

دراسة كيميائية تحليلية بالطريقة الطيفية اللونية لتحديد النيكل (II) في محاليله المائية باستخدام الكاشف العضوي (HPHMAB)

د. محمد معروف*

د. بسام كحيلة**

عمار اسماعيل***

(تاريخ الإيداع 23 / 12 / 2018. قُبل للنشر في 28 / 3 / 2019)

□ ملخص □

دُرست إمكانية تشكيل معقد ملون بين النيكل(II) والكاشف 4-هيدروكسي-3- [(2- هيدروكسي فينيل) ميثلن] أمينو] بنزن حمض السلفون (HPHMAB) بهدف استخدامه وتحديد النيكل في محاليله المائية بالطريقة الطيفية الضوئية اللونية؛ إذ تبين أن الكاشف المذكور يشكل مع النيكل(II) معقداً ملوناً باللون الأصفر المخضر بوجود منظم البريتون pH=7. دلت الدراسة التجريبية لطيف امتصاص محلول المعقد المتشكل، أن طول الموجة الموافق لامتناص أعظمي هو 430 nm، وهو طول الموجة الذي استخدم من أجل تحديد كافة القرائن الكمية المتعلقة بهذا المعقد، فكانت نسبة التفاعل بين HPHMAB والنيكل(II)، (1:4) وبلغت قيمة أكبر معامل الامتصاص المولي $\epsilon = 2.744 \times 10^4 \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ وثابت تشكل المعقد $\beta_K = 1.5382 \times 10^5$. درست كافة العوامل المؤثرة في عملية تشكيل المعقد نيكل - كاشف، حيث كان قانون بيير-لامبرت محققاً ضمن المجال (0.2-6) mg/l ويحد كشف قدره 0.039 mg/l، ولم يتجاوز الانحراف المعياري النسبي المئوي القيمة % 2.91 ولم تقل الاسترجاعية عن % 91 عند تطبيق هذه الطريقة على عينات عيارية للنيكل، مما يدل على صحة ودقة الطريقة وإمكانية استخدام الكاشف HPHMAB لتحديد النيكل (II).

الكلمات المفتاحية: 4-هيدروكسي-3- [(2- هيدروكسي فينيل) ميثلن] أمينو] بنزن حمض السلفون (HPHMAB)، طريقة طيفية مباشرة لتحديد النيكل(II) في المجال المرئي.

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

** مدرس - جامعة الحواش الخاصة - حمص - سورية.

*** طالب ماجستير - قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة تشرين - اللاذقية - سورية.

Chemical Analytical Study for Determination Nickel (II) in Aqueous Solutions Using Organic Reagent (HPHMAB) by Spectrophotometric Method

Dr. Mohammad Maarouf*
Bassam Kahila**
Ammar Ismaiel***

(Received 23 / 12 / 2018. Accepted 28 / 3 / 2019)

□ ABSTRACT □

The possibility of formatting a colored complex between Ni²⁺ ions and 4-Hydroxy-3-[[2-hydroxy phenyl] methylene] amino] benzene Sulphonic Acid (HPHMAB) was studied by spectrophotometric method for determination of Nickel in aqueous solutions. The reagent reacts in aqueous medium at pH=7 to give a green- yellow complex with maximum absorbance at $\lambda_{\max}=430\text{nm}$. The stoichiometric composition of complex is $C_{\text{Ni:HPHMAB}}=(1:4)$. The molar absorptivity and complex constant formation were found to be $\epsilon=2.744 \times 10^4 \text{ l. mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ and $\beta_k=1.5382 \times 10^5$. We have studied all factors which affect the complex formation Ni-HPHMAB. Beer-Lambert was obeyed within the range (0.2-6) mg/l with a detection limit of 0.039 mg/l. The developed method was examined on Nickel standard solutions (RSD \leq 2.91%, recovery $>$ 91 %). All results showed the accuracy, reliability and confirming the possibility of using the reagent (HPHMAB) to determination of Nickel.

Keywords : 4-Hydroxy-3-[[2-hydroxy phenyl] methylene] amino] benzene Sulphonic Acid (HPHMAB), Determination of Nickel (II) by Visible spectrophotometric range.

* Professor, Department of Chemistry, Faculty of Science, Tishreen University, Syria.

**Assistant Professor, Al-Hawash Private University, Syria.

***Postgraduate Student, Department of Chemistry, Faculty of Science, Tishreen University, Syria.

مقدمة:

احتلت مطيافية الأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV-Vis) باستخدام الكواشف العضوية مكانة لا يستهان بها بين الطرائق الطيفية الأخرى وذلك نظراً لإمكاناتها الكبيرة، ولاتساع المجالات البحثية التي يمكن أن تغطيها هذه الطريقة كتحديد ثوابت تشكل المعقدات بين هذه الكواشف والذرة المعدنية المركزية، ومعامل الامتصاص المولي، وعدد التساند، ونسبة الارتباط في جزيئة المعقد، وتغير الامتصاصية الجزيئية للمعقد مع مرور الزمن، والبنية الهندسية للجزيئات المعقدة المتشكلة ودرجة قطبيتها، ليأتي المخرج التحليلي، القائم على العلاقة بين الإشارة التحليلية (الامتصاصية الجزيئية) وتركيز الذرة المركزية على قمة الهرم لهذه المعارف مجتمعة.

استخدمت في هذا البحث تقانة مطيافية الامتصاص الجزيئي في المجال المرئي وفوق البنفسجي (UV-Vis) لتحديد عنصر النيكل الذي له العديد من الاستخدامات الصناعية الهامة مثل صناعة الفولاذ والسبائك، مداخلات نيكل - كاديوم وفي عمليات الطلي الغلفاني لينبعث بعد ذلك إلى البيئة ليؤثر تأثيراً سلبياً على الصحة العامة إذا تجاوز عتبة $1\text{mg}/\text{m}^3$ ، حيث يتراكم في الرئتين بعد استنشاقه مسبباً الإصابة بسرطان الرئة والأنف والحجرة، وإن الأعراض الأولية الناتجة عن استنشاقه هي تهيج في الجهاز التنفسي [1,2]. وعليه فقد قامت أبحاث عديدة لتحديد النيكل بطرائق تحليلية متنوعة وفي عدد كبير من العينات. فقد استُخدم الكاشف -4 -ميثيل 3،2 - بنتانديون ديوكسيم لتحديد النيكل في وسط قلوي (pH=9) عند طول موجة امتصاص أعظمي $\lambda_{\text{max}} = 370\text{nm}$ وضمن مجال خطي تراوح بين $(0.5-10)\ \mu\text{g}/\text{ml}$ [3]. كما حُد النيكل (II) عن طريق معقده الأصفر المخضر مع كاشف إيزوميرازول في وسط حمضي (pH=5)، عند $\lambda_{\text{max}} = 405\ \text{nm}$ ، ضمن مجال خطي امتد ما بين $(0.139-1.39)\ \mu\text{g}/\text{ml}$. بلغت قيمة معامل الامتصاص المولي $2.5 \times 10^4\ \text{l}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ وحساسية ساندل $0.0029\ \text{mg}/\text{cm}^2$ [4]. استُخدم كاشف 5،3 - ثنائي ميتوكسي - 4 - هيدروكسي بنزالدهيد إيزو نيكوثيول هيدرازون لتحديد النيكل في وسط قلوي (pH=9) عند $\lambda_{\text{max}} = 386\ \text{nm}$ وعلاقة خطية تراوحت ما بين $(0.234-2.94)\ \mu\text{g}/\text{ml}$ [5]. طُبقت طريقة طيفية لتحديد النيكل (II) في السبائك باستخدام الكاشف دوبا سيمي كينون عند (pH = 7.5) و $\lambda_{\text{max}} = 590\ \text{nm}$ وذلك بعد حجب عنصر المنغنيز، حيث بلغت قيمة حد الكشف 2.88×10^{-5} mol.l⁻¹ في حين كانت قيمة حد التحديد الكمي $3.06 \times 10^{-5}\ \text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$ [6]. كما حُد النيكل (II) باستخدام الكاشف (HHMCP) بعد استخلاص معقده الأصفر بوساطة الكلوروفورم من وسط معتدل (pH = 7)، وكانت العلاقة الخطية محققة في المجال $(0-100)\ \mu\text{g}/\text{ml}$ [7]. استُخدمت أيضاً طريقة طيفية استخلاصية لتحديد النيكل (II) باستعمال الكاشف 2-[(2-ميركابنتو فينيل أمينو) ميثيل] فينول بعد استخلاص معقده بني اللون في وسط قلوي (pH > 10) بوساطة الكلوروفورم، عند طول موجة امتصاص أعظمي $\lambda_{\text{max}} = 421\ \text{nm}$ ، بمعامل امتصاص مولي قدره $2.4 \times 10^5\ \text{l}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ وكانت العلاقة الخطية محققة حسب قانون بير - لامبرت محققاً ضمن المجال $(0.011-0.3)\ \mu\text{g}/\text{ml}$. بلغت قيمة الانحراف المعياري النسبي المئوي (RSD% = 1.1%) من أجل تركيز قدره $0.018\ \mu\text{g}/\text{ml}$ [8]. طُورت طريقة طيفية استخلاصية لتحديد النيكل (II) باستخدام N- (2- هيدروكسي بنزليدين) -3- (4- أورتو تولي بيرازين - 1- يل) بروبان هيدرازيد عند (pH = 9)، $\lambda_{\text{max}} = 382\ \text{nm}$ ، بلغت قيمة كل من حد الكشف وحد التحديد الكمي $0.32\ \mu\text{g}/\text{ml}$ و $0.97\ \mu\text{g}/\text{ml}$ على التوالي [9].

