجلى أهمية البحث في تطوير طريقة تحليلية لتحديد الحديد الثنائي بطريقة طيفية بسيطة وسريعة غير مكلفة، تمتاز بدقة وصحة عاليتين وسهلة التطبيق في المحاليل المائية لعينات بيئية وغذائية ودوائية، وتتلخص أهداف البحث في : استخدام الكاشف لتحديد الحديد في المحاليل المائية بالطريقة الطيفية اللونية من خلال تشكيل معقد معه، وتحديد حد الكشف ودراسة الخصائص الطيفية للمعقد المتشكل.

طرائق البحث ومواده:

اعتُمد اسلوب البحث العلمي التطبيقي القائم على دراسة آلية تشكل المعقدات وتحديد الشروط المثلى لتشكلها سواء في الوسط المائي أو في الطور العضوي، بالإضافة إلى إمكانية الاستفادة من المسح المرجعي الذي أُجري في هذا المجال والتواصل مع ما يستجد في هذا الموضوع من خلال شبكة الانترنت وبعض الدوريات المتخصصة المتاحة.

الأدوات والأجهزة المستخدمة:

1- جهاز مطيافية الأشعة المرئية وفوق البنفسجية من إنتاج شركة PG INSTRUMENTS نموذج T60.

2- مقياس pH/mv من انتاج شركة Sartorius مزود بمسرى زجاجي جمعي.

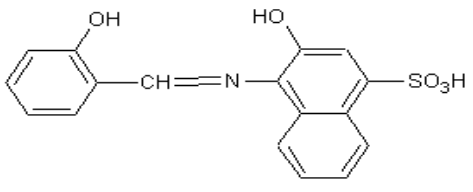
3- ميزان تحليلي بدقة 0.0001 من نوع Sartorius.

4- أدوات زجاجية مختلفة من بياشر ودوارق حجمية بحجوم مختلفة.

المواد الكيميائية المستخدمة:

استخدمت مجموعة من المواد الكيميائية النقية لإنجاز هذا البحث وهي :

1- 3-هيدروكسي-4-[(2- هيدروكسي بنزليدين) أمينو] نفتالين-1- حمض السلفون مُحضر مسبقاً بمردود (79%).



2– أسيتون من صنف Analar إنتاج شركة BDH البريطانية % 99.5.

3– الميثانول والايثانول والساليسيل الدهيد والاست الدهيد بنقاوة لا تقل عن % 99 .

4– مجموعة من الحموض كحمض البور، حمض كلور الماء، حمض الكبريت، حمض الخل، حمض الفوسفور.

5– ملح مور $(NH_4)_2SO_4.FeSO_4.6H_2O$ بنقاوة % 97.

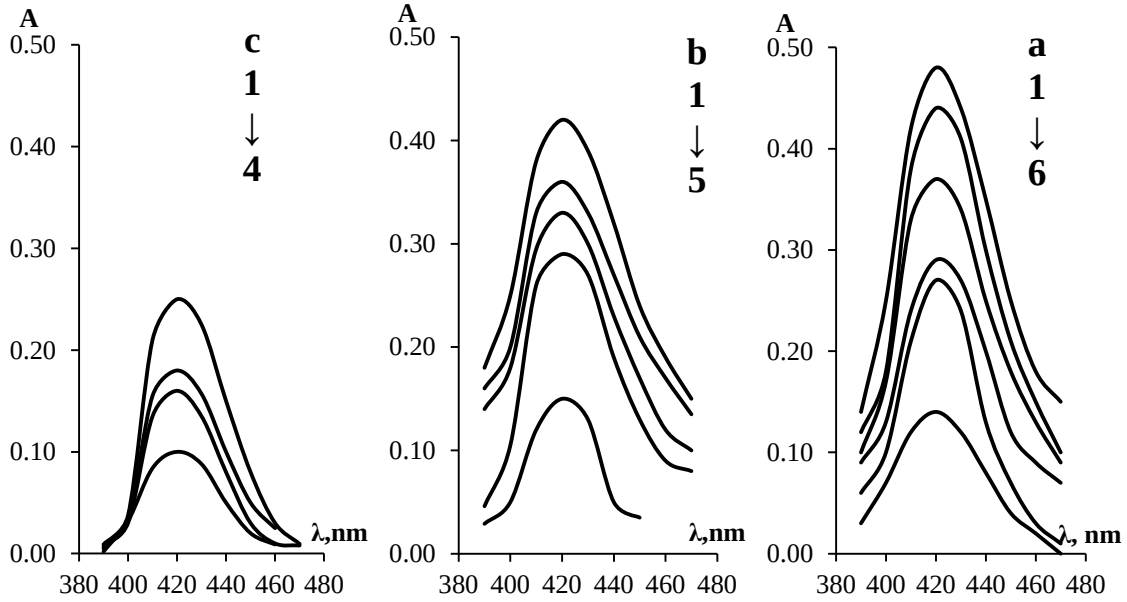
النتائج والمناقشة:

1- دراسة تشكل معقد بين الحديد (II) والكاشف:

Study the formation of a complex between Fe (II) and reagent

تم إضافة 1mℓ من الحديد (II) بتركيز 8.952×10^{-4} mol.l^{-1} و 1mℓ من الكاشف بتركيز 8.952×10^{-3} mol.l^{-1} و 2mℓ من المحاليل المنظمة كلاً على حدى، لُحظ بداية تلون المحاليل المحتوية على الحديد (II) بلون أصفر ضمن مجال من درجات pH تراوحت بين 12-5 بوجود منظم البريتون، في حين تلونت المحاليل الشاهدة بلون وردي باهت، وتبين عند اجراء المسح الطيفي في المجال المرئي وفوق البنفسجي وجود قمة امتصاص اعظمية عند 420 nm الشكل (1). مما يدل على تشكل المعقد بين الحديد (II) والكاشف المقترح.

استُبدل منظم البريتون بمنظم الخلات (3.5-9) =pH الشكل (1-b)، ثم بمنظم الفوسفات (6-10) =pH الشكل (1-c)، فلُحظ تشكّل المعقد أيضاً ضمن كامل مجال الـ pH بالنسبة لكلا المحلولين المنظمين.



الشكل (1): المسح الطيفي للمعقد بوجود منظم:

a– البريتون عند درجات pH مختلفة وفق الترتيب الآتي:

(pH): 1(6), 2(7), 3(8), 4(9), 5(5), 6(4).

b– الخلات عند درجات pH مختلفة وفق الترتيب الآتي:

(pH): 1(7), 2(6), 3(8), 4(9), 5(5).

c– الفوسفات عند درجات pH مختلفة وفق الترتيب الآتي:

(pH): 1(7), 2(8), 3(6), 4(9).

[L]= 3.581×10^{-4} mol.l^{-1} , [Fe^{2+}]= 3.58×10^{-5} mol.l^{-1}, λ_{max}= 420 nm.

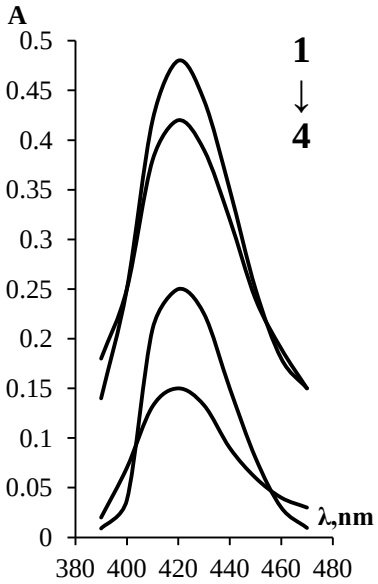
نستنتج من الشكل(a-1) أن امتصاصية المعقد تزداد مع ازدياد قيمة pH منظم البريتون لتبلغ أقصى قيمة لها عند pH = 6 لتعود وتنخفض بعد تلك القيمة، وبتكرار التجربة السابقة مرة أخرى ولكن بوجود منظم الخلات مرة ومنظم الفوسفات مرة أخرى، كانت قيمة الـ pH المثلى عند 7 من أجل كلا المنظمين السابقين.

