**دراسة طيفية جديدة لتقدير الفضة الاحادي باستخدام الكاشف[HPAI]**

**(2-[4-hydroxy phenyl)azo]-4,5-diphenyl imidazole )**

أ.د.علاء فراك حسين\* أ.د.صالح مهدي حداوي رجوان عبد الجبار غزاي

قسم الكيمياء-كلية العلوم-جامعة كربلاء

كلية طب الاسنان-جامعة كربلاء\*

|  |
| --- |
| **الخلاصة**  يكون الكاشف العضوي (2-[4-hydroxy phenyl)azo] 4,5-diphenyl imidazole ) معقد برتقالي غامق اللون مع ايون الفضة الأحادي عند الدالة الحامضية (4) , وجد ان معقد الفضة الأحادي مع الكاشف يكون مستقراً لأكثر من 24 ساعة عند الدالة الحامضية الفضلى مع مطاوعة لقانون بير في مدى من التراكيز تتراوح بين ((1.48×10ˉ⁵- 4.46×10ˉ⁵مولاريوبمعامل امتصاص مولاري مقداره(0.5×10⁴ L.molˉ¹.cmˉ¹) تم تعيين تكافؤ المعقد من حيث نسبة الكاشف – فلز بطريقة النسب المولية وطريقتي جوبومولارد , فوجد إن الارتباط في المعقد يكون بنسبة (1:2) , وتم دراسة تأثير عدة عوامل منها تأثير وجود الايونات الموجبة أو السالبة , عوامل الحجب , تأثير تركيز الكاشف ,زمن التفاعل ,تعاقب الإضافة ودرجة الحرارة.  أظهرت نتائج الدقة والضبط للطريقة المستخدمة في تقدير عنصر الفضة إن قيمة الانحراف النسبي المئوي (RSD%)تتراوح بين (2.18%-1.129%)كما تم تعيين حد الكشف للفضة فكان(1.0115×10ˉ⁶ ).  **Abstract**  The organic reagent2-[4-hydroxy phenyl)azo] 4,5-diphenyl imidazole form an orange complex with silver (I) in aqueous media at pH=4 the complex was found to be stable for 24 hour at the given pH. Beers low is obeyed in the concentrations range (1.48×10ˉ⁵- 4.46×10ˉ⁵)M with molar absorptivity of (0.5×10⁴ L.molˉ¹.cmˉ¹). The stoichiometry of complexwas studiedusing mole ratio, Jobs and molard. The results indicated the confirmed ratio of reagent to metal is (2:1). Various parameters such as effect of cations , anions , masking agent ,concentration of ligand , time,sequences of addition and effect of temperature were studied. The precision and accuracy for determination of Ag (I) ion by[HPAI] were RSD%(2.18%-1.129%) and DL(1.0115×10ˉ⁶). |

**المقدمة**

الفضة عنصر اساسي في حياتنا , هذا العنصر ومركباته له استخدامات واسعة في الأفلام الفوتوغرافية , المجوهرات,المرايا, حشوات الأسنان والتطبيقات الكهربائية والالكترونية الأخرى(1) ,بالإضافة لخواصها في تثبيط عمل البكتريا فهي تلعب دور مهم في صناعة الأدويةوالأغذية(2). توجد الفضة في اجزاء مختلفة في جسم الانسان وبكميات ضئيلة جدا كما انها تتواجد على هيئة معقدات مختلفة في مياه الشرب بكميات قليلة والتربة والصخور ودخان الفحم المتطاير وفي الهواء والسكائر وكذلك السبائك والنباتات . ان التعرض المستمر من قبل الانسان الى مصادر الفضة يؤدي الى حصول جملة من الامراض التي منها على سبيل المثال الاصابة بألاستنشاق الرئوي الحاد , والنزف الرئوي وتلف الانسجة الحيوية لنخاع العظم والكبد والكلية كما ان تعرض الحيوانات المتكرر للفضة يؤدي الى الاصابة بمرض الانيميا لفقر الدم وتضخم القلب وتأخرنمووتغيرات الانحلال في الكبد(3) وهناك عدة طرق استخدمت في تقدير الفضة منها تقدير الفضة في نماذج من المياه بأستخدام تقنية الامتصاص الذري اللهبي(FAAS) من قبل karim-NezhadوManzooriوذلك بعد استخلاصها بواسطة المركب Dithizone كعامل تعقيدي (complexing agent) اعطى منحني المعايرة خطية بمدىppm(0.200-0.003) وحد الكشف (4)(0.56×10ˉ³ppm),وفي دراسة قام بها Ibrahim لتقدير الفضة باستخدام قطب مصنوع من عجينة الكاربون المطور بالمركب Ag-rthyl mercury thio salicylate حيث كان مدى التقدير يتراوح بينM 1×10ˉ7)-(5×10ˉ7 وبحد كشف يساوي (2.5×10ˉ7)M(5). اما الطريقة المستخدمة في تقدير الفضة في بحثنا الحالي هي الطريقة الطيفية بأستخدام الكاشف (2-[4-hydroxy phenyl)azo] 4,5-diphenyl imidazole )