أهمية البحث وأهدافه:

تتجلى أهمية البحث في تطوير طريقة تحليلية لتحديد النيكل الثنائي بطريقة طيفية بسيطة وسريعة غير مكلفة، تمتاز بدقة وصحة عاليتين وسهولة التطبيق في المحاليل المائية لعينات بيئية وغذائية، وتتلخص أهداف البحث في : استخدام الكاشف HPHMAB لتشكيل معقد ملون مع النيكل، ودراسة الخصائص الطيفية للمعقد المتشكل والاعتماد عليها في تطوير هذه الطريقة.

طرائق البحث ومواده:

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

الأدوات والأجهزة المستخدمة:

- جهاز مطيافية الأشعة المرئية وفوق البنفسجية ثنائي الحزمة من إنتاج شركة OPTIMA نموذج SP-3000.
- مقياس pH/mv من إنتاج شركة Sartorius مزود بمسرى زجاجي جمعي.
- ميزان تحليلي بدقة 0.0001 من نوع Sartorius.
- أدوات زجاجية مختلفة من بياشر ودوارق حجمية بحجوم مختلفة.

المواد الكيميائية المستخدمة:

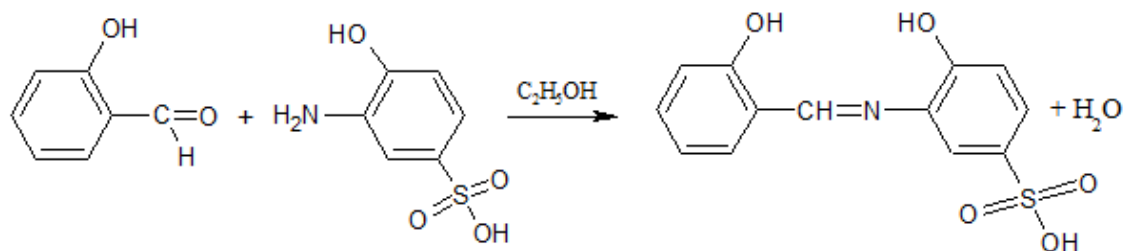
استخدمت مجموعة من المواد الكيميائية النقية لإنجاز هذا البحث وهي :

- 1- 2- أمينو فينول-4 حمض السلفون إنتاج شركة SIGMA - ALDRICH بنقاوة % 95.
- 2- أسيتون من صنف Analar إنتاج شركة BDH البريطانية % 99.5.
- 3- الميثانول والإيثانول والساليسيل الدهيد والاسيت الدهيد بنقاوة لا تقل عن % 99 .
- 4- مجموعة من الحموض كحمض البور، حمض كلور الماء، حمض الكبريت، حمض الخل، حمض الفوسفور.
- 5- كلوريد النيكل الثنائي إنتاج شركة SIGMA - ALDRICH بنقاوة % 97.

النتائج والمناقشة:

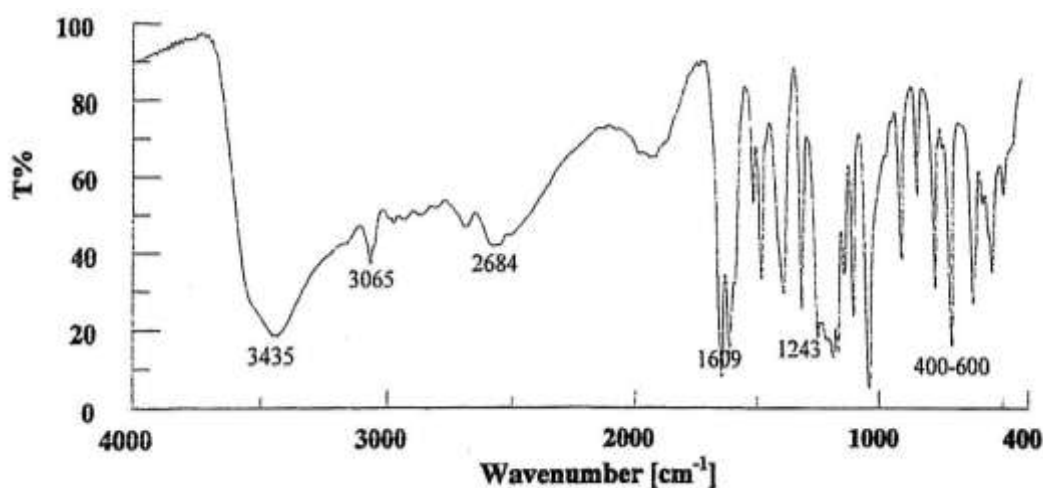
1- تحضير هيدروكسي -3- [(2- هيدروكسي فينيل) ميتلين] أمينو] بنزن حمض السلفون II (HPHMAB):

تمت عملية تحضير الكاشف (HPHMAB) بإذابة 1 مول غرامي من 2- أمينو فينول -4- حمض السلفون مع 1مول غرامي من ساليسيل الدهيد في كمية كافية من الإيثانول وسخن المحلول مع التقطير المرند لمدة 150 دقيقة ويرد المزيج فتشكل راسب برتقالي محمر وفق التفاعل الآتي :



أعيدت بلورة الناتج باستخدام مزيج من الإيثانول والماء بنسبة (1:9) حتى ثبات درجة الانصهار عند 225°C . وتم التأكد من نقاوة المركب (HPHMAB) عن طريق كروماتوغرافيا الطبقات الرقيقة التي لم تُظهر وجود أية مركبات أخرى.

وتم التأكد من بنية المركب (HPHMAB) وذلك باستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء (IR)؛ إذ أظهر هذا الطيف عصابات الامتصاص الموضحة في الجدول (1).



الشكل (1): طيف IR للمركب HPHMAB.

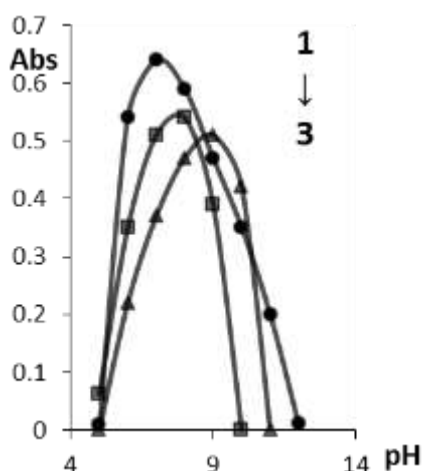
الجدول (1): عصابات امتصاص طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (HPHMAB).

الزمرة الوظيفية	العدد الموجي Cm^{-1}
-OH المرتبطة بالأمين	3435
-OH المرتبطة بالساليسيل الدهيد	2684
-S=O	1243
-CH اهتزاز الرابطة في الحلقة العطرية	400-600
-CH امتطاط الرابطة في الحلقة العطرية	3065
-HC=N- زمرة الأزوميتين	1609
C=C للرابطة المزدوجة المترافقة العطرية	1480,1600

2- دراسة تشكل معقد بين شاردة النيكل (II) والكاشف HPHMAB:

تم إضافة 1ml من النيكل (II) بتركيز $3.4078 \times 10^{-5} \text{ M}$ و 1ml من الكاشف بتركيز $3.4078 \times 10^{-4} \text{ M}$ و 2ml من المحاليل المنظمة كلاً على حدى، لُحظ بداية تلون المحاليل المحتوية على النيكل (II) بلون أصفر مخضر ضمن مجال من درجات pH تراوحت بين 5-12 بوجود منظم البريتون، في حين تلونت المحاليل الشاهدة بلون أصفر باهت، وتبين

عند إجراء المسح الطيفي في المجال المرئي وفوق البنفسجي وجود قمة امتصاص اعظمية عند 430 nm. مما يدل على تشكل المعقد بين النيكل (II) والكاشف المقترح.