2- اختيار الجملة المنظمة المثلى لتشكيل المعقد:

Selection the optimal buffer solution for complex formation

اعتمدت هذه الدراسة على تشكيل المعقد عند درجات pH المثلى لكل منظم، أي pH= 6 لمنظم البريتون و pH= 7 لكل من منظم الخلات والفوسفات، (تُركت إحدى الدوارق من دون إضافة منظم لمقارنة امتصاصية المعقد مع مثيلاتها بوجود المنظمات الثلاثة)؛ إذ استُخدمت دوراق حجمية سعة 25ml ووُضع في كل منها 1ml من الحديد (II) المحضر بتركيز 8.952×10^{-4} mol.l^{-1} و 1ml من الكاشف المحضر بتركيز 8.952×10^{-3} mol.l^{-1} و 2ml من المحاليل المنظمة كلاً منها وفقاً لدرجة الـ pH المثلى، تُركت الدوارق لمدة نصف ساعة ثم أُكمل الحجم بالماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج.

لُحظ عند اجراء المسح الطيفي الشكل (2)، بأن أكبر قيمة لامتصاصية المعقد كانت بوجود منظم البريتون، ولدى مراقبة امتصاصية المعقد المتشكل مع مرور الزمن تبين أن امتصاصية المعقد ثابتة لمدة لا تقل عن 24 ساعة بوجود المنظمات الثلاثة، لذا اعتُمد إضافة منظم البريتون في الدراسات اللاحقة.



الشكل (2): المسح الطيفي للمعقد بوجود ثلاثة محاليل منظمة عند درجات الـ pH المثلى وفق الترتيب الآتي:
(المنظم): 1 (بريتون)، 2 (خلات)، 3 (فوسفات)، 4 (بدون منظم) .
[L] = 3.581×10^{-4} mol.l^{-1},[Fe^{2+}] = 3.581×10^{-5}mol.l^{-1}, λ_{max}= 420 nm.

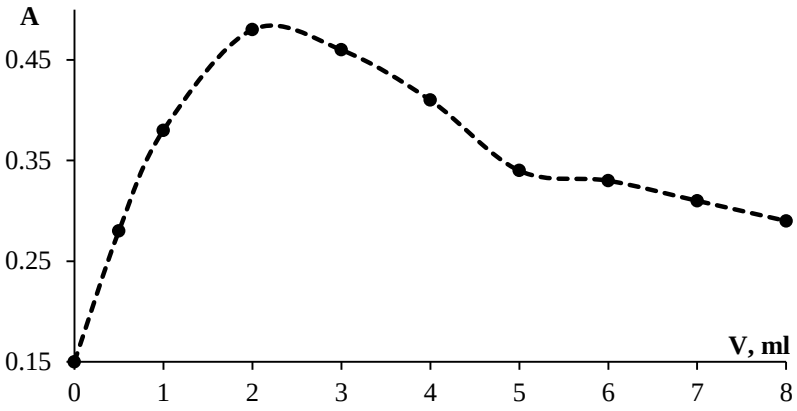
3- اختيار حجم محلول منظم البريتون الأمثل لتشكيل المعقد:

Selection of the optimal Britton buffer solution volume for complex formation

تمت هذه الدراسة باستخدام دوارق حجمية سعة 25ml؛ إذ وُضع في كل منها 1ml من الحديد (II) المحضر بتركيز قدره 8.952×10^{-4} mol.l^{-1} و 1ml من الكاشف المحضر بتركيز 8.952×10^{-3} mol.l^{-1} وحجوم مختلفة من محلول

البريتون المنظم عند pH= 6 بحيث تراوحت نسبته في دورق التفاعل ما بين % (2-32)، تُركت الدوارق لمدة نصف ساعة بالتوازي مع محاليل الشاهد، ثم أُكمل الحجم بالماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج.

بينت الدراسة التجريبية بأن امتصاصية المعقد تزداد لتبلغ قيمتها العظمى عند نسبة منظم البريتون 8% من حجم دورق التفاعل، يوضح الشكل (3) تغيُّر امتصاصية المعقد عند حجوم متزايدة من منظم البريتون.



الشكل(3): العلاقة البيانية بين امتصاصية المعقد وحجم منظم البريتون.

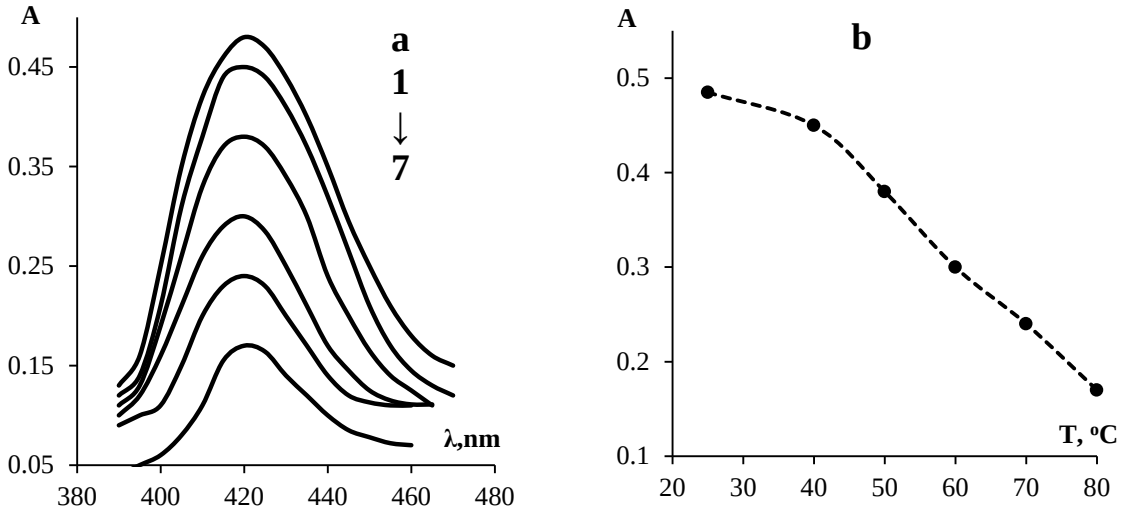
$[L]= 3.581\times10^{-4}$ mol.l^{-1} , $[Fe^{2+}]=3.581\times10^{-5}$ mol.l^{-1}, pH=6, λ_{max}= 420 nm.

4– تأثير درجة الحرارة في امتصاصية المعقد المتشكل:

Effect of temperature on the absorbance of the formation complex

دُرس تأثير تغيّر درجة الحرارة في امتصاصية المعقد المدروس ضمن المجال ^{o}C (40-80) باستخدام دوارق حجمية سعة 25ml؛ إذ وُضع في كل منها 1ml من الحديد (II) المحضر بتركيز قدره 8.952×10^{-4} mol.l^{-1} و1ml من الكاشف تركيزه 8.952×10^{-3} mol.l^{-1} و2ml من منظم البريتون pH= 6، تُركت المحاليل في درجات الحرارة المدروسة لمدة نصف ساعة، ثم بُردت في جو المختبر لتمدد بعد ذلك بالماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج (تُركت عينة من المحاليل في جو المختبر كشاهد).

لُحظ عند إجراء المسح الطيفي الشكل (4-a) وتسجيل قيم الامتصاصية عند 420 nm الشكل (4-b) بأن لدرجة الحرارة تأثير سلبي في امتصاصية المعقد المتشكل؛ إذ تناقصت امتصاصية المعقد مع ارتفاع درجة الحرارة مقارنةً مع امتصاصية المعقد المتشكل في درجة حرارة المختبر، لذلك اعتُمدت درجة حرارة المختبر كدرجة حرارة مناسبة لتشكل المعقد بين الحديد (II) والكاشف في الدراسات اللاحقة.



الشكل (4): a–المسح الطيفي للمعقد عند درجات حرارة مختلفة ^0C (40-80).
1(25), 2(40), 3(50), 4(60), 5(70), 6(80).
b– العلاقة بين امتصاصية المعقد عند درجات حرارة مختلفة.
[L]= 3.581×10^{-4} mol.l^{-1} , [Fe^{2+}]=3.581×10^{-5} mol.l^{-1}, pH=6, λ_{max}= 420 nm, $V_{Britton}$= 2ml.