وهو احد اصناف ألازو ايميدازول ويعد الايميدازول من اصناف الازولات حيث يظهر الكثير من الصفات الاروماتية اذ تمتلك ذرة نتروجين الازول في حلقة الاميدازول (N 3) مزدوجاً الكترونياً لا يشترك في تثبيت الحلقة ولكنه مستعد للارتباط , حيث ان وجود هذا المزدوج الالكتروني هو الذي يعطي الاميدازول صفة السلوك القاعدي فضلاً عن امتلاكه بروتوناً حامضياً وبذلك يستطيع الاميدازول تكوين املاح مع الايونات الفلزية (6).ومن الدراسات الطيفية التي نشرت في تقدير الفضة بأستخدام كواشف عضوية مختلفة منها تقدير الفضة الاحادي باستخدام 2-(2-quinolylazo)-5-diethylaminophenol عند 590nm ((7 وتقدير الفضة بأستخدام الكاشف 4,4-Bis(dimethylamino)thiobenzophenone عند الطول الموجي (649)nm(3)تهدف الدراسة الحالية الى امكانية استخدام الكاشف ( HPAI ) في التقدير الكمي لعنصر الفضة ومعرفة الظروف المثلى لتدابير العمل

**الجزء العملي**

- الاجهزة1

- مطياف الاشعة المرئية – فوق البنفسجية a

Single beam UV-vis. Spectrophotometer Sp-300 (Japan)

, Double beam UV-vis. Spectrophotometer Sp-1800,Shimadzu, (Japan) .

جهاز قياس الدالة الحامضية -b

PH meter [WTW-720- ino Lab (Germany)]

c-جهاز قياس التوصيلية المولارية

Molar Conductivity Measurement [Digital conductivity meter – WT-720-inoLab (Germany)