الشكل (2): تغير امتصاصية المعقد $\text{HPHMAB} - \text{Ni}^{2+}$ بتغير قيم pH المحلول من أجل منظمات مختلفة.

$$[\text{HPHMAB}] = 3.4078 \times 10^{-4} \text{ M}, [\text{Ni}^{2+}] = 3.4078 \times 10^{-5} \text{ M}.$$

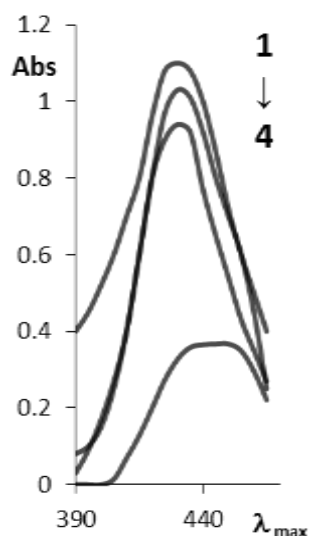
1- منظم البريتون، 2- منظم الخلات، 3- منظم الفوسفات، $\lambda_{\text{max}} = 430 \text{ nm}$.

نستنتج من الشكل (2) أن امتصاصية المعقد تزداد مع ازدياد قيمة pH منظم البريتون لتبلغ أقصى قيمة لها عند $\text{pH} = 7$ لتعود وتنخفض بعد تلك القيمة مما يدل على تفكك المعقد المتشكل عند الابتعاد عن قيمة الـ pH السابقة، وبتكرار التجربة السابقة ولكن بوجود منظم الخلات ومنظم الفوسفات كانت النتائج متطابقة من حيث تزايد امتصاصية المعقد مع تزايد pH المحلول لتبلغ أقصى قيمة لها عند $\text{pH} = 8$ من أجل منظم الخلات و $\text{pH} = 9$ من أجل منظم الفوسفات.

3- اختيار الجملية المنظمة الأفضل لتشكيل المعقد:

اعتمدت هذه الدراسة على تشكيل المعقد عند درجة الـ pH المثلى لكل منظم، أي $\text{pH} = 7$ لمنظم البريتون و $\text{pH} = 8$ لمنظم الخلات و $\text{pH} = 9$ لمنظم الفوسفات، (تُركت إحدى الدوايق دون إضافة منظم لمقارنة الامتصاصية المعقد مع مثيلاتها بوجود أنواع مختلفة من المنظمات).

لُحظ عند إجراء المسح الطيفي بأن امتصاصية المعقد تبقى ثابتة تقريباً بوجود المنظمات الثلاثة، في حين تكون منخفضة في حال عدم وجود منظم في دورق التفاعل، ولدى مراقبة امتصاصية المعقد المتشكل مع مرور الزمن تبين أن امتصاصية المعقد بقيت ثابتة لمدة 24 ساعة بوجود المنظمات الثلاثة كلاً على حدى.



الشكل(3): المسح الطيفي للمعقد HPHMAB-Ni²⁺ بوجود مجموعة من المحاليل المنظمة وفق الترتيب الآتي:

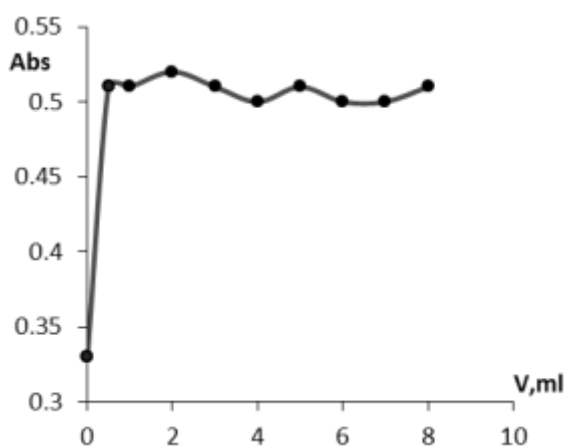
المنظم: 1 (البريتون)، 2 (الخلات)، 3 (الفوسفات)، 4 (بدون منظم).

$$\lambda_{\max} = 430 \text{ nm}, [\text{HPHMAB}] = 6.8155 \times 10^{-4} \text{ M}, [\text{Ni}^{2+}] = 6.8155 \times 10^{-5} \text{ M}.$$

نستنتج من المسح الطيفي أن المعقد المتشكل بوجود منظم البريتون كان أكثر استقراراً (أعلى امتصاصية)، لذلك تم الاعتماد على إضافة هذا المنظم في الدراسات اللاحقة.

4- اختيار حجم محلول منظم البريتون الأفضل لتشكل المعقد:

تم تشكيل المعقد بإضافة حجوم مختلفة من منظم البريتون عند $\text{pH} = 7$ و 1 ml من الكاشف HPHMAB. يبين الشكل (4) أن امتصاصية المعقد تبقى ثابتة تقريباً عند اضافة حجوم مختلفة من منظم البريتون بزيادة قدرها حوالي 63.5% عما هو عليه في حال عدم وجود منظم، حيث لم تؤثر الزيادة في حجم المنظم بعد 2 ml على امتصاصية المعقد سلباً أو إيجاباً (لم يجاوز الفرق في الامتصاصية القيمة 0.02)، لذلك اعتمد إضافة 2 ml من منظم البريتون في الدراسات اللاحقة.



الشكل(4): العلاقة بين امتصاصية المعقد المتشكل وحجم منظم البريتون

$$\text{pH} = 7, \lambda_{\max} = 430 \text{ nm}, [\text{HPHMAM}] = 3.4078 \times 10^{-4} \text{ M}, [\text{Ni}^{2+}] = 3.4078 \times 10^{-5} \text{ M}$$

5- تأثير درجة الحرارة على امتصاصية المعقد المدروس:

دُرُس تأثير تغير درجة الحرارة على امتصاصية المعقد المدروس ضمن المجال °C (30-90)، تبين بعد إجراء المسح الطيفي للمحاليل المحضرة وتسجيل قيم الامتصاصية عند $\lambda_{max}=430\text{ nm}$ بأنه لا يوجد لدرجة الحرارة تأثير فعال سواء في زيادة قيمة الامتصاصية (إذ لم يتجاوز الفرق 0.04 بين أدنى وأعلى قيمة للامتصاصية في هذه الدراسة) من جهة أو ثباتها من جهة ثانية مهما كانت درجة الحرارة المعمول بها. نستنتج أن درجة الحرارة لم تؤثر على استقرار المعقد تأثيراً واضحاً وبالتالي ازدياد نقصان في الامتصاصية، لذلك تم اعتماد درجة حرارة المختبر من أجل إجراء جميع القياسات المتعلقة بامتصاصية المحلول في الدراسات اللاحقة.

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

تم اختبار وجود سبعة مذيبات قابلة للامتزاج بالماء (الأسيتون، أسيتونتريل، ميثانول، إيثانول، إيثيل غليكول، الأستالدهيد، بروبان ديول 1،2). دُرُس تأثير كل مذيب عند وجوده بسبعة نسب مئوية تراوحت بين % (2-40). تبين بعد إجراء المسح الطيفي أن المعقد يتشكل مهما كانت طبيعة المذيب المضاف ونسبته المئوية الجدول (2)، وإن قيم الامتصاصية كانت متقاربة في حال وجود مذيب أو عدم وجوده، لذلك اعتمد على تشكيل المعقد في وسط مائي صرف دون إضافة أي مذيب عضوي إلى وسط التفاعل في الدراسات اللاحقة.

الجدول (2): تغير امتصاصية المعقد HPHMAB-Ni^{2+} مع تغير طبيعة المذيب العضوي المضاف ونسبته المئوية.