5- تأثير بعض المذيبات العضوية القابلة للامتزاج بالماء في امتصاصية المعقد:

Effect of some organic solvent mixable with water on complex absorbance

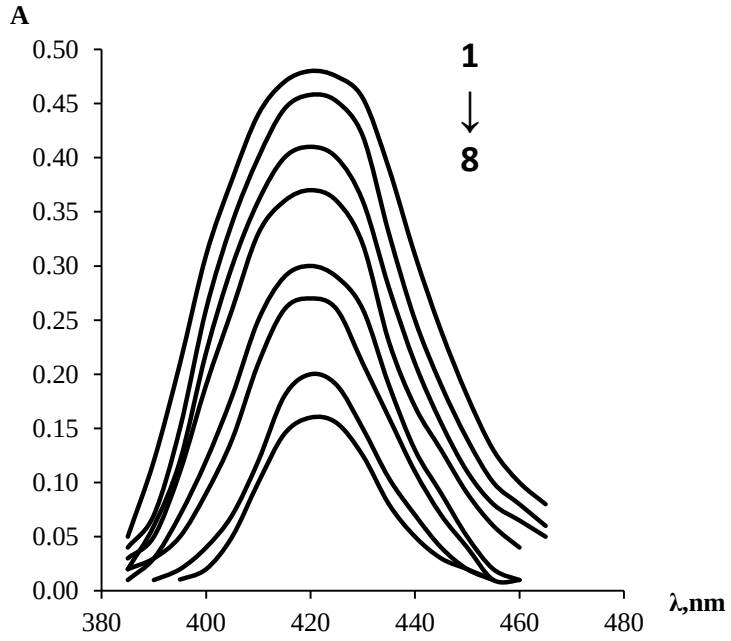
دُرس تأثير سبعة مذيبات عضوية قابلة للامتزاج بالماء في امتصاصية المعقد المدروس عند وجودها بسبع نسب مئوية تراوحت بين %(2-40)، إذ أُضيف 1ml من الحديد (II) في دوارق حجمية سعة 25ml و 1ml من الكاشف و 2ml من منظم البريتون pH= 6 ثم أُضيفت سبعة حجوم متزايدة من كل مذيب على حدى وفق تجارب عدة مستقلة، تُركت المحاليل لمدة نصف ساعة في جو المختبر ثم أُكمل الحجم بالماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج. تبيّن بعد إجراء المسح الطيفي وفق الشكل (5) وتسجيل قيم الامتصاصيات عند λ_{max}= 420nm، أن المعقد يتشكل مهما اختلفت طبيعة المذيب المضاف ونسبته الجدول (1)، لكن امتصاصية المعقد كانت تتناقص مع ازدياد نسبته في دورق التفاعل، وعند مقارنة قيم الامتصاصيات التي تم الحصول عليها تبيّن أن امتصاصية المعقد تبلغ أعلى قيمة لها عند تشكيله في وسط مائي فقط دون إضافة أي من المذيبات المذكورة أعلاه، لذلك اعتُمد على تشكيل المعقد في وسط مائي في الدراسات اللاحقة.

الجدول(1): تغير امتصاصية المعقد مع تغير طبيعة المذيب العضوي المضاف ونسبته المئوية.
pH= 6, λ_{max}= 420 nm, $V_{Britton}$= 2ml, T=25°C, [L]= 3.581×10^{-4} mol.l^{-1}, [Fe^{2+}]=3.581×10^{-5} mol.l^{-1}

نوع المذيب / نسبته المئوية%	A أسيتون	A أسيتونتريل	A ميثانول	A إيثانول	A أست الدهيد	A إيثيل غليكول	A بروبان ديول 2,1
2	0.41	0.43	0.15	0.19	0.34	0.28	0.26
4	0.41	0.46	0.16	0.20	0.36	0.30	0.27

0.27	0.29	0.36	0.18	0.16	0.46	0.38	8
0.25	0.27	0.33	0.15	0.12	0.43	0.34	16
0.23	0.27	0.30	0.14	0.11	0.40	0.30	24
0.20	0.23	0.29	0.14	0.10	0.35	0.28	32
0.20	0.22	0.29	0.12	0.10	0.33	0.28	40

امتصاصية المعقد في وسط مائي : A= 0.48



الشكل(5): المسح الطيفي للمعقد بوجود مذيبات مختلفة بنسبة مئوية قدرها 4%.

pH= 6, λ_{max}= 420 nm, $V_{Britton}$= 2ml, T=25°C, [L]= 3.581×10^{-4} mol.l^{-1}, [Fe^{2+}]= 3.581×10^{-5} mol.l^{-1}

المذيب: 1(بدون مذيب)، 2 (أسيتونتريل)، 3 (أسيتون)، 4 (أست الدهيد)، 5 (إيثلين غليكول)، 6 (بروبان ديول1,2)، 7 (إيثانول)، 8 (ميثانول).

6– تسلسل الإضافات لتشكيل المعقد:

The additions sequence for the formation of the complex

دُرس تأثير تغيُّر تسلسل الاضافات المتبع بطرائق مختلفة عند دراسة الشروط السابقة لتشكيل المعقد على النحو الآتي:

– حديد (II) ، الكاشف ، بريتون./– حديد (II) ، بريتون ، الكاشف./ – الكاشف ، حديد (II) ، بريتون.

– الكاشف ، بريتون ، حديد (II)./ – بريتون ، حديد (II) ، الكاشف./ – بريتون ، الكاشف ، حديد (II).

تبين بعد إجراء المسح الطيفي وقياس الامتصاصيات عند λ_{max} = 420 nm أن المعقد المدروس يتشكل مهما اختلفت طريقة الإضافات وبامتصاصيات متقاربة وكان أفضلها عند اتباع التسلسل الآتي:

حديد (II) ، منظم البريتون ، الكاشف، يُترك المحلول لمدة نصف ساعة، ثم يُكمل الحجم بالماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج.

7- تأثير تركيز الكاشف في امتصاصية المعقد المدروس:

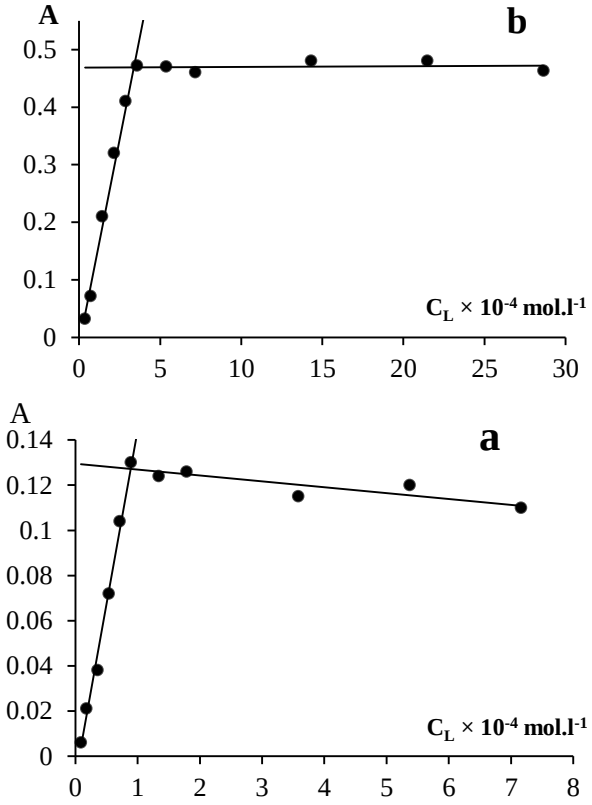
Effect of increasing the reagent concentration on the absorbance of the studied complex

دُرس تأثير زيادة تركيز الكاشف في امتصاصية المعقد المتشكل من أجل تركيزين مختلفين للحديد (II) الأول قدره 0.895×10^{-5} mol.l^{-1} والثاني قدره 3.581×10^{-5} mol.l^{-1} وتراكيز مختلفة من الكاشف تراوحت بين $(0.089 - 7.162)\times10^{-4}$ mol.l^{-1} من أجل التركيز الأول للحديد (II) و$(0.358-28.648)\times10^{-4}$ mol.l^{-1} للتركيز الثاني كلاً على حدى، في دوراق حجمية سعة 25ml مع مراعاة إضافة 2ml من منظم البريتون (pH=6)، ثم تُركت المحاليل في جو المختبر لمدة نصف ساعة ليُكمل الحجم بالماء ثنائي التقطير حتى إشارة السعة. لُحظ بعد قياس امتصاصية المحاليل المحضرة عند λ_{max}= 420 nm بأنها تتزايد مع تزايد تركيز الكاشف لتبلغ قيمتها العظمى عند تركيز للكاشف قدره 0.895×10^{-4} mol.l^{-1} للتركيز الأول للحديد و 3.581×10^{-4} mol.l^{-1} للتركيز الثاني، وبعدها تبقى ثابتة مع استمرار زيادة تركيز الكاشف الجدول (2)، لُحظ أيضاً أن امتصاصية المعقد تبقى ثابتة مع مرور الزمن مدة لا تقل عن 10 ساعات عند وجود الكاشف بأضعاف مضاعفة من تركيز الحديد، كما يوضح الشكل (6) العلاقة بين تغيُّر امتصاصية المعقد المدروس وتراكيز الكاشف المضاف.