2-تحضير المحاليل القياسية

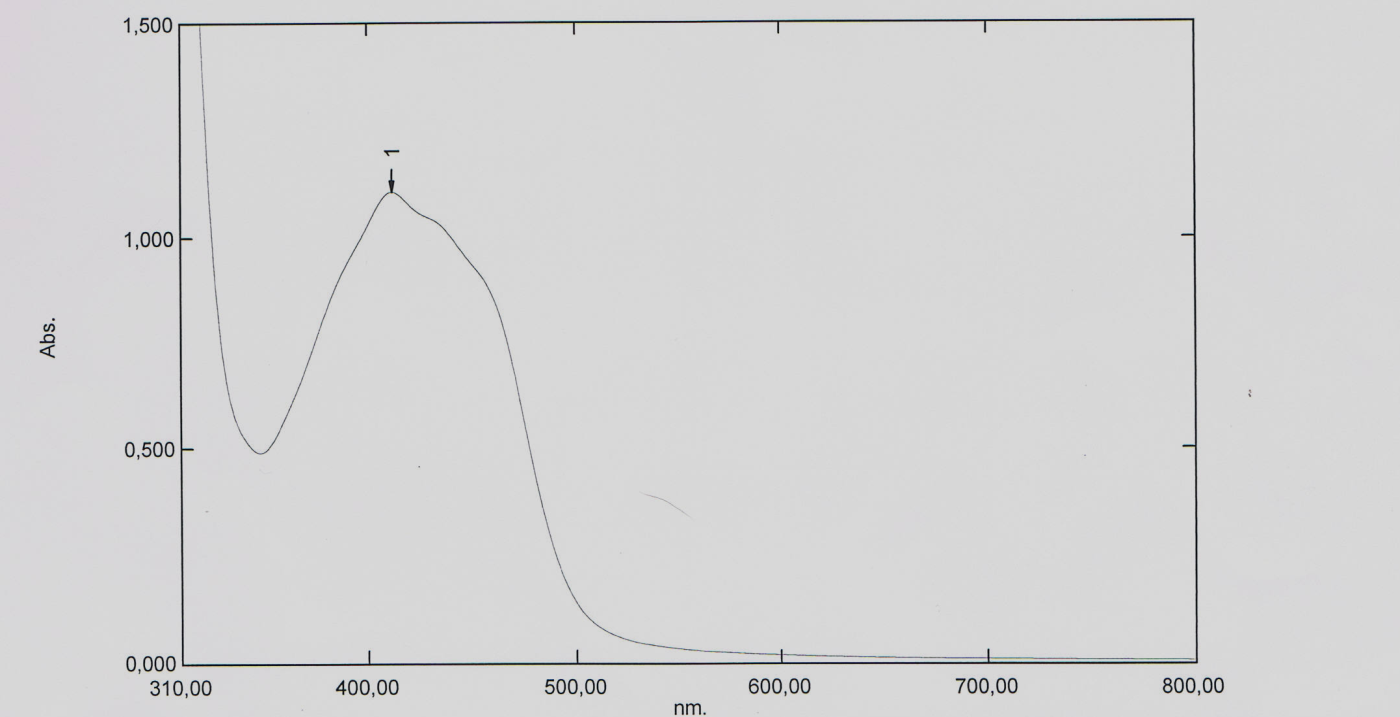
1. حضر المحلول القياسي للفضة بتركيز (1mg/ml) من إذابة0.158gمن نترات الفضة في 100ml من الماء المقطر اللايوني.
2. حضر محلول الكاشف بتركيزM(29.41×10ˉ⁴)بإذابة 0.1 g من الكاشف في الايثانول واكمال الحجم إلى 100 ml في قنينة حجميه .
3. حضرت الايونات الموجبة (Ni⁺²,Cu⁺²,Co⁺²,Fe⁺³,Cd⁺²,Pd⁺²,Hg⁺,Cr⁺³) بتركيز (1mg/ml) حسب اوزانها الجزيئية وذوبت بالماء المقطر اللايوني واكمل الحجم الى 100 mlفي قنينة حجمية.
4. حضرت الايونات السالبة(SCNˉ, SO₄ˉ²,NO₂ˉ,CO₃ˉ²,CH₃COOˉ,Brˉ, C₂O₄ˉ²) بتركيز (1mg/ml) حسب اوزانها الجزيئية وذوبت بالماء المقطر اللايوني واكمل الحجم الى 100 mlفي قنينة حجمية.
5. حضرت محاليل عوامل الحجب (Potassium Thiocynaite, Ascorbic acid Thiourea ,Potassium sodium tartrate) بتركيز 1M كل حسب وزنه الجزيئي.

3- الاختبارات الاولية (Preliminary investigation)

1. تحضير معقد الفضة الاحادي:

حضر معقد الفضة الاحادي بمزج 5ml من محلول ايون الفضة بتركيز (1.86×10ˉ⁴)M مع 2ml من محلول الكاشف بتركيز (29.41×10ˉ⁴ ) M يصاحب ذلك تعديل الدالة الحامضية عند pH=4 بأستخدام محلول حامض النتريك او هيدروكسيد الصوديوم يلي ذلك اكمال الحجم الى 10 ml بالماء المقطر اللاأيوني.

1. سجل طيف امتصاص محلول الكاشف المذاب في الايثانول, وجد ان ذروة الامتصاص عند (=412nmλ) كما مبين في الشكل (1).