$\text{pH}=7$ ، $\lambda_{max}=430\text{ nm}$ ، $[\text{HPHMAB}]=3.4078 \times 10^{-4}\text{M}$ ، $[\text{Ni}^{2+}]=3.4078 \times 10^{-5}\text{M}$ ، النسبة المئوية لمنظم البريتون 8%

نوع المذيب نسبته المئوية %	اسيتون	أسيتونتريل	ميثانول	إيثانول	أستالدهيد	إيثيل غليكول	بروبان ديول 1,2
2	0.50	0.51	0.48	0.45	0.51	0.50	0.51
4	0.52	0.53	0.48	0.48	0.53	0.52	0.53
8	0.52	0.51	0.47	0.46	0.52	0.52	0.52
16	0.50	0.51	0.47	0.45	0.52	0.51	0.52
24	0.50	0.51	0.46	0.45	0.51	0.50	0.51
32	0.50	0.51	0.45	0.45	0.50	0.50	0.50
40	0.49	0.51	0.43	0.45	0.50	0.50	0.50
امتصاصية المعقد من دون إضافة مذيب = 0.53							

7- تسلسل الإضافات لتشكيل المعقد Ni(HPHMAB) :

تم بعد دراسة الشروط السابقة لتشكيل المعقد HPHMAB-Ni^{2+} ، القيام بتغيير تسلسل الإضافات المتبع بطرائق مختلفة على النحو الآتي:

- نيكل (II)، الكاشف، بريوتون./- نيكل (II)، بريوتون، الكاشف./- الكاشف، نيكل (II)، بريوتون.
- الكاشف، بريوتون، نيكل (II)./ - بريوتون، نيكل (II)، الكاشف./- بريوتون، الكاشف، نيكل (II).

تبين بعد اجراء المسح الطيفي وقياس الامتصاصيات عند $\lambda_{max} = 430 \text{ nm}$ أن المعقد المدروس يتشكل مهما اختلفت طريقة الإضافات وبامتصاصيات متقاربة وكان أفضلها عند اتباع التسلسل الآتي:
نيكل (II) ، منظم البريتون ، الكاشف، والذي اعتمد في الدراسات اللاحقة.
 تشير قيم الامتصاصية المتقاربة إلى أن المعقد المتشكل يبقى مستقرًا مهما اختلف تسلسل الإضافات لذلك تم اعتماد أي من التسلسلات السابقة.

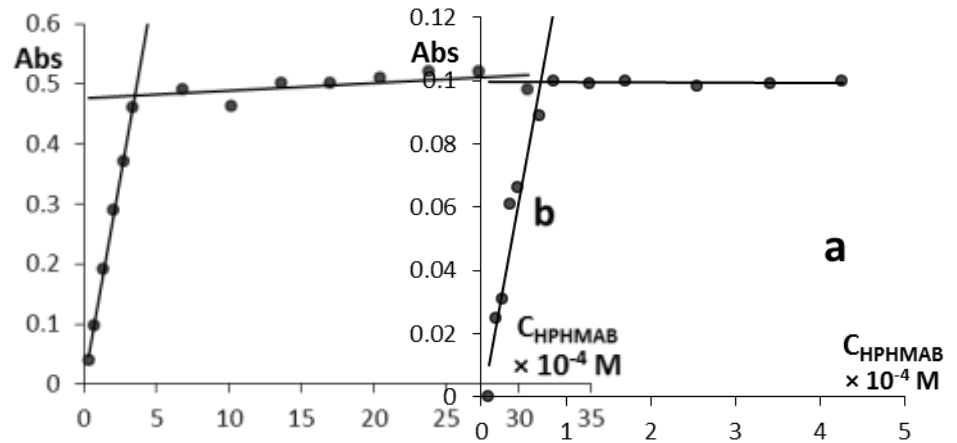
8- تأثير زيادة تركيز الكاشف في امتصاصية المعقد المدروس:

دُرس تأثير زيادة تركيز الكاشف على امتصاصية المعقد HPHMAB-Ni^{2+} من أجل تركيزين مختلفين للنيكل (II) $0.8519 \times 10^{-5} \text{ M}$ و $3.4077 \times 10^{-5} \text{ M}$ وتركيز مختلف من الكاشف تراوحت بين 10^{-4} M ($0.0851-4.2579$) للتركيز الأول للنيكل (II) و $(0.3408-30.6696) \times 10^{-4} \text{ M}$ للتركيز الثاني كلاً على حدى. تبين بعد قياس امتصاصية المحاليل المحضرة عند $\lambda_{max} = 430 \text{ nm}$ بأنها تتزايد مع تزايد تركيز الكاشف لتبلغ قيمتها العظمى عند تركيز الكاشف قدره $0.8519 \times 10^{-4} \text{ M}$ و $3.4077 \times 10^{-4} \text{ M}$ ، وبعدها تبقى ثابتة مع استمرار زيادة تركيز الكاشف الجدول (3) والشكل (5).
 لُحظ أن امتصاصية المعقد تتناسب طردياً مع ازدياد تركيز الكاشف مما يدل على ازدياد شدة تلوّن المعقد، حتى الوصول إلى القيمة العظمى لها.

الجدول(3): تغير امتصاصية المعقد HPHMAB-Ni^{2+} بتغير تركيز الكاشف HPHMAB

$\text{pH} = 7$, $\lambda_{max} = 430 \text{ nm}$, النسبة المئوية لمنظم البريتون 8%

$C_{\text{HPHMAB}} \times 10^{-4} \text{ M}$	امتصاصية المعقد $[\text{Ni}^{2+}] = 3.408 \times 10^{-5} \text{ M}$	$C_{\text{HPHMAB}} \times 10^{-4} \text{ M}$	امتصاصية المعقد $[\text{Ni}^{2+}] = 0.08519 \times 10^{-5} \text{ M}$
0.34076	0.039	0.08519	0
0.68152	0.097	0.1739	0.025
1.36304	0.19	0.2556	0.031
2.0446	0.29	0.3408	0.061
2.7261	0.37	0.4259	0.066
3.4076	0.49	0.6816	0.089
6.8155	0.46	0.8519	0.1
10.2232	0.46	1.2779	0.099
13.6309	0.50	1.7039	0.1
17.0387	0.50	2.5558	0.099
20.4464	0.51	3.4078	0.094
23.8542	0.52	4.2597	0.1
27.2619	0.52	-	-
30.6696	0.49	-	-



الشكل (5): a- تغير الامتصاصية مع تغير تركيز الكاشف عند $[Ni^{2+}] = 0.85193 \times 10^{-5} M$

b- تغير الامتصاصية مع تغير تركيز الكاشف عند $[Ni^{2+}] = 3.40773 \times 10^{-5} M$

$\lambda_{max} = 430 \text{ nm}$, pH = 7 ، النسبة المئوية للمنظم % 8.

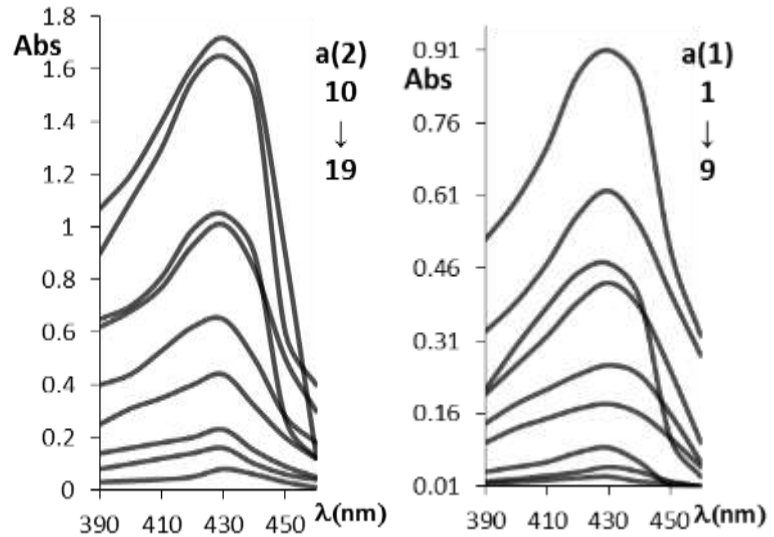
9- تحديد نسبة الارتباط للمعقد المتشكل HPHMAB-Ni²⁺:

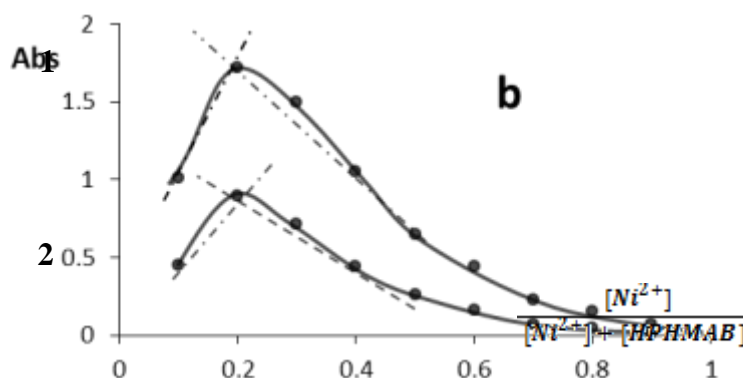
أ- طريقة التغير المستمر : (الطريقة الإيزومولية)

تعتمد هذه الطريقة على قياس الامتصاصية الجزيئية عند طول موجة الامتصاص الأعظمي لسلسلة 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 [10].