الجدول(2): تغير امتصاصية المعقد بتغير تركيز الكاشف

pH= 6 , λ_{max}= 420 nm, $V_{Britton}$= 2ml, T=25°C.

$C_L \times 10^{-4}$ mol.l^{-1}	امتصاصية المعقد $[Fe^{2+}]= 3.58102\times10^{-5}$ mol.l^{-1}	$C_L \times 10^{-4}$ mol.l^{-1}	امتصاصية المعقد $[Fe^{2+}]= 0.895255\times10^{-5}$ mol.l^{-1}
0.358	0.032	0.089	0.006
0.716	0.071	0.179	0.021
1.432	0.21	0.358	0.038
2.148	0.32	0.537	0.072
2.864	0.41	0.716	0.104
3.581	**0.474**	**0.895**	**0.13**
5.371	0.47	1.342	0.124
7.162	0.46	1.790	0.126
14.324	0.48	3.581	0.11
21.486	0.48	5.371	0.12
28.648	0.46	7.162	0.11



الشكل(6): تغير امتصاصية المعقد مع تغير تركيز الكاشف عندما:

$[Fe^{2+}]= 0.895255\times10^{-5}$ mol.l^{-1} -a

$[Fe^{2+}]= 3.58102\times10^{-5}$ mol.l^{-1} -b

λ_{max}= 420 nm, pH = 6, $V_{Britton}$= 2ml, T=25^{o}C.

8- تحديد نسبة الارتباط للمعقد المتشكل:

Determination of the Linked ratio for the formed complex

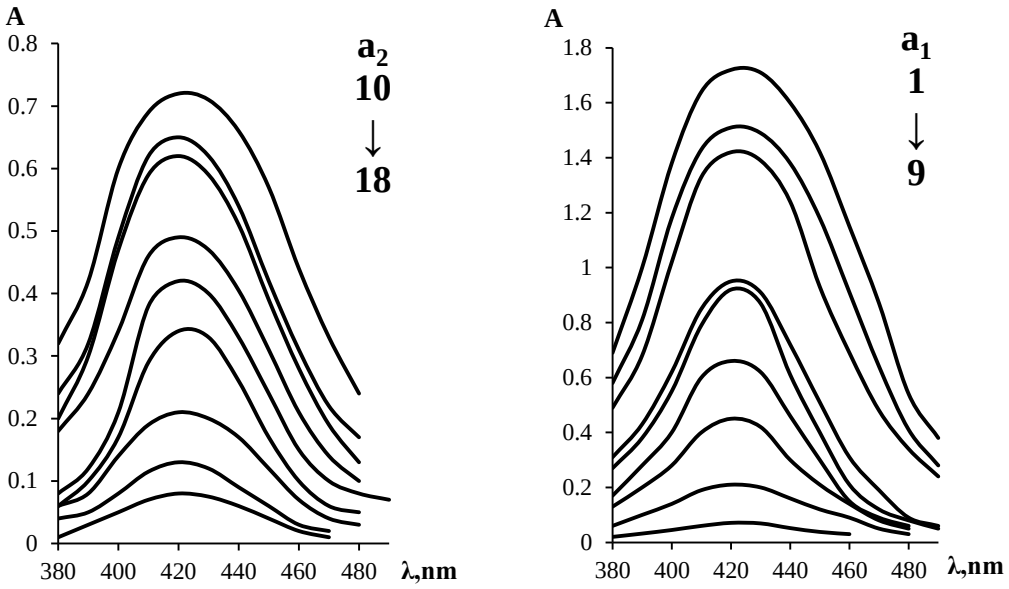
1.8- طريقة التغير المستمر (الإيزومولية) Continuous variation method

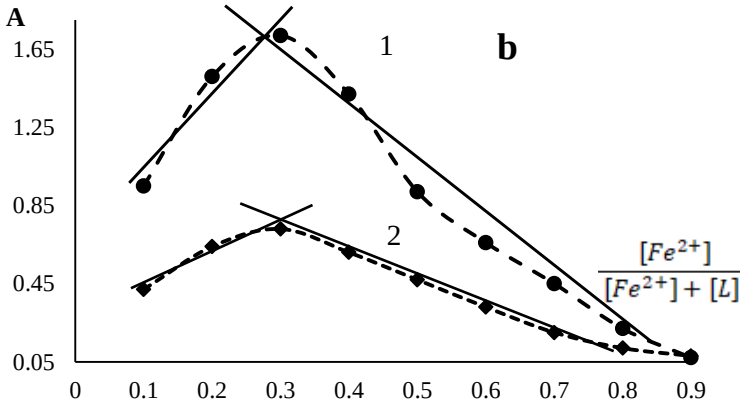
تعتمد هذه الطريقة على قياس الامتصاصية الجزيئية عند طول موجة الامتصاص الأعظمي لسلسة من محاليل المعقد المدروس عند قيمة pH ثابتة بحيث يتغير فيها تركيز كل من الشاردة والمرتبطة على أن يبقى مجموع تركيزهما ثابت. يرسم المنحني البياني لتغيرات الامتصاصية بدلالة الكسر الجزيئي للشاردة المدروسة وفق العلاقة الآتية:

$$A = f\frac{[M]}{[M]+[L]}$$

نحصل على نقطة انعطاف تقع عند الكسور الجزيئية الموافقة لنسب الارتباط **[14]**.

يبين الشكل (7-$a_{1,2}$) تغير طيف الامتصاص الجزيئي المرئي للمعقد المتشكل بدلالة الكسر المولي للحديد (II) ، كما يبين الشكل (7-$b_{1,2}$) العلاقتين اللتين تم الحصول عليهما بهذه الطريقة في حالتين مختلفتين، والذي يوضح وجود نقطة انكسار وحيدة في كلا المنحنيين عند كسر مولي = 0.3 ، وهذا يعني أن نسبة الارتباط هي (1:2) والمعقد المتشكل هو من الشكل $Fe(L)_2$، كما يبين الجدول (3) تراكيز كل من الكاشف والحديد (II) والكسر المولي والامتصاصيات المقابلة لسلسة المحاليل المحضرة بطريقة التغير المستمر.





الشكل(7): تحديد النسبة المولية للمعقد بطريقة التغير المستمر.

$a_{1,2}$– المسح الطيفي للمعقد عند كسور مولية مختلفة للحديد (II).

$\frac{[Fe^{2+}]}{[Fe^{2+}]+[L]}$ a_1: 0.3(1), 0.2(2), 0.4(3), 0.5(4), 0.1(5), 0.6(6), 0.7(7), 0.8(8),0.9(9).

a_2: 0.3(10), 0.2(11), 0.4(12), 0.5(13), 0.1(14), 0.6(15), 0.7(16), 0.8(17), 0.9(18).

$b_{1,2}$- تغير الامتصاصية الجزيئية للمعقد بدلالة الكسر المولي للحديد (II).

pH=6, λ_{max}= 420 nm, $V_{Britton}$= 2ml, T=25°C.

الجدول(3): معطيات طريقة التغير المستمر لتحديد نسبة الارتباط في المعقد.

λ_{max}= 420nm , pH= 6, $V_{Britton}$= 2ml, T=25°C.