الشكل رقم (1) طيف الاشعة (الفوق البنفسجية –المرئية) للكاشف[HPAI]

1. سجل طيف امتصاص معقد الفضة الاحادي مع الكاشف والطيف كما يبينه الشكل (2) يظهر حزمة امتصاصوبشدة عالية عند الطول الموجي

(514nm= ͫ ͣ ͯ λ).



شكل رقم (2)طيف الاشعة (الفوق البنفسجية –المرئية)لمعقد الفضة الاحادي معالكاشف.[HPAI]

من مقارنة قيم الطول الموجي لطيف امتصاص الكاشف الشكل((1مع طيف المعقد الشكل(2) يلاحظ ظهور اختلاف واضح في قيم (ͫ ͣ ͯ λ) لكل من الكاشف والمعقد المتكون مع حصول انزياح نحو طول موجي اكبر (انزياح احمر) وهذا يعني تكون صنف جديد (معقد الفضة مع الكاشف) يختلف امتصاصه عن امتصاص الكاشف.

**دراسة الظروف المثلى لتكون المعقد**

درست المتغيرات التي تؤثر في امتصاص المعقد المتكون وتحديد الظروف المثلى لتكوين المعقد باستخدام الطريقة الطيفية لغرض الحصول على حساسية عالية وانتقائية جيدة تمثلت بما يلي :

**-1تأثير الدالة الحامضية ((Effect of pH**

حضرت سلسلة من محاليل معقد الفضة الاحاديتركيز ايون الفضة 1.86×10ˉ⁴)M)وذلك بمزج 5ml منه مع2mlمن محلول الكاشف (29.41×10ˉ⁴ ) Mوعدلت الدالة الحامضية عند قيم مختلفة بين((pH =1-10بعد ذلك نقل المزيج الى قنينة حجمية سعة 10 ml واكمل الحجم الى العلامة.لوحظ من نتائج هذه الدراسة والموضحة في الجدول رقم 1)) ان الشدة اللونية للمعقد تزداد تدريجيا لتصل ذروتها عند الدالة الحامضية

4= pHوالتي يكون فيها المعقد ذو لون (برتقالي – بني) وهي تمثل قيمة (pH) المثلى للوصول الى اعلى امتصاص , تقل الشدة اللونية للمعقد بازدياد الدالة الحامضية عن هذا الحد ويترسب عند7)= pH) , ويعود السبب الى بدء ترسب ايونات العناصر او بسبب تكون ايونات معقدة غير مستقرة (9,8).

جدول رقم 1)) تأثير تغير ال pH على امتصاص معقد الفضة الاحادي

|  |  |
| --- | --- |
| Abs | pH |
| 0.123 | 1 |
| 0.184 | 2 |
| 0.196 | 3 |
| 0.316 | 4 |
| 0.210 | 5 |
| 0.113 | 6 |

2**– تأثير تعاقب الاضافة**

لبيان تأثير ترتيب اضافة مكونات التفاعل في امتصاص المعقد , اعتمدت ثلاثة تراتيب للاضافة وكما موضح في الجدول (2) .

جدول رقم2) ) تأثير تعاقب الاضافة في امتصاص المعقد بأستخدام تركيز M(1.86×10ˉ⁴) لأيون الفضة وM(29.41×10ˉ⁴) من الكاشف عند الدالة الحامضية

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Sequence of addition number | Sequence of addition | Abs of Ag⁺ complex |
| **ǀ** | M + L + pH | 0.316 |
| **ǀǀ** | M + pH + L | 0.355 |
| **ǀǀǀ** | L + pH + M | 0.341 |

حيث M=الايون ,L=الكاشف ,pH=الدالة الحامضية

اظهر تعاقب الاضافة تاثيرا في قيمة امتصاصه فقد اعطى تعاقب الاضافة الثاني والثالث من المزج امتصاصا اعلى الا انه غير ثابت حيث يستمر بالصعود حوالي (30-40) دقيقة لتثبت عنده قيمة الامتصاص لذلك تعاقب الاضافة الممثل بالتعاقب الاول هو الذي استخدم لتقدير الفضة وذلك لتوفير الوقت .