الشكل(6): تحديد النسبة المولية للمعدن Ni^{2+} -HPHMAB بطريقة التغير المستمر.

$a_{1,2}$ - المسح الطيفي للمعدن عند كسور مولية مختلفة النيكل (II).

$b_{1,2}$ - تغير الامتصاصية الجزئية للمعدن بدلالة الكسر المولي للنيكل (II).

النسبة المئوية لمنظم البريتون 8% , $\text{pH} = 7$, $\lambda_{\text{max}} = 430 \text{ nm}$

a_2 : 0.2(1), 0.3(2), 0.1(3), 0.4(4), 0.5(5), 0.6(6), 0.7(7), 0.8(8), 0.9(9).

a_1 : 0.2(1), 0.3(2), 0.1(3), 0.4(4), 0.5(5), 0.6(6), 0.7(7), 0.8(8), 0.9(9).

يبين الشكل(6- $a_{1,2}$) تغير طيف الامتصاص الجزئي المرئي للمعدن المتشكل بدلالة الكسر المولي من أجل تركيزين مختلفين للنيكل (II) ، كما يبين الشكل (6- $b_{1,2}$) العلاقة التي تم الحصول عليها بهذه الطريقة من أجل كلا التركيزين للنيكل (II)، والذي يوضح وجود نقطة انكسار وحيدة في كلا المنحنيين عند كسر مولي = 0.2 من أجل كلا التركيزين، وهذا يعني أن نسبة الارتباط هي (1:4) والمعدن المتشكل هو من الشكل $\text{Ni}(\text{HPHMAB})_4$ كما يبين الجدول (4) تراكيز كل من الكاشف والنيكل (II) والكسر المولي والامتصاصيات المقابلة لسلسلة المحاليل المحضرة بطريقة التغير المستمر.

الجدول(4): معطيات طريقة التغير المستمر لتحديد نسبة الارتباط في المعدن $\text{Ni}(\text{HPHMAB})$

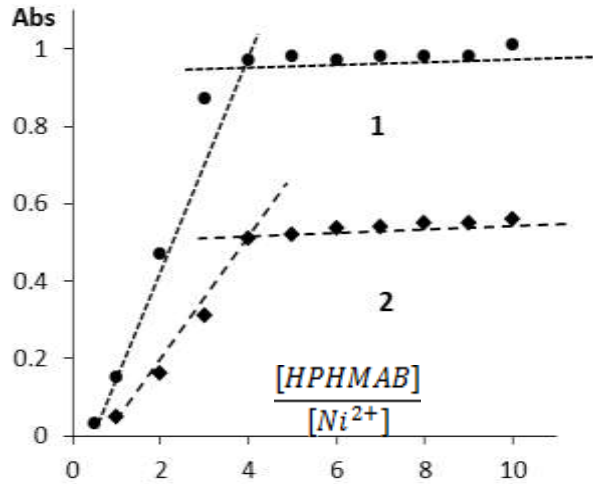
$\lambda_{\text{max}} = 430 \text{ nm}$, $\text{pH} = 7$, النسبة المئوية للمنظم 8%.

تركيز النيكل (II)		تركيز الكاشف $L = \text{HPHMAB}$		$\frac{[\text{Ni}^{2+}]}{[\text{Ni}^{2+}] + [\text{HPHMAB}]}$		A	
(1) $C_{\text{Ni}^{2+}} \times 10^{-5} \text{ M}$	(2) $C_{\text{Ni}^{2+}} \times 10^{-5} \text{ M}$	(1) $C_L \times 10^{-5} \text{ M}$	(2) $C_L \times 10^{-5} \text{ M}$	(1)	(2)	(1)	(2)
6.8155	3.4077	61.3392	30.6696	0.1	0.1	1.05	0.47
13.6309	6.8155	54.5238	27.2619	0.2	0.2	1.72	0.91
20.4465	10.2232	47.7083	23.8542	0.3	0.3	1.65	0.62
27.2619	13.6304	40.8928	20.4464	0.4	0.4	1.01	0.43
34.0774	17.0387	34.0774	17.0387	0.5	0.5	0.65	0.26
40.8928	20.4464	27.2619	13.6304	0.6	0.6	0.44	0.18
47.7083	23.8542	20.4465	10.2232	0.7	0.7	0.23	0.09
54.5238	27.2619	13.6309	6.8155	0.8	0.8	0.16	0.05
61.3392	30.6696	6.8155	3.4077	0.9	0.9	0.08	0.03

ب- طريقة النسب المولية:

تحضر وفقاً لطريقة Jop [12,11] والتي عدلها Vosburgh [13] سلسلة من محاليل المعقد المدروس يتغير فيها تركيز المرتبطة L بانتظام مع بقاء تركيز الشاردة المدروسة ثابتاً ثم تقاس الامتصاصية بدلالة نسبة التركيز الجزيئي للمرتبطة إلى التركيز المولي الجزيئي للشاردة المدروسة.

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



الشكل (7): تغير الامتصاصية الجزيئية للمعقد HPHMAB-Ni²⁺ وفق طريقة النسبة المولية.

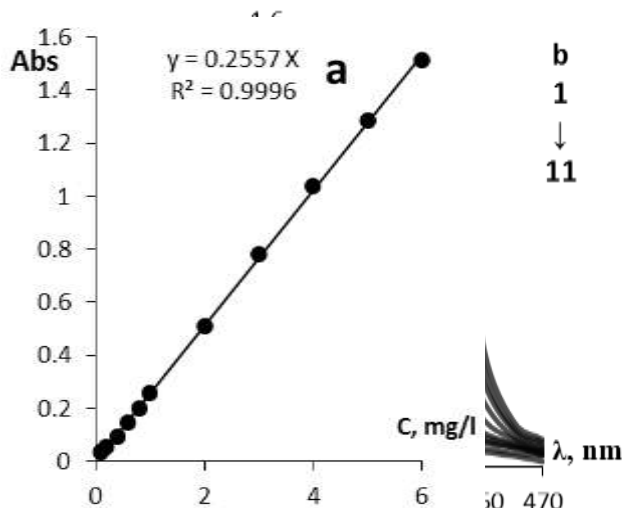
(1) $C_{Ni} = 6.8155 \times 10^{-5} M$, (2) $C_{Ni} = 3.4077 \times 10^{-5} M$, pH=7, $\lambda_{max} = 430 nm$

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.

كما يبين الشكل (7) العلاقة التي تم الحصول عليها من أجل التركيزين المدروسين من النيكل (II). يُلاحظ من الشكل أن هناك نقطة انكسار وحيدة على المنحنيين تقابل نسبة مولية قدرها 4 أي أن المعقد المتشكل من الشكل $Ni(HPHMAB)_4$

10- المنحني العياري لتحديد النيكل (II) باستخدام الكاشف HPHMAB:

حُد المجال الخطي لتركيز النيكل (II) الذي يحقق قانون بيير-لامبرت وذلك من أجل تحديده طيفياً باستخدام الكاشف HPHMAB آخذين بالحسبان كافة الشروط المثالية التي تمت دراستها سابقاً. يبين الشكل (8-a) أفضل خط مستقيم تم الحصول عليه بطريقة أصغر المربعات حاسوبياً. يُلاحظ من الشكل أن قانون بيير-لامبرت يكون محققاً ضمن المجال $0.1-6 mg/l$ وهذا يقابل تركيزاً مولياً قدره $(0.17039-10.2232) \times 10^{-5} M$ وأن معادلة أفضل خط مستقيم هي من الشكل $A = m.c$ ، وأن قيمة معامل الارتباط $R^2 = 0.9996$ ، وبالتالي قانون بيير-لامبرت يتحقق لدرجة ممتازة ضمن المجال المعتمد لهذه الدراسة.