تركيز الحديد(II)		تركيز الكاشف L		$\frac{[Fe^{2+}]}{[Fe^{2+}]+[L]}$	A (abs)	
(1) $C_{Fe^{2+}}\times10^{-5}$ mol.l^{-1}	(2) $C_{Fe^{2+}}\times10^{-5}$ mol.l^{-1}	(1) $C_L\times10^{-5}$ mol.l^{-1}	(2) $C_L\times10^{-5}$ mol.l^{-1}		(1)	(2)

7.162	3.581	64.458	32.229	0.1	0.95	0.42
14.324	7.162	57.296	28.648	0.2	1.51	0.64
21.486	**10.743**	**50.134**	**25.067**	**0.3**	**1.72**	**0.73**
28.648	14.324	42.972	21.486	0.4	1.42	0.61
35.810	17.905	35.810	17.905	0.5	0.92	0.47
42.972	21.486	28.648	14.324	0.6	0.66	0.33
50.134	25.067	21.486	10.743	0.7	0.45	0.2
57.296	28.648	14.324	7.162	0.8	0.22	0.12
64.458	32.229	7.162	3.581	0.9	0.071	0.08

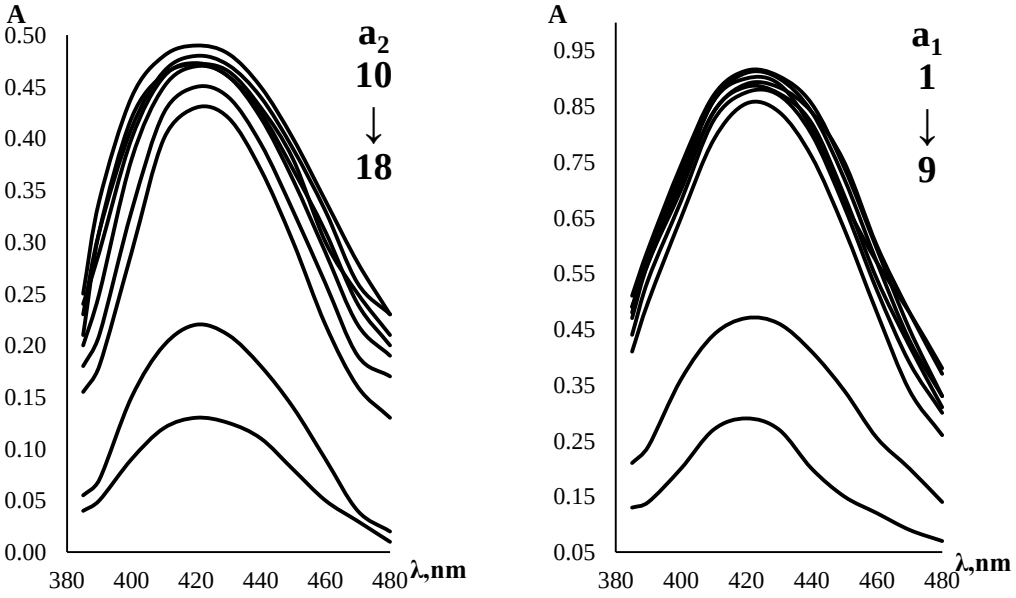
2.8– طريقة النسب المولية: Molar ratio method

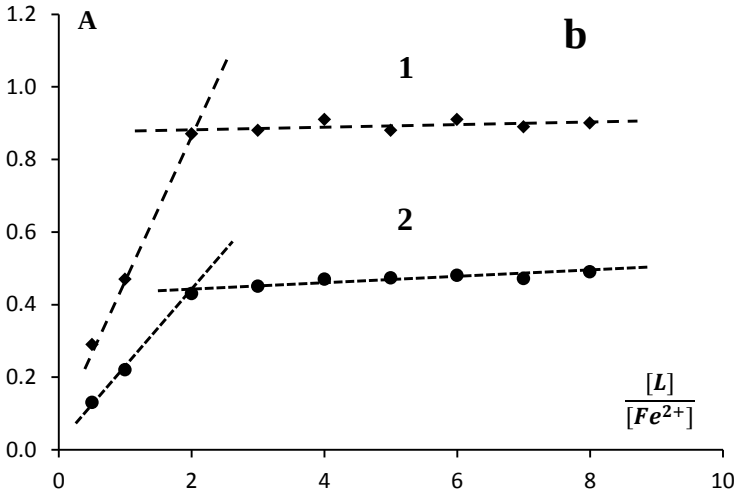
تحضر وفقاً لطريقة Jop **[16,15]** والتي عدلها Vosburgh **[17]** سلسلة من محاليل المعقد المدروس يتغير فيها تركيز المرتبطة L بانتظام مع بقاء تركيز الأيون المعدني المدروس ثابتاً ثم تقاس الامتصاصية بدلالة نسبة التركيز الجزيئي (المولي) للمرتبطة إلى التركيز الجزيئي (المولي) للأيون المدروس.

$$A = f\frac{[L]}{[M]}$$

يتم الحصول عندما يتغير ميل هذه العلاقة الخطية بتغير تركيب المعقد المتشكل على خط مستقيم ينكسر عند تلك النقاط التي تتوافق مع تركيب المعقدات المتشكلة في المحاليل المدروسة.

يُبين الشكل ($a_{1,2}$-8) المسح الطيفي للمعقد المتشكل عند نسب مولية مختلفة من أجل تركيزين مختلفين للحديد (II) $C_1= 7.162\times10^{-5}$ mol.l^{-1} و $C_2= 3.581\times10^{-5}$ mol.l^{-1} ، كما يُبين الشكل ($b_{1,2}$-9-4) وجود نقطة انكسار وحيدة على كلا المنحنيين تقابل نسبة مولية قدرها (2)؛ أي أن المعقد المتشكل من الشكل $Fe(L)_2$.





الشكل (8): تحديد نسبة الارتباط للمعقد المتشكل وفق طريقة النسب المولية.

$a_{1,2}$: المسح الطيفي للمعقد المتشكل عند نسب مولية مختلفة.

$\frac{[L]}{[Fe^{2+}]}$ a_1: 6(1), 4(2), 8(3), 7(4), 5(5), 3(6), 2(7), 1(8), 0.5(9).

$\frac{[L]}{[Fe^{2+}]}$ a_2: 8 (10),6(11), 5(12), 7(13), 4(14), 3(15), 2(16), 1(17), 0.5(18).

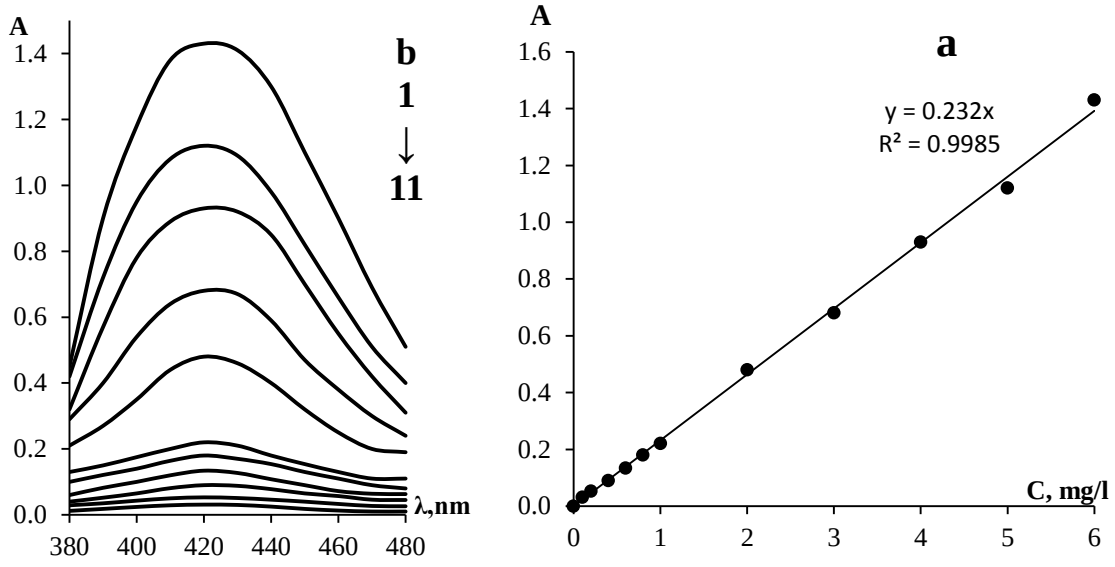
$b_{1,2}$: تغير امتصاصية المعقد المتشكل بدلالة النسب المولية.

$C_1=7.16204\times10^{-5}$ mol.l^{-1}, $C_2=3.58102\times10^{-5}$ mol.l^{-1}, pH=6, $V_{Britton}$ = 2ml, T=25^{o}C, λ_{max}=420 nm.