**3-تأثير الزمن في استقرارية المعقد ((Effect of time on the stability of the complex**

نتائج الجدول رقم (3) تبين متابعة تفاعل الكاشف مع الزمن بأستخدام الظروف المثلى المذكورة أنفا , وهذه النتائج تشير الى تكون معقد الفضة أنياً ويبقى المعقد مستقراً (بدلالة قيم امتصاصه) لمدة 24 ساعة من بدء تكوين المعقد. ان نتائج هذه الدراسة تعزز استخدام هذا الكاشف كأحد الكواشف المستخدمة لتقدير عنصر الفضة طيفياً وبذا فهو يماثل الكواشف الاخرى المستخدمة لتقديرالفضه طيفيا(10).

جدول (3) تأثير الزمن في امتصاصية المعقد بأستخدام1.86×10ˉ⁴)M) من الفضة مع (29.41×10ˉ⁴ ) M من الكاشف عند دالة حامضية pH=4

|  |  |
| --- | --- |
| Abs. of complex | Time(min.) |
| 0.316 | 5.0 |
| 0.316 | 10.0 |
| 0.316 | 15.0 |
| 0.315 | 20.0 |
| 0.315 | 25.0 |
| 0.315 | 30.0 |
| 0.311 | 35.0 |
| 0.310 | 40.0 |
| 0.306 | 45.0 |
| 0.306 | 50.0 |
| 0.306 | 55.0 |
| 0.306 | 60.0 |
| 0.306 | 24h |

**4- تأثيرتركيز الكاشف**

دُرس تأثير تركيز الكاشف في تكوين المعقد حيث يتضمن الجدول رقم (4)هذه الدراسة والتي يتبين منها قيم امتصاص المعقد تزداد مع استمرار تزايد تركيز الكاشف والسبب يعود الى دفع التفاعل بين الايون الفلزي والكاشف بأتجاه تكوين المعقد واعطاء افضل شدة لونية . ان التصرف الخاص بالكاشف يماثل ما وجده باحثون في دراسات طيفية اخرى(11).

جدول رقم (4):- تأثير أضافة تراكيز مختلفة من الكاشف في امتصاص المعقدبأستخدام1.86×10ˉ⁴)M) من الفضة وعند دالة حامضية4 = pH

|  |  |
| --- | --- |
| Abs. of complex | Conc. Of ligand × 10ˉ⁴M |
| 0.017 | 3.6 |
| 0.056 | 7.3 |
| 0.145 | 11.02 |
| 0.167 | 14.70 |
| 0.175 | 18.38 |
| 0.230 | 22.05 |
| 0.270 | 25.73 |
| 0.307 | 29.41 |

**5-تأثير درجة الحرارة (Effect of temperature)**

تم دراسة تأثير درجة الحرارة في المعقد المتكون , نتائج هذه الدراسة موضحة في الجدول (5). النتائج التي تم الحصول عليها من خلال هذه الدراسة يتبين منها ان قيم امتصاص المعقد تقل بأزدياد درجة الحرارة.

جدول رقم (5) تأثير تغير درجة الحرارة على امتصاص المعقد.

|  |  |
| --- | --- |
| Temperature/C° | Abs. of Ag |
| 5 | 0.32 |
| 10 | 0.31 |
| 15 | 0.30 |
| 20 | 0.29 |
| 25 | 0.28 |
| 30 | 0.27 |
| 35 | 0.26 |
| 40 | 0.25 |
| 45 | 0.24 |
| 50 | 0.23 |

**6-بناء منحني المعايرة (Construction of calibration curve):-**

يبين الشكل (3) الصفة الخطية لمنحني المعايرة الذي تم الحصول عليه تحت الظروف المثلى اذ يتضح ان المعقد يتبع قانون لامبرت – بير لمدى من التراكيز يتراوح بين(1.48×10ˉ⁵-4.46×10ˉ⁵)Mوبامتصاصية مولارية مقدارها(L.molˉ¹.cmˉ¹0.51×10⁴) وهي قيمة عالية وتقع ضمن المدى العام لقيم الامتصاصية المولية (L.molˉ¹.cmˉ¹10⁴-10⁵) وهذا يعطي استدلالاً جيداًعلى ان الطريقة ذات حساسية عالية يمكن استخدامها في تقدير الفضة ضمن تراكيز واطئة .