الشكل (8): المنحني العياري لتحديد النيكل (II) باستخدام الكاشف HPHMAB

a- العلاقة بين الامتصاصية الجزيئية للمعدن وتركيز النيكل (II)

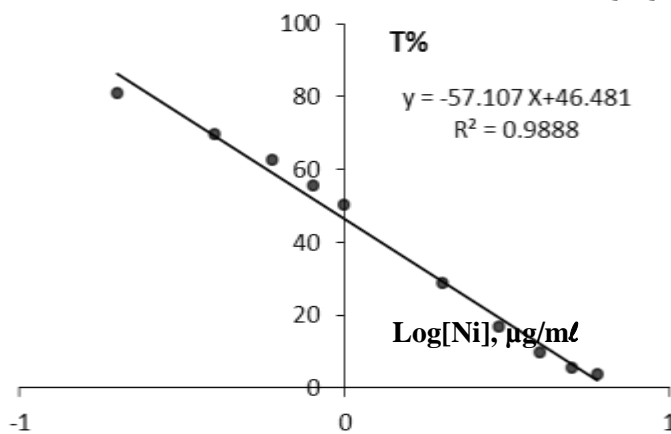
b- المسح الطيفي للمعدن عند تراكيز متزايدة من النيكل (II)

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

النسبة المئوية لمنظم البريتون 8%، $[HPHMAB]=1.0223 \times 10^{-4} M$ ، $pH=7$ ، $\lambda_{max}=430 nm$

11- مجال التركيز الأمثل للنيكل (II):

رُسمت العلاقة بين تغيرات النفوذية المئوية T% واللوغاريتم العشري لتركيز النيكل (II) بوحدة $\mu g/ml$ وفق الشكل (9)، الذي يُظهر أن المجال الأمثل لتحديد النيكل (II) عن طريق تشكيله معقدًا مع الكاشف هيدروكسي [(2-هيدروكسي فينيل) ميتلن] [أمينو] بنزن حمض السلفون II يقع ضمن المجال $(0.2-6) mg/l$ ، حيث أبدى التابع علاقة خطية بمعامل ارتباط $R^2=0.988$ وميل يساوي -57.107 ونقطة تقاطع مع محور النفوذية عند 46.481.



الشكل (9): طريقة Ringbom لتحديد مجال التركيز الأمثل للنيكل (II). [14]

النسبة المئوية لمنظم البريتون 8%، $[HPHMAB]=1.0223 \times 10^{-4} M$ ، $pH=7$ ، $\lambda_{max}=430 nm$

12- حساب معامل الامتصاص المولي (ϵ) وثابت تشكل المعقد (β_K):

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

$$\frac{C_{Ni^{2+}}}{A} = \frac{1}{\varepsilon} + \frac{1}{\varepsilon\beta_k(C_{HPHMAB} - \frac{A}{\varepsilon})} \dots \dots \dots (1)$$

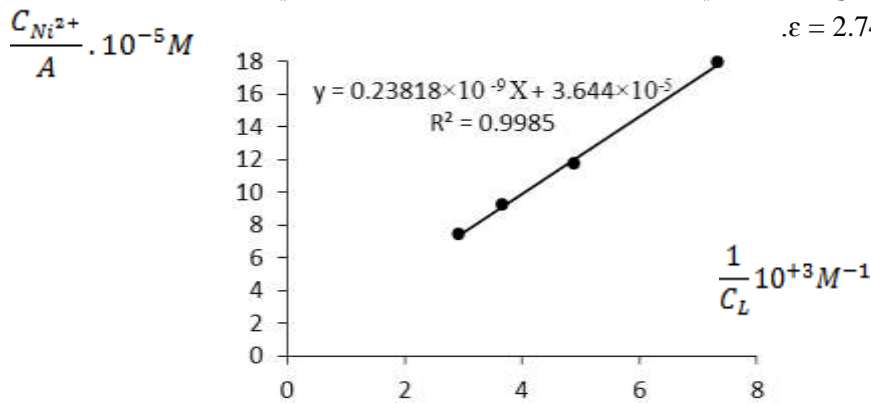
وهي علاقة خط مستقيم يقطع المحور Y في نقطة هي $1/\varepsilon$ ويميله يساوي $1/\beta_k$. [16, 15].
لهذه الغاية حضرت سلسلة محاليل عيارية من المعدن المدروس بتركيز ثابت من النيكل (II) وآخر متزايد من الكاشف HPHMAB. يبين الجدول (5) المعطيات التقريبية المعتمدة في طريقة شفاترنباخ.

الجدول (5): المعطيات التقريبية لطريقة شفاترنباخ
 $L=[HPHMAB], C_{Ni^{2+}}=3.408 \times 10^{-5}M, pH=7, \lambda_{max}=430\text{ nm}$

A	$C_L \times 10^{-4}M$	$\frac{1}{C_L} \cdot 10^{+3}M^{-1}$	$\frac{C_{Ni^{2+}}}{A} \cdot 10^{-5}M$	$\frac{1}{C_L - \frac{A}{\varepsilon}} \times 10^{+3}$	$C_{eq} \times 10^{-5}M$	$\frac{1}{C_L - C_{eq}} \times 10^{+3}M^{-1}$
0.19	1.3631	7.3365	17.9369	7.3742	1.8009	8.4537
0.29	2.0446	4.8909	11.75172	4.9164	4.1233	6.1264
0.37	2.7261	3.6683	9.21081	3.6865	7.0143	4.9391
0.46	3.4076	2.9346	7.4087	2.9491	10.9005	4.3149

تبين برسم العلاقة $\frac{C_{Ni^{2+}}}{A} = f(\frac{1}{C_L})$ اعتماداً على معطيات الجدول (4) كما هو موضح في الشكل (10)، مع اهمال التركيز التوازني للمعدن المتشكل أن للخط المستقيم معادلة من الشكل:
 $R^2=0.99, Y=0.23818 \times 10^{-9} X + 3.644 \times 10^{-5}$

نجد ان الخط المستقيم يقطع محور Y في النقطة الموافقة لـ $1/\varepsilon = 3.644 \times 10^{-5}$ والتي نجد منها أن $\varepsilon = 2.744 \times 10^{+4} \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$



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

النسبة المئوية لمنظم البريتون 8%، $C_{Ni^{2+}}=3.408 \times 10^{-5}M, pH=7, \lambda_{max}=430\text{ nm}$

بالاعتماد على قيمة ε وإدخالها في العلاقة (1) وإعادة رسم العلاقة $(C_{Ni^{2+}}/A)$ بدلالة $(C_L - A/\varepsilon)$ من جديد حصلنا على خط مستقيم جديد معادلته:

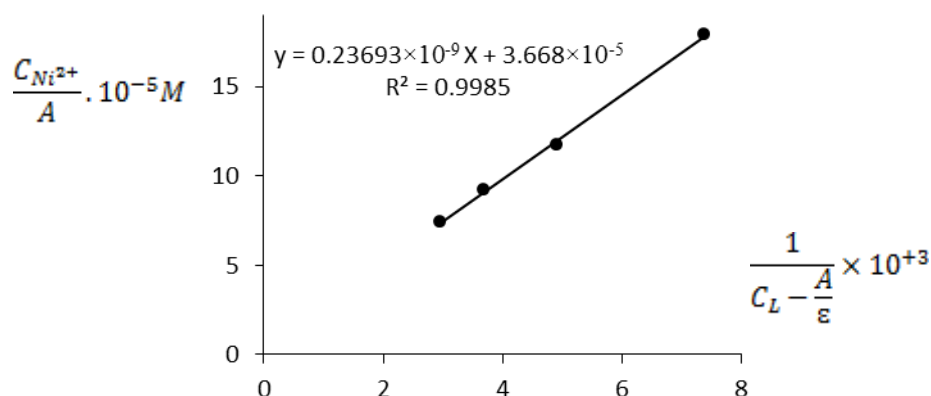
$$Y = 0.23693 \times 10^{-9} X + 3.668 \times 10^{-5}, R^2 = 0.9985$$

يُلاحظ من الشكل (11) أن نقطة تقاطع الخط مع المحور Y هي :

$$\frac{1}{\varepsilon} = 3.668 \times 10^{-5} \Rightarrow \varepsilon = 2.7262 \times 10^{+4} \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$$

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

$$\frac{1}{\varepsilon \cdot \beta_K} = 0.23693 \times 10^{-9} \Rightarrow \varepsilon \cdot \beta_K = 4.22066 \times 10^{+9} \Rightarrow \beta_K = 1.5382 \times 10^{+5}$$