9- المنحني العياري لتحديد الحديد (II) باستخدام الكاشف:

The calibration curve for determination of Iron (II) using reagent

حُدد المجال الخطي لتركيز الحديد (II) الذي يحقق قانون بيير-لامبرت وذلك من أجل تحديده طيفياً باستخدام الكاشف آخذين بالحسبان جميع الشروط المثالية التي تمت دراستها سابقاً. يبين الشكل (a-9) أفضل خط مستقيم تم الحصول عليه بطريقة أصغر المربعات حاسوبياً. يُلحظ من الشكل أن قانون بيير-لامبرت يكون محققاً ضمن المجال (0.1-6) mg/l وهذا يقابل تركيزا مولياً قدره (0.179-10.743)$\times10^{-5}$ mol.l^{-1} وأن معادلة أفضل خط مستقيم هي من الشكل A = m.c، وأن قيمة معامل الارتباط R^2 = 0.9985 ، وبالتالي قانون بيير-لامبرت يتحقق بدرجة ممتازة ضمن المجال المعتمد لهذه الدراسة.



الشكل(9): المنحني العياري لتحديد الحديد (II) باستخدام الكاشف.

a– العلاقة بين الامتصاصية الجزيئية للمعقد وتركيز الحديد (II).

b– المسح الطيفي للمعقد عند تراكيز متزايدة من الحديد (II).

C_{Fe}^{2+},mg/l: 6(1), 5(2), 4(3), 3(4), 2(5), 1(6), 0.8(7), 0.6(8), 0.4(9), 0.2(10), 0.1(11).

[L]=10.74306×10^{-4}M , pH=6, $V_{Britton}$ = 2ml, T=25°C, λ_{max}= 420 nm.

11– حساب معامل الامتصاص المولي (ε) وثابت تشكل المعقد (β_K):

Calculation the molar absorption coefficient (ε) and the complex formation and its constant (β_K)

يمكن تحديد كل من معامل الامتصاص الجزيئي **ε** وثابت تشكل المعقد **β_K** انطلاقاً من العلاقة:

$$\frac{C_{Fe^{2+}}}{A} = \frac{1}{\varepsilon} + \frac{1}{\varepsilon\beta_k(C_L - \frac{A}{\varepsilon})} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots (1)$$

وهي علاقة خط مستقيم يقطع المحور Y في نقطة هي $1/\varepsilon$ وميله يساوي $1/\beta_k.\varepsilon$ **[19, 18]**.

تم تحضير سلسلة من محاليل المعقد المدروس بتركيز ثابت من الحديد (II) 3.58102×10^{-5} mol.l^{-1} وآخر متزايد من الكاشف ومن ثم قياس الامتصاصية بتابعية مقلوب تركيز الكاشف، واستخدام طريقة شفارتزنباخ للحصول على معطيات تقريبية مدرجة في الجدول (4).

الجدول(4): المعطيات التقريبية لطريقة شفارتزنباخ.

C_{Fe}^{2+}=3.58102×10^{-5} mol.l^{-1} , pH= 6, λ_{max}= 420 nm, , $V_{Britton}$ = 2ml, T=25°C.

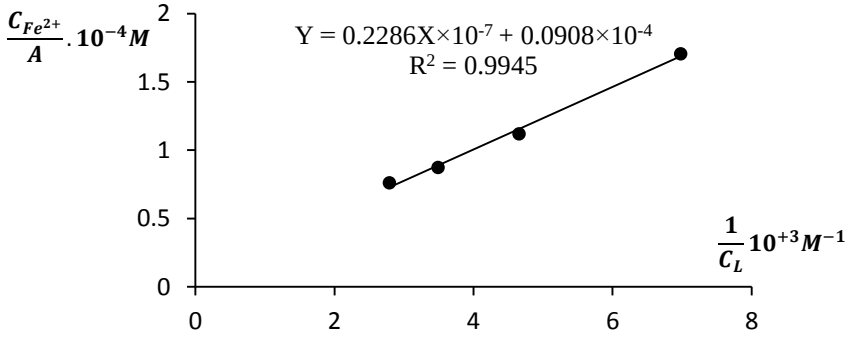
A	$C_L \times 10^{-4}M$	$\frac{1}{C_L}10^{+3}M^{-1}$	$\frac{C_{Fe^{2+}}}{A}.10^{-4}M$	$\frac{1}{C_L - \frac{A}{\varepsilon}} \times 10^{+3}$	$C_{eq} \times 10^{-5}$M	$\frac{1}{C_L - C_{eq}} \times 10^{+3}M^{-1}$
0.21	1.432	6.981	1.705	7.075	1.567	7.839
0.32	2.149	4.654	1.119	4.718	2.387	5.236
0.41	2.865	3.491	0.873	3.537	3.059	3.908
0.47	3.581	2.793	0.762	2.826	3.506	3.096

تبين برسم العلاقة $\frac{C_{Fe^{2+}}}{A} = f(\frac{1}{C_L})$ اعتماداً على معطيات الجدول (4) كما هو موضح في الشكل (10)، مع إهمال التركيز التوازني للمعقد المتشكل أن للخط المستقيم معادلة من الشكل:

$Y= 0.2286\times10^{-7}\ X + 0.0908\times10^{-4}$.

يُلحظ أن الخط المستقيم يقطع محور Y في النقطة الموافقة لـ 0.0908×10^{-4}= 1/ε والتي يُستنتج منها أن:

$$\varepsilon = 1.1013\times10^{+5}\ l.mol^{-1}.cm^{-1}.$$



الشكل (10): الخط البياني للعلاقة $\frac{C_{Fe^{2+}}}{A} = f(\frac{1}{C_L})$ والمرسوم بموجب المعطيات التقريبية لطريقة شفارتزنباخ.

$C_{Fe^{2+}}=3.58102\times10^{-5}M$, pH= 6, $V_{Britton}$ = 2ml, T=25°C, λ_{max}=420 nm.

بالاعتماد على قيمة ε وإدخالها في العلاقة $\frac{C_{Fe^{2+}}}{A} = \frac{1}{\varepsilon} + \frac{1}{\varepsilon\beta_k(C_L - \frac{A}{\varepsilon})}$ وإعادة رسم العلاقة ($C_{Fe^{2+}}$/A) بدلالة $1/(C_L - A/\varepsilon)$ تم الحصول على خط مستقيم جديد معادلته:

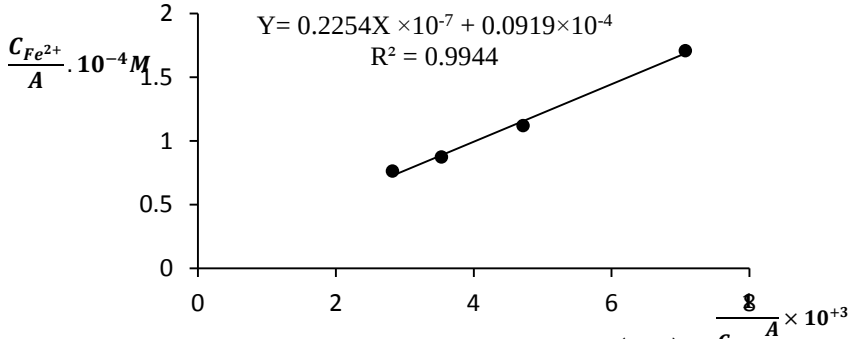
$$Y = 0.2254\times10^{-7}\ X + 0.0919\times10^{-4}.$$

يُلحظ من الشكل (12) أن نقطة تقاطع الخط مع المحور Y هي:

$$\frac{1}{\varepsilon} = 0.0919\times10^{-4} \Rightarrow \varepsilon = 1.0881\times10^{+5}\ l.mol^{-1}.cm^{-1}$$

أما ميل الخط المستقيم فهو $1/\varepsilon.\beta_k$ ومنه:

$$\frac{1}{\varepsilon.\beta_K} = 0.2254\times10^{-7} \Rightarrow \beta_K = 0.40773\times10^{+3}$$



الشكل (11): المنحني البياني للعلاقة $\frac{C_{Fe^{2+}}}{A} = f\left(\frac{1}{C_L-\frac{A}{\varepsilon}}\right)$ والمرسوم بموجب المعطيات المدققة لطريقة شفارتزنباخ ومنحني الاشباع