شكل رقم (3) منحني المعايرة لتقدير ايون الفضة الاحادي

**7-تعيين تكافؤية المعقد (Determination the Stiochometry of the complex)**

لتعيين تكافؤية المعقد تم توظيف الطرائق التالية :-

-**aطريقة النسب الموليةMole Ratio Method ) )**

بأستخدام تركيز ثابت ومعلوم من ايون الفضة الاحادي (2.9×10ˉ³M) مع تراكيز متزايدة ومتناسبة من الكاشف المستخدم في هذه الدراسة تتراوح بين M(13.05×10ˉ³1.45×10ˉ³\_) بينت نتائج هذه الدراسة ان تكافؤية المعقد المستخلص هي (1:2) كما موضح في الشكل (4 ) والجدول رقم (6) .

جدول رقم (6) النسب المولية لتقدير أيون الفضة باستخدام الكاشف [HPAI]

|  |  |
| --- | --- |
| CL:CM | Abs |
| 0.5 | 0.042 |
| 1 | 0.081 |
| 1.5 | 0.157 |
| 2 | 0.198 |
| 2.5 | 0.258 |
| 3 | 0.276 |
| 3.5 | 0.285 |
| 4 | 0.321 |
| 4.5 | 0.326 |

شكل رقم (4) طريقة النسب المولية لتقدير ايون الفضة بأستخدام الكاشف[HPAI]

وقد تم حساب قيمة ثابت استقرارية المعقد المتكون

حيث ان :-  *هو الايون الفلزي Ag⁺¹ , هو الليكند*

اذا كانت( ( درجة التفكك و(C) التركيز المولاري للمعقد المتكون , تكتب المعادلة رقم 1 بالشكل التالي(12):

ويمكن حساب قيم ) من العلاقة التالية (13):-

حيث ان

= امتصاص المعقد عند نقطة التكافؤ

= امتصاص المعقد عند اعظم قيمة

ومن النتائج المستحصلة الموجودة في الجدول (7 ) يتضح ان للمعقد استقرارية عالية مما يعزز امكانية استخدام الكاشف في التقدير الطيفي لهذا العنصر

جدول رقم (7) قيمة K استقرارية المعقد

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Stability constant |  | Value Am | Value As | The determination metal ion [M] |
| 2.693565×10⁶ | 0.2096 | 0.326 | 0.258 | Ag⁺ |

**b- طريقة جوب:**

حضرت محاليل متعددة لها نفس الحجم النهائي وذلك بمزج حجوم مختلفة من محلول ايون الفضة الاحادي مع محلول الكاشف وكانت التراكيز المولية لمحلول الايون والكاشف متساوية(4×10ˉ⁴ M) بينت نتائج هذه الدراسة ان تكافؤية المعقد هي (1:2) وكما هو موضح في الشكل رقم(5) والجدول رقم(8).

جدول رقم (8)نتائج طريقة جوب لأيون الفضة مع الكاشف [HPAI] المذاب في الايثانول

|  |  |
| --- | --- |
| (Vm/Vm+Vl) | Abs |
| 0.1 | 0.167 |
| 0.2 | 0.301 |
| 0.3 | 0.359 |
| 0.4 | 0.288 |
| 0.5 | 0.19 |
| 0.6 | 0.163 |
| 0.7 | 0.114 |
| 0.8 | 0.029 |

شكل رقم(5)طريقة جوب(التغيرات المستمرة)

**-cطريقة مولارد:**

في هذه الطريقة

1. مزج تركيز ثابت من ايون الفضة M((3.72×10ˉ⁵ مع زيادة من محلول الكاشف بتركيز(2.9×10ˉ⁴)M وبعد تعديل الدالة الحامضية عند pH4 اخذت الامتصاصية ووجد انها تساوي (0.386)
2. مزج تركيز ثابت من محلول الكاشفM (1.45×10ˉ⁴) مع زيادة محلول الفضة بتركيز(4×10ˉ²) وبعد تعديل الدالة الحامضية عند pH=4 اخذت الامتصاصية ووجد انها تساوي (0.733)

وبقسمة الامتصاصية الناتجة للايون على امتصاصية الكاشف وجد

=1.8989

وهذا يدل على ان الارتباط بين الكاشف والفلز بنسبة (1:2)

**7- تأثير المتداخلات Effect of interference)):**

قيست قيم امتصاص معقد الفضة الاحادي مع الكاشف بعد اضافة بعض الايونات الموجبة والسالبة مع الايون المقدر طيفيا في الظروف التجريبية التي اجريت سابقا خلال هذه الدراسة.