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

الاشباع

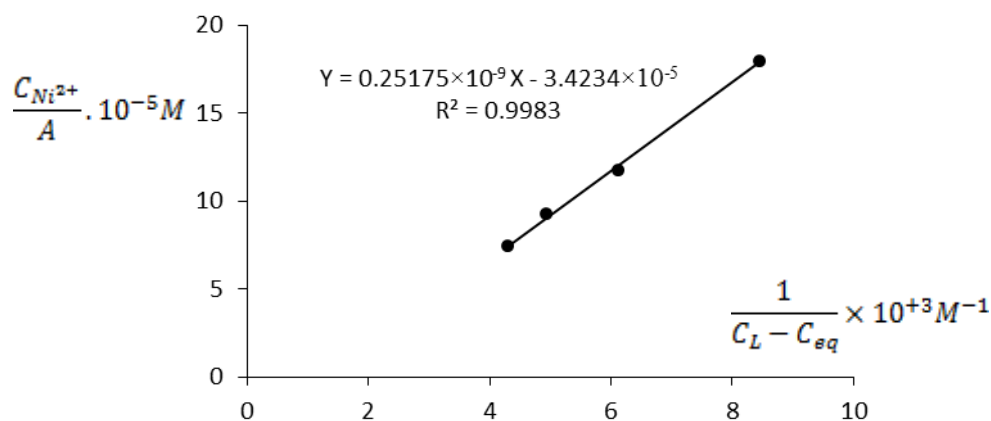
$C_{Ni^{2+}} = 3.408 \times 10^{-5} M$, $pH = 7$, $\lambda_{max} = 430 \text{ nm}$, النسبة المئوية لمنظم البريتون 8%.

وللتأكد من قيمتي ϵ و β_K المحسوبتين بالطريقة السابقة أُعيد حسابهما بطريقة منحني الاشباع مع الأخذ بالحسبان

التركيز التوازني للمعقد المتشكل C_{eq} والذي يُحسب من العلاقة: (2) $C_{eq} = C_{Ni^{2+}} \times \frac{A}{A_{max}}$

أدى رسم الخط البياني للعلاقة (2) في جملة احداثيات جديدة $\left[\frac{C_{Ni^{2+}}}{A}, \frac{1}{C_{HPHMAB} - C_{eq}}\right]$

جديدة ينتج لدينا خط مستقيم معادلته: $Y = 0.25175 \times 10^{-9} X - 3.4234 \times 10^{-5}$ الشكل (12).



الشكل (12): المنحني البياني للعلاقة $\frac{C_{Ni^{2+}}}{A} = f\left(\frac{1}{C_L - C_{eq}}\right)$ والمرسوم وفق المعطيات التقريبية لمنحني الاشباع.

$C_{Ni^{2+}} = 3.408 \times 10^{-5} M$, $pH = 7$, $\lambda_{max} = 430 \text{ nm}$, النسبة المئوية لمنظم البريتون 8%.

نلاحظ أن قيمة ϵ تساوي $2.921 \times 10^{+4} \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ وهي قريبة جداً من القيمة السابقة، أما ميل الخط الجديد

$$\beta_K = 1.3598 \times 10^{+5} \text{ وبالتالي } \frac{1}{\epsilon \cdot \beta_K} = 0.25175 \times 10^{-9}$$

وهي قريبة جداً من القيمة السابقة، وبالتالي كانت النتائج التي حصلنا عليها متطابقة في جميع الطرائق المعتمدة لحساب كل من ϵ و β_K للمعقد المتشكل.

13- تأثير الشوارد المعيقة:

تمت دراسة تأثير العديد من الشوارد المعيقة على تشكيل المعقد المدروس وذلك عند الشروط المثلى لتشكيله؛ إذ وجدنا أن بعض الشوارد 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 الشوارد لم تؤثر على تشكيل المعقد حتى عند وجودها بتركيز يساوي 12 ضعفاً من تركيز النيكل (II)، الجدول (6).

الجدول(6): الشوارد المعيقة وغير المعيقة ونسبة الشوارد المؤثرة في تشكيل المعقد.

الشوارد المعيقة			الشوارد غير المعيقة
1:4	1:2	1:1	
Mn ²⁺ , Pb ²⁺ , Ca ²⁺ , Fe ²⁺ , Ba ²⁺ , Al ³⁺ , Fe ³⁺	Cd ²⁺ , Cu ²⁺ , Zn ²⁺ , Cr ³⁺	Zr ⁴⁺ , NO ₃ ⁻ , Co ²⁺ , Mg ²⁺ , Ag ⁺	Na ⁺ , K ⁺ , HPO ₄ ²⁻ , CH ₃ COO ⁻ , Cl ⁻ , PO ₃ ³⁻ , NH ₄ ⁺ , I ⁻ , Cu ⁺

النسبة المئوية للمنظم 8%، pH = 7، $\lambda_{max} = 430 \text{ nm}$ ، $[\text{Ni}^{2+}] = 3.408 \times 10^{-5} \text{ M}$

14- الدراسة الإحصائية للطريقة التحليلية المقترحة:

يبين الجدول (7) نتائج التحليل التي تم الحصول عليها من عينات تجريبية تم تحضيرها مخبرياً والتي تؤكد على أن الطريقة المقترحة تمتاز بدقة وصحة جيدتين، حيث تحققت ميزة الصحة من خلال المردود النسبي المئوي % (91-101.7)، أما دقة الطريقة فتميزت بالقيمة المنخفضة للانحراف المعياري ($SD \leq 0.03$) وبالتالي للانحراف المعياري النسبي المئوي ($RSD \leq 2.91\%$)، كما حُسب كل من الخطأ المعياري التحليلي ASE، وحد الثقة CL عند مستوى ثقة 95%، والخطأ النسبي في المردود RE% ووجد انه يقع عند النسبة % (96.4±5.4) وهو ضمن الحدود المقبولة تحليلياً. وهكذا تؤكد هذه النتائج امكانية تطبيق الطريقة المقترحة تحليلياً.

الجدول(7): النتائج الإحصائية التحليلية لتقدير صحة ودقة الطريقة الطيفية المقترحة لتحديد النيكل(II).

النسبة المئوية للمنظم البريتون 8%، pH=7، $\lambda_{max} = 430 \text{ nm}$ ، n=3، $\alpha = 0.95$

CL _{95%} , mg/l	ASE, mg/l	R%	RSD%	SD, mg/l	C _{Ni²⁺} , mg/l	
					C _{found}	C _{taken}
0.091±0.007	0.0015	91	2.91	0.003	0.091	0.1
0.203±0.014	0.0033	101.5	2.84	0.006	0.203	0.2
0.4±0.025	0.0058	100	2.5	0.01	0.4	0.4
0.59±0.025	0.0058	98.3	1.69	0.01	0.59	0.6
0.81±0.0025	0.0058	101.3	1.24	0.01	0.81	0.8
1.03±0.029	0.0067	103	1.12	0.012	1.03	1
2.02±0.052	0.012	101	1.03	0.02	2.02	2
3.05±0.066	0.0153	101.7	0.87	0.03	3.05	3
4.06±0.025	0.0058	101.5	0.25	0.01	4.06	4
5.02±0.025	0.0058	100.4	0.19	0.01	5.02	5
5.9±0.025	0.0058	98.3	0.17	0.01	5.9	6

15- حساب حد الكشف:

حسب حد الكشف انطلاقاً من العلاقة الآتية [17]:
 حيث n عدد النقاط المختارة من المنحني العياري و b ميل المنحني العياري و t معامل ستودنت عند سوية ثقة مقدارها 95% و S_0^2 معامل تباين يُعبر عنه بالعلاقة الآتية:

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

حيث A_{exp} الامتصاصية العملية و A_{cal} الامتصاصية المحسوبة من علاقة المنحني العياري.
 يوضح الجدول (8) المعطيات الحسابية لحد الكشف في تحديد النيكل (II) باستخدام الكاشف HPHMAB.

الجدول(8): المعطيات الحسابية لحد الكشف في تحديد النيكل (II) باستخدام HPHMAB.