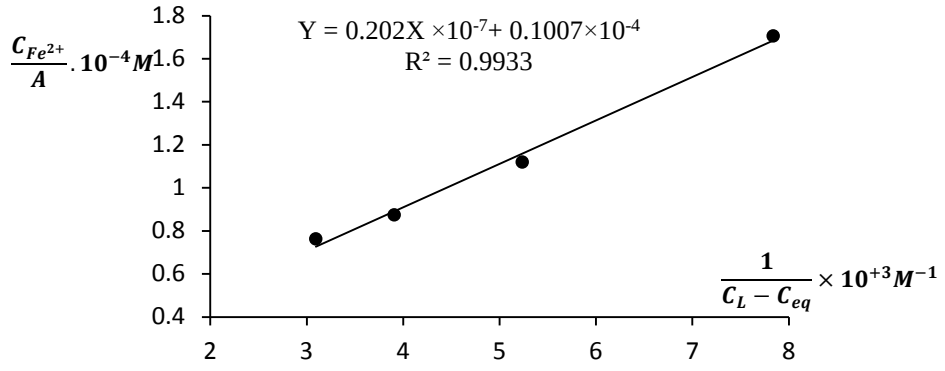
$C_{Fe^{2+}}=3.58102\times10^{-5}M$, pH= 6, $V_{Brritton}$ = 2ml, T=25°C, λ_{max}=420 nm.

وللتأكد من قيمتي ε و β_K المحسوبتين بالطريقة السابقة أُعيد حسابهما بطريقة منحني الإشباع مع الأخذ بالحسبان التركيز التوازني للمعقد المتشكل C_{eq} والذي يُحسب من العلاقة:

$$C_{eq} = C_{Fe^{2+}} \times \frac{A}{A_{max}}$$

أدى رسم الخط البياني للعلاقة السابقة في جملة إحداثيات جديدة $[\frac{C_{Fe^{2+}}}{A}, \frac{1}{C_L - C_{eq}}]$

ينتج خط مستقيم معادلته: $Y = 0.202\times10^{-7}\ X + 0.1007\times10^{-4}$ الشكل (12).



الشكل(12): المنحني البياني للعلاقة $\frac{C_{Fe^{2+}}}{A} = f\left(\frac{1}{C_L - C_{eq}}\right)$ والمرسوم وفق المعطيات التقريبية لمنحني الاشباع.
$C_{Fe^{2+}}$=6.294653×10^{-5}M, pH= 7, $V_{Britton}$ = 2ml, T=25°C, λ_{max}=420 nm.

يُلحظ أن قيمة ε تساوي $0.99305\times10^{+5}$ l.mol^{-1}.cm^{-1} وهي قريبةً من القيمة السابقة، أما ميل الخط الجديد :

$$\frac{1}{\varepsilon.\beta_k} = 0.202 \times 10^{-7}$$ وبالتالي : $$\beta_k = 0.4985 \times 10^{+3}$$

وهي قريبةً من القيمة السابقة، وبالتالي تكون النتائج التي تم الحصول عليها متطابقة في جميع الطرائق المعتمدة لحساب كل من ε و β_k للمعقد المتشكل.

12– تأثير الأيونات المعيقة:

Effect of foreign ions

تمت دراسة تأثير العديد من الأيونات المعيقة في تشكيل المعقد المدروس وذلك عند الشروط المثلى لتشكيله؛ إذ وُجد أن بعض الأيونات تعيق تشكله عندما تكون بتركيز مولي يماثل تركيز الشاردة المدروسة وبعضها لا يبدأ تأثيرها إلا بوجودها بتركيز مولي يبلغ 4 أضعاف أو أكثر من ذلك، كما أن هنالك العديد من الأيونات لم تؤثر في تشكيل المعقد حتى عند وجودها بتركيز يساوي 10 ضعفا من تركيز الحديد (II)، الجدول (5).

الجدول(5): الأيونات المعيقة وغير المعيقة ونسبة الأيونات المؤثرة في تشكيل المعقد.
$C_{Fe^{2+}}$=3.58102×10^{-5}M, pH= 6, $V_{Britton}$ = 2ml, T=25°C, λ_{max}=420 nm.

الأيونات غير المعيقة	الأيونات المعيقة		
	1:1	1:2	1:4
Na^+, K^+, HPO_4^{2-}, CH_3COO^-, Cl^-, PO^{3-}, NH_4^+, I^-.	Zr^{4+},Co^{2+},Mg^{2+},Ag^+	Cd^{2+},Ni^{2+},Zn^{2+},Cr^3	Mn^{2+}, Pb^{2+}, Ca^{2+}, Ba^{2+},Hg^{2+}, Al^{3+},Fe^{3+}

13– الدراسة الإحصائية للطريقة التحليلية المقترحة:

The Statistical study of the proposal analytical method

يبين الجدول (6) نتائج التحليل التي تم الحصول عليها من عينات تجريبية تم تحضيرها مخبرياً والتي تؤكد أن الطريقة المقترحة تمتاز بدقة وصحة جيدتين؛ إذ تحققت ميزة الصحة من خلال المردود النسبي المئوي %(92-102.5) ،أما دقة الطريقة فتميزت بالقيمة المنخفضة للانحراف المعياري (SD≤ 0.027) وبالتالي للانحراف المعياري النسبي المئوي (RSD≤ 3.33%)، كما حُسب كل من الخطأ المعياري التحليلي ASE ، وحد الثقة CL عند مستوى ثقة 95% ، و

مجال الخطأ النسبي في المردود RE% ووجد أنه يقع عند النسبة %(97.25±5.25) وهو ضمن الحدود المقبولة تحليلياً، وهكذا تؤكد هذه النتائج امكانية تطبيق الطريقة المقترحة تحليلياً.

الجدول(6): النتائج الاحصائية التحليلية لتقدير صحة ودقة الطريقة الطيفية المقترحة لتحديد الحديد(II).

pH= 6, $V_{Britton}$ = 2ml, T=25°C, λ_{max}=420nm, n=3.

$CL_{95\%}$, mg/l	ASE, mg/l	Re%	RSD%	SD, mg/l	$C_{Fe^{2+}}$, mg/l	
					C_{found} ($\bar{X}$)	C_{taken}
0.092±0.002	0.0009	92	3.333	0.003	0.092	0.1
0.193±0.004	0.0017	97	2.986	0.006	0.193	0.2
0.41±0.0067	0.003	102.5	2.439	0.01	0.41	0.4
0.6±0.0067	0.003	100	1.667	0.01	0.6	0.6
0.807±0.01	0.0046	100.5	1.894	0.015	0.807	0.8
1.017±0.01	0.0046	101.7	1.503	0.015	1.017	1
2±0.013	0.006	100	1	0.02	2	2
3.05±0.018	0.008	101.7	0.868	0.027	3.05	3
4.077±0.014	0.0063	101.9	0.511	0.021	4.077	4
5.027±0.017	0.0076	100.5	0.501	0.025	5.027	5
6.023±0.014	0.0063	100.4	0.346	0.021	6.023	6

14- حساب حد الكشف: Calculation the limit of detection

حسب حد الكشف انطلاقاً من العلاقة الآتية **[20]:**

$$DL = \sqrt{s_0^2 \frac{n-2}{n-1}} \times \frac{t}{b}$$

حيث n عدد النقاط المختارة من المنحني العياري و b ميل المنحني العياري و t معامل ستودنت عند سوية ثقة مقدارها 95% وS_0^2 معامل تباين يُعبر عنه بالعلاقة الآتية:

$$S_0^2 = \frac{\sum(A_{exp} - A_{cal})^2}{n-1}$$

حيث A_{exp} الامتصاصية التجريبية وAcal الامتصاصية المحسوبة من علاقة المنحني العياري.

يوضح الجدول(7) المعطيات الحسابية لحد الكشف في تحديد الحديد (II) باستخدام الكاشف المدروس.

الجدول(7): المعطيات الحسابية لحد الكشف في تحديد الحديد (II) باستخدام الكاشف المدروس.