والجدولين (8)و(9) يظهران ان وجود بعض الايونات اثناء عملية تكوين معقد الفضة الاحادي مع الكاشف تأثير متباين على قيمة امتصاص المعقد اعتمادا على طبيعة الايون المضاف وتركيزه وهذا ربما يعود الى ما يلي ((14:

1- ان وجود الايونات الموجبة تعمل على تقليل او زيادة الامتصاص وهذا ربما يعود الى تنافس هذه الايونات مع ايون الفضة على الارتباط مع الكاشف لتكوين المعقد .

2- بعض الايونات السالبة تعمل على تداخل في عملية تكوين المعقد أي تتنافس مع الكاشف على تكوين معقد مع الفضة او تؤدي الى زيادة قيمة الامتصاص بسبب تأثيرها في استقرارية المعقد او ظروف تمذوبه.

جدول رقم (8)تأثيراضافةالايونات الموجبة على امتصاص معقد الفضة

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 100µg |  | 500µg |  |
| Type of cation | The absorbance value after adding the cation | ℅ E | Theabsorbance value after adding the cation | E℅ |
| Without cation | 0.316 | --------- | ---------- | -------- |
| Pd⁺² | 0.565 | 78.79% | 0.484 | 53.1% |
| Ni⁺² | 0.585 | 85% | 0.608 | 92.4% |
| Fe⁺³ | 0.537 | 69.9% | 0.606 | 91.7% |
| Co⁺² | 0.551 | 74.3% | 0.643 | 103.4% |
| Hg⁺ | 0.592 | 87.3% | 0.532 | 68.3% |
| Cd⁺² | 0.646 | 104.4% | 0.510 | 61.3% |
| Cu⁺² | 0.902 | 185.4% | 0.968 | 206.3% |
| Cr⁺³ | 0.514 | 62.6% | 0.550 | 74% |

جدول رقم (9)تأثيراضافةالايونات السالبة على قيمة امتصاص معقد الفضة

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | 2000µg |  |
| Type of anion | The absorbance value after adding the anion | ℅ E |
| Without anion | 0.316 | ------------- |
| SCN¯ | 0.494 | 56.3% |
| SO₄¯² | 0.977 | 209% |
| NO₂¯ | 0.509 | 61.7% |
| CO₃¯² | 0.611 | 93.3% |
| CH₃COO¯² | 0.588 | 86% |
| Br¯ | 0.200 | 36.7% |
| C₂Ο₄¯² | 0.543 | 71.8% |

**8- تأثير اضافة عوامل الحجب (Effect of addition of masking agents)**

لغرض اختيار كيفية استخدام عوامل حجب على انتقائية قياس ايون الفضة الاحادي بوجود ايونات موجبة فقد اضيف (1ml) بتركيز(1M) من بعض عوامل الحجب كما موضح بالجدول رقم (10)

جدول رقم (10)تأثير اضافة عوامل الحجب على امتصاص المعقد

|  |  |
| --- | --- |
| Abs. | Masking agent |
| 0.316 | Without of masking agent |
| 0.125 | Potassium Thiocynaite |
| 0.819 | Ascorbic acid |
| 0.144 | Thiourea |
| 0.020 | Potassium sodium tartrate |

**9- تعيين درجة انصهار المعقد (Determination of melting point of complex)**

عينت درجة انصهار معقد الفضة مع الكاشف قيد الدراسة ووجد أن المعقد يتجزء عند درجة الحرارة (217-215 ) . ان الاختلاف بين قيمة درجة انصهار المعقد والكاشف (213-210) يثبت تكون المعقد.