معادلة المنحني العياري $Y = 0.2557 X$

X_i	A_{exp}	A_{cal}	$A_{exp} - A_{cal}$	$(A_{exp} - A_{cal})^2$
0.1	0.035	0.026	0.009	0.000081
0.2	0.056	0.051	0.005	0.000025
0.4	0.093	0.10	-0.007	0.000049
0.6	0.146	0.154	-0.008	0.000064
0.8	0.199	0.21	-0.011	0.000121
1	0.26	0.26	0	0
2	0.51	0.51	0	0
3	0.78	0.77	0.01	0.0001
4	1.04	1.02	0.02	0.0004
5	1.28	1.28	0	0
6	1.51	1.54	-0.03	0.0009
				$\Sigma = 0.00174$

$$DL = \sqrt{s_0^2 \frac{n-2}{n-1} \times \frac{t}{b}} = \sqrt{1.933 \times 10^{-4} \times \frac{9}{10} \times \frac{2.228}{0.2557}} = 0.039 \text{ mg/l}$$

يمكن تلخيص مجمل النتائج المتعلقة بالكاشف HPHMAB واعتماده في تحديد النيكل (II)

الجدول (9): الخصائص الطيفية للمعدن Ni-HPHMAB

بريتون، 8%	نوع المحلول المنظم ونسبته
7	درجة pH الوسط
30	الزمن اللازم لتشكيل المعقد، دقيقة
حرارة المختبر (25)	درجة الحرارة، °C
1	زمن استقرار المعقد، يوم
أصفر باهت	لون الكاشف
أصفر مخضر، 430	لون المعقد و λ_{max} ، nm
1:4	نسبة الارتباط Ni: HPHMAB
$(0.17039-10.2232) \times 10^{-5}$	المجال التحليلي الخطي، mol/l
(0.1-6)	المجال التحليلي الخطي mg/l
$(0.3407-10.2232) \times 10^{-5}$	المجال الأمثل، mol/l

(0.2-6)	المجال الأمثل، mg/l
0.2557	الميل
0.9996	معامل الارتباط
$2.744 \times 10^{+4}$	معامل الامتصاص المولي (شفارزباخ) $\ell \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$
$2.921 \times 10^{+4}$	معامل الامتصاص المولي (من العلاقة $A = \varepsilon \cdot c \cdot \ell$)
$1.5382 \times 10^{+5}$	ثابت تشكل المعقد، β_k
0.004	حساسية ساندل، $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
0.039	حد الكشف، mg/l

كما يوضح الجدول (10) مقارنة بين النتائج التي تم التوصل إليها لتحديد النيكل (II) باستخدام الكاشف المقترح وكواشف أخرى وفقاً للدراسة المرجعية.

الجدول (10): مقارنة الكاشف المقترح مع كواشف مرجعية أخرى لتحديد النيكل (II)

المجال الخطي	حد الكشف	معامل الامتصاص المولي $\varepsilon (\ell \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1})$	pH	λ_{\max} (nm)	اسم الكاشف
(0.5-10) $\mu\text{g}/\text{ml}$	—	3.039×10^3	9	370	4-ميثيل 3،2 - بنتانديون ديوكسيم
(0.139-1.39) $\mu\text{g}/\text{ml}$	—	2.5×10^4	5	405	إيزومبيرازول
(0.234-2.94) $\mu\text{g}/\text{ml}$	—	1.22×10^4	9	386	5،3 - ثنائي ميتوكسي - 4 - هيدروكسي بنزالدهيد إيزو نيكوثيول هيدرازون
$(0.33-1.78) \times 10^{-4}$ M	2.88×10^{-5} M	9.3×10^3	7.5	590	دوبا سيمي كينون
(0-100) $\mu\text{g}/\text{ml}$	—	0.75×10^2	7	495	(HHMCP)
(0.011-0.3) $\mu\text{g}/\text{ml}$	—	2.4×10^5	>10	421	2-[(2-ميركابتو فينيل أمينو) ميثيل] فينول
(1.17-12.91) $\mu\text{g}/\text{ml}$	0.32 $\mu\text{g}/\text{ml}$	0.72×10^4	9	382	N- (2- هيدروكسي بنزليدين) -3- (4- أورتو تولي بيريدين -1- يل) برويان هيدرازيد
(0.26-2.1) $\mu\text{g}/\text{ml}$	—	1.3×10^4	12	470	ثنائي ميثيل غليوكسيم
(0.2-6) mg/l	0.039 $\mu\text{g}/\text{ml}$	2.744×10^4	7	430	HPHMAB

الاستنتاجات والتوصيات:

تم استخدام كاشف عضوي جديد (HPHMAB) بنجاح لتحديد النيكل (II) بالطريقة الطيفية المباشرة في المجال المرئي، حيث شكّل الكاشف معقداً بلوناً أصفر مخضر في وسط مائي بنسبة (C_{Ni:HPHMAB}= 1:4) عند pH = 7، في درجة حرارة المختبر، وعند طول موجة امتصاص أعظمي 430 nm. بلغت قيمة كل من معامل الامتصاص المولي 2.744×10^4 وثابت تشكل المعقد $1.5382 \times 10^{+5}$ وبحد كشف قدره 0.039 µg/ml وكانت الخطية محققة وفقاً لقانون بيير - لامبرت في مجال التراكيز (0.2-6) mg/l.

المراجع:

- [1] HARASIM P; FILIPEK T. *Nickel in the environment*. Journal of Elementology, Vol. 20, N° 2, 2015, 525-534.
- [2] SATISH KUMAR; A.V. TRIVEDI. *A Review on Role of Nickel in the Biological System*. Int .J. App .Sci Curr. Microbiol ,Vol 5, N° 3 , 2016, 719-727.
- [3] GAROLE, D; SWANT, D. *Extractive spectrophotometric determination of Nickel (II) using 4-methyl 2,3-pentanedion dioxime (H2MPDDO)*. Journal of Scientific & Industrial Research, Vol 64, N° 3, 2005, 581-584.
- [4] RANGANATH, D; SALEEM BASHA, V., JAYAPAL, M.R. *Direct Spectrophotometric Determination of Ni (II) Using Esomeprazole*. International Journal of Pharmacy and Chemistry, Vol.1, N° 1, 2015 ,7-11.
- [5] BAI, A.K; VALLINATH, S.V.G., CHANDRASEKHAR, B.K., DEVANNA, N. *Derivative Spectrophotometric Determination of Nickel (II) Using 3,5-Dimethoxy-4-Hydroxy Benzaldehyde Isonicotinoyl Hydrazone (DMHBIH)*. Rasayan journal, Vol 3, N° 3, 2010, 467 – 472.
- [6] BARRETO, J.W; SCARMINIO, S.I; ISHIKAWA, N.D . *Determination of Ni (II) In Metal Alloys By Spectrophotometry UV-Vis Using Dopasemiquinone*. Quim Nova, Vol 33, N° 1, 2010, 109- 113.
- [7] SATHE, B.GH; VAIDYA, V.V; DESHMUKH, G. *Extractive Spectrophotometric Determination of Nickel (II)*. International Journal Of Scientific Research ,Vol 4, N° 5, 2015, 40-42.
- [8] HAJI SHABANI, M.A; DADFARNIA, S; SHAHBAAZI, Z; JAFARI, A. *Extraction-Spectrophotometric Determination Of Nickel At Microgram Level In Water And Wastewater*. Ethiopia Joutnal, Vol.3, N° 1, 2008, 323-329.
- [9] RAVICHANDRAN, C; BENZIL, D; RAMACHANDRAIAH, C; CHANDRASEKHAR, B.K. *Extraction and spectrophotometric determination of nickel in water, alloys and edible oil samples*. International Journal of Bioassays, Vol. 4, N°11, 2015, 4468-4472.
- [10] YOE J.H; JONES A.L. *colorimetric Determination of Fe With Disodium 1,2-dihydroxybenzen -3,5- disulfonate*. Ind. Eng. Chem., Anal. Ed ,Vol. 2, N° 4, 1944, 111-115.
- [11] JOB P. *Spectrographic Study of the Formation of Complex in Solution and of Their Stability*. Vol 3, N° 3, 1925, 928-930.
- [12] JOB P. *Concerning Hydrochloric Acid and Hydrobormic Acid solution of Salts of Cobalt, Copper and Bivalent Nickel by Spectrophotometric Measurements*. J. Ann. Chem. Soc , Vol. 6, N° 7, 1936, 97-144.

- [13] 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.
- [14] BABKO A.K . *Physico - Chemical Analysis of Complexes Compounds in Solution*. Kiev .Press An,Ukrssr. Vol.2,N^o5, 1955.430 - 432.
- [15] SCHWARZENBACH G; HALLER G. *HELV* . Cheme. Acta ,Vol. 34, 1951, p: 1876.
- [16] International Organization for Standardization, General Requirement for the Competence of Testing and Calibration Laboratories. 1998.
- [17] (ISO/IESI). International Organization for Standardization, General Requirement for the Competence of Testing and calibration Laboratories.