Y = 0.232 X معادلة المنحني العياري, n=11, t= 2.228

X_i	A_{exp}	A_{cal}	A_{exp}-A_{cal}	$(A_{exp}-A_{cal})^2$
0.1	0.028	0.023	0.005	0.000025
0.2	0.053	0.046	0.007	0.000049
0.4	0.093	0.093	0	0
0.6	0.134	0.14	-0.006	0.000036
0.8	0.18	0.19	-0.01	0.0001
1	0.22	0.23	-0.01	0.0001
2	0.48	0.46	0.02	0.0004
3	0.68	0.7	-0.02	0.0004
4	0.93	0.93	0	0

5	1.12	1.16	-0.04	0.0016
6	1.43	1.39	0.04	0.0016
				$\Sigma = 0.00431$

$$DL = \sqrt{s_0^2 \frac{n-2}{n-1} \times \frac{t}{b}} = \sqrt{4.31 \times 10^{-4} \times \frac{9}{10} \times \frac{2.228}{0.232}} = 0.0037\ mg/l$$

وُضعت مجمل النتائج التي تم الحصول عليها في تحديد الحديد (II) طيفياً بوساطة الكاشف المقترح في الجدول (8).

الجدول (8): الخصائص الطيفية للمعقد المتشكل والشروط المثلى لتشكله.

نوع المحلول المنظم ونسبته	بريتون، 8%
درجة pH الوسط	6
الزمن اللازم لتشكيل المعقد، دقيقة	30
درجة الحرارة، ^0C	حرارة المختبر (25)
زمن استقرار المعقد، يوم	1
لون الكاشف	وردي
لون المعقد و λ_{max}، nm	أصفر، 420
نسبة الارتباط Fe: L	1:2
المجال التحليلي الخطي، mol/l	$(0.179\text{-}10.743)\times10^{-5}$
المجال التحليلي الخطي mg/l	(0.1-6)
الميل	0.232
معامل الارتباط	0.999
معامل الامتصاص المولي (شفارتزنباخ) $l.mol^{-1}.cm^{-1}$	$1.101\times10^{+5}$
معامل الامتصاص المولي (من العلاقة A =ε.c.l)	$0.993\times10^{+5}$
ثابت تشكل المعقد، β_k	$0.499\times10^{+3}$
حد الكشف، mg/l	0.0037

الاستنتاجات والتوصيات:

تم استخدام كاشف عضوي جديد ولأول مرة في تحديد الحديد الثنائي بطريقة طيفية مباشرة في المجال المرئي؛ إذ شكل معقداً بلون أصفر عند λ_{max}= 420 nm، pH= 6 وبنسبة ارتباط ($C_{Fe:L}$ = 1:2) في درجة حرارة المختبر. بلغت قيمة معامل الامتصاص المولاري $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ $1.1013\times10^{+5}$ وثابت تشكل المعقد $0.4985\times10^{+3}$ وبحد كشف قدره 0.0037mg/l وكانت الخطية محققة ضمن مجال التراكيز mg/l (0.1-6).

References:

[1] MAAROUF.M; KAHILA.B; ISMAIEL.A. *Chemical Analytical Study for Determination Nickel (II) in Aqueous Solutions Using Organic Reagent (HPHMAB) by Spectrophotometric Method*. Tishreen University Journal for Research and Scientific Studies-Basic Sciences Series, Vol. 41, N° 2, 2019, 85-104.

[2] AHMED. M; ISLAM. M; HOSSAIN.M. *A Simple Spectrophotometric Method for the Trace Determination of Iron in Some Real, Environmental, Biological, Food, Pharmaceutical and Soil Samples Using 2-aminophenol*. American Chemical Science Journal. Vol. 7, N° 4, 2015, 236-253.

[3] ZANNAT. T; AHMED. M. *A simple and rapid spectrophotometric method for the determination of iron in environmental, biological, pharmaceutical, food and soil samples using 1,2-dihydroxybenzene-3,5-disulfonic acid*. European Journal of Chemistry. Vol. 5, N° 1, 2014, 101-110.

[4] AHMED.M; ROY.U. *A simple spectrophotometric method for the determination of iron (II) aqueous solutions*. Turk J Chem. Vol. 33, 2009, 709-726.

[5] DEVI. V; REDDY.V. *Spectrophotometric Determination of Iron (II) and Cobalt (II) by Direct, Derivative, and Simultaneous Methods Using 2-Hydroxy-1-Naphthaldehyde-p-Hydroxybenzoichydrazone*. International Journal of Analytical Chemistry (Hindawi Publishing Corporation). Vol. 2012, 2011, 1-17.

[6] SHARMA. A; SINGH. I. *Spectrophotometric Trace Determination of Iron in Food, Milk, and Tea Samples using a New Bis-azo Dye as Analytical Reagent*. Food Anal. Methods (Springer). Vol. 2, 2009, 221-225.

[7] GAVRILENKO. N; MOKHOVA. O. *Sorption–Spectrophotometric Determination of Iron (II, III) with the Use of Organic Reagents Immobilized in a Polymethacrylate Matrix*. *Journal of Analytical Chemistry*. Vol. 36, N° 11, 2008, 1141-1146.

[8] GONSALVES.A; ARAÚJO.C; GALHARDO. C. *Hydralazine Hydrochloride: An Alternative Complexometric Reagent for Total Iron Spectrophotometric Determination. American Journal of Analytical Chemistry* (Scientific Research). Vol. 2, 2011, 776-782.

[9] GAROLE. D. *Application of UV Spectrophotometric Method for Estimation of Iron in Tablet dosage form.* International Journal of PharmTech Research. Vol. 4, N° 1, 2012, 309-310.

[10] KASSEM.M; AMIN.A. *Spectrophotometric determination of iron in environmental and food samples using solid phase extraction*. Food Chemistry (ELSEVIER). Vol. 141, 2013, 1941-1946.

[11] AMIN.A; GOUDA. A. *Utility of solid-phase spectrophotometry for determination of dissolved iron (II) and iron (III) using 2, 3-dichloro-6-(3-carboxy-2-hydroxy-1-naphthylazo) quinoxaline*. Talanta (ELSEVIER). Vol. 76, 2008, 1241-1245.

[12] DEVI. Ch; KRISHNA. D. *Determination of Iron (II) and Iron (III) in Presence of Micellar Medium Using 4-Hydroxy 3, 5 Dimethoxy Benzaldehyde 4-Hydroxy Benzoyl hydrazone by Spectrophotometry.* International Journal of Green and Herbal Chemistry. Vol. 1, N° 3, 2012, 256-263.

[13] MAAROUF. M; DEBANY.L. *Analytical Studying of Determination Iron (II) Ions in Aqueous Solutions Using 4-Hydroxy-3-[[(2-hydroxy phenyl) methylene]amino] benzene Sulphonic Acid by Spectrophotometric Method*. Tishreen University Journal for Research and Scientific Studies-Basic Sciences Series. Vol. 38, N° 2, 2016, 83-97.

[14] YOE J.H; JONES A.L. *colorimetric Determination of Fe With Disodium 1,2dihydroxybenzen -3,5- disulfonate.* Ind. Eng. Chem., Anal. Ed .Vol. 2, N° 4, 1944, 111-115.

[15] JOB P. *Spectrographic Study of the Formation of Complex in Solution and of Their Stability*. Vol 3, N° 3, 1925, 928-930.
[16] JOB P. *Concerning Hydrochloric Acid and Hydrobormic Acid solution of Salts of Cobbalt, Copper and Bivalent Nickel by Spectrophotometric Measurements.* J. Ann. Chem. Soc. Vol. 6, N° 7, 1936, 97-144.
[17] VOSBURGH C; COOPRE R. *Complex Ions .I. Identification of Complex Ions in Solution by Spectrophotometric Measurements.* J. Ann. Chem. Soc Vol 63, 1941, 437-442.
[18] SCHWARZENBACH G; HALLER G. *HELV*. Cheme. Acta. Vol. 34, 1951, p: 1876.
[19] MAAROUF. M; DEBANY.L. *An analytical study for spectrophotometric determination of Cu (ii) ions in aqueous solutions using 4 hydroxy 3-2 hydroxy phenyl methyl amino benzene sulfonic acid*. THE PHARMA RESEARCH. Vol. 14, N° 2, 2016, 29-38.
[20] MAAROUF.M; KAHILA.B; ISMAIEL.A. *An analytical study by spectrophotometric method for determination of cobalt (II) in aqueous solutions by using Organic Reagent (HPHMAB)*. Chemistry Research Journal, Vol. 4, N° 2, 2019, p:183.