**10- قياس التوصيلية للمعقد (Determination of the conductivity of complex)**

تم قياس التوصيلية النوعية للمعقد بعد اذابته بالإيثانول بتركيز (1×10ˉ³) عند درجة حرارة الغرفة وتحت الظروف الفضلى فكان توصيلية معقد الفضة هي 45(μs/cm), بما ان التوصيلية هي مقياس لقابلية المحلول الالكتروليتي على حمل التيار الكهربائي من خلال هجرة الايونات تحت تأثير مجال كهربائي لذلك فأن النتيجة تدل على ان المعقد مشحون.

**المعالجة الاحصائية للنتائج (Statistical treatment of the results)**

اعتمد الانحراف المعياري النسبي (RSD.) مقياسا للتوافق وذلك عن طريق تحضير ثلاث سلاسل من محلول ايون الفضة بتراكيز مختلفة1.39×10ˉ⁴ ,2.79×10ˉ⁴), (0.93×10ˉ⁴, اعيدت قراءة الامتصاص ثلاث مرات لكل تركيز ثم عولجت النتائج لحساب قيمة ال (RSD) وكما موضح في الجدول رقم (12).

جدول رقم (12)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| RSD% | Abs.of Ag⁺ complex | Silver added [M] |
| 2.18% | 0.270,0.267,0.275,261 | 0.93×10ˉ⁴ |
| 1.70% | 0.299,0.291,0.303,0.296 | 1.39×10ˉ⁴ |
| 1.129% | 0.370,0.367,0.377,0.371 | 2.79×10ˉ⁴ |

**حساب حساسية الطريقة الطيفية في تقدير ايون الفضة Ag⁺**

**Sensitivity of spectrometric method in determination of silver(ǀ)**

استخدم تعبير حد الكشف (Detection limit) للدلالة على حساسية الطريقة المستخدمة في تقدير الفضة بهذه الطريقة . حيث اوضحت الطريقة ان ادنى تركيز لايون الفضة الاحادي ممكن تقديره بهذه الطريقة الطيفية هو (1.0115993×10ˉ⁶) وهذا ما يشير الى ان الطريقة المستخدمة ذات حساسية عالية وناجحة .

**المصادر**

[1]Greenwood N.,Earnshow A.,Chemistry of the Elements,second ed.,Elsevier,Oxford,1997,p.1174.

[2]Lun Wang, A.-Ni Liang, Hong-Qi Chen, Yan Liu, Bin-bin Qian and Jie Fu, analytica chimica acta 6 1 6 ( 2 0 0 8 ) 170–176.

[3]Shemaa.E.Saeed.Thesis.M.Sc.university of Karbalaa(2010).

[4]Manzoori J.L.and Karim G.Nezhad,Ana.Chim.Acta,484(2),155(2003)

[5]Ibrahim H., Ana. Chim. Acta,545 (2), 158 (2005).

[6]Raghad H.A. Thesis.M.Sc.university of Karbalaa(2011).

[7]Guangyu Yang, Qiufen Hu , Jihong Yang and Jiayuan Yin.Anal Bioanal Chem (2002) 374 :1325–1329DOI 10.1007/s00216-002-1639-6.[8] Green Wood. N.N and Kershaw "chemistry of the Elements" 2ⁿᵈEdition ,Butter – Wohs,London ,1998,944-946.

[9]Ahmed ,R.K.M.S.C.Thesis.university of Baghdad(2003).

[10]Garry l,Wheeler,John Andrejack,James H. and Peter F.Lott, Analytica Chimica Acia (1969).

[11]AL-Haideri,A.M. ,etal,Iraqi J.of chemistry , 2000,26(2), 384-390.

[12]Hussain ,A.F,J.D and Matty ,F.S,IBN AL-Haitham J.for pured appl.Sci.;1999,4(2A).

[13]Ewing G. W. " Insrumental methods of Chemical Analysis" 4th ed. , MCGraw-Hill International book company , 1981.

[14]Hussain,A.F,Monir,A .A and Baker, A.J ournal of Karbalaa university V(5)N(2)(2007)pp 164-171.