

اصطناع مرتبطة جديدة أساسها 5- بروم الفورفورال وتوصيفها واستخدامها في استخلاص بعض كاتيونات المعادن الانتقالية

عبدو عبد الوهاب*

الملخص

حضرت مرتبطة فورانية جديدة من تفاعل تكاثف 5- بروم الفورفورال مع 4,1- ثنائي أمينو البنزن. عيّنت هويتها بمطيافية ما تحت الأحمر (IR) والطنين النووي المغناطيسي ($^1\text{H-NMR}$) ومطيافية الكتلة (MS)، واستخدمت هذه المرتبطة في استخلاص بعض كاتيونات العناصر الانتقالية Cu^{++} و Co^{++} و Ni^{++} من طور مائي إلى طور عضوي لا يمتزج مع الماء، إذ كانت أفضل نسبة للإستخلاص هي (2) مولان للكاتيون إلى مول 1 للمرتبطة، وكانت أفضل قيمة لـ pH الاستخلاص هي بين $\text{pH}=(7,8)$ كما أن زمن الاستخلاص الأمثل هو بحدود 100 دقيقة .

الكلمات المفتاحية: فوران، 5- بروم الفورفورال، تكاثف ، استخلاص سائل - سائل.

* أستاذ مساعد، قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة دمشق.

Synthesis and characterization of new ligand based on 5-bromo furfural and using it in extraction of some transition metal cations

ABSTRACT

New furan ligand was prepared by reaction of 5- bromo furfural with 1,4- diamino-benzene. The prepared compound was characterized by FT-IR, ¹H-NMR and MS spectra. The prepared ligand was used in extraction of metal cations (Cu²⁺, Co²⁺, Ni²⁺) From Aqueous phase to organic phase witch doesn't dissolve in water, the best extraction percent is cation: legend (2:1), the best extraction pH (7,8) and the better shaking time is 100 minutes .

Key words: Furan , 5-bromo furfural , Liquid - Liquid extraction.

المقدمة:

يتزايد الاهتمام بالمركبات الإيمينية تزايداً مستمراً بسبب صفاتها الفريدة وقدرتها على تشكيل معقدات مع الكاتيونات، ولاسيماً الانتقالية منها. فقد استخدمت في مجال الكيمياء الحيوية والتحليلية والطبية والصيدلانية، واستخدمت أيضاً في عمليات الاستخلاص بشكل واسع بسبب احتواء هذه المركبات على ذرات مانحة للأزواج الالكترونية الحرة وتشكيل معقدات ملونة يمكنها الانحلال في المحلات العضوية [1-3].

تمتاز المركبات الإيمينية الفورانية بأهمية كبيرة في مجال الكيمياء (الحيوية والتحليلية)، فالإيمينات المشتقة من فوريل الغليوكسال تبدي فعالية مضادة لأنواع البكتريا Staphylococcus pyogenes، Escherchia Coli كما استخدمت الإيمينات المشتقة من الفورفورال كمواد لحماية سطح معدن النحاس من التآكل في مذيب لحمض الكبريت 0.5M، وقد أثبتت هذه المواد فعالية كبيرة في تثبيط تآكل سطح المعدن. ووجد أن قدرة التثبيط تتعلق بالبنية الجزيئية للإيمينات الفورانية [4-8].

درست في عام 1986 أسس شيف المحضرة من الفورفورال و 2- أسيتيل فوران مع بعض الأمينات الأولية [9].

وفي عام 2010 اصطنعت أسس شيف أساسها السكريدات الأحادية والأمينات الأولية والثانوية واستخدمت في استخلاص بعض الكاتيونات المعدنية (Cu^{++} , Ni^{++} , Co^{++}) [10].

الهدف من البحث:

هدف البحث إلى تحضير مرتبطة جديدة أساسها 5- بروم الفورفورال، وتعيين هويتها بالطرائق الطيفية المختلفة، واستخدامها في استخلاص بعض كاتيونات المعادن الانتقالية.

الأجهزة المستخدمة:

حددت بنية المرتبطة الفورانية باستخدام الطرائق المطيافية والتقليدية، وهي تقانة مطيافية ما تحت الأحمر باستعمال جهاز (FT-IR) نموذج JASCO-300، وجهاز التحليل الكتلي (AEI MS 1073 KRATOS) المتوافرين في قسم الكيمياء بكلية العلوم في جامعة دمشق، أما أطياف الطنين المغناطيسي النووي البروتوني (^1H-NMR) فأُنجزت في هيئة الطاقة الذرية على جهاز BRUKER DPX400 MHZ باستعمال مذيب $CDCl_3$ ، وحددت قيم الانزياحات الكيميائية بوحدة ppm بالنسبة إلى المرجع العياري TMS. أما بالنسبة إلى تجارب

الاستخلاص فقد استخدم جهاز الامتصاص الذري (GPC 932AA) وجهاز pH من نوع ORION ورجاج كهربائي أفقي التحريك ألماني الصنع.

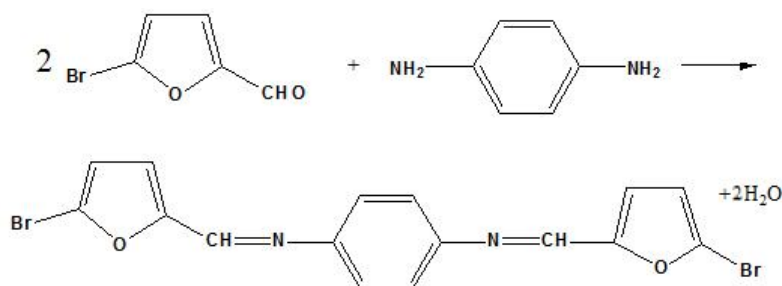
المواد المستخدمة:

المواد المستخدمة من إنتاج شركتي Sigma و Merk ، وهي:

الكلوروفورم 97% وخلات الاتيل 97% والتولوين 97% و 5- بروم الفورفورال و 4,1-ثنائي أمينو البنزن و نترات النحاس و نترات النيكل و نترات الكوبالت و ماء أحادي وثنائي التقطير .

تحضير المرتبطة الفورانية وتوصيفها: 4,1- بيس (5-بروم -2 فوريل ميثيلدين) ثنائي أمينو البنزن.

حضرت المرتبطة الفورانية وفق المعادلة الآتية:



طريقة العمل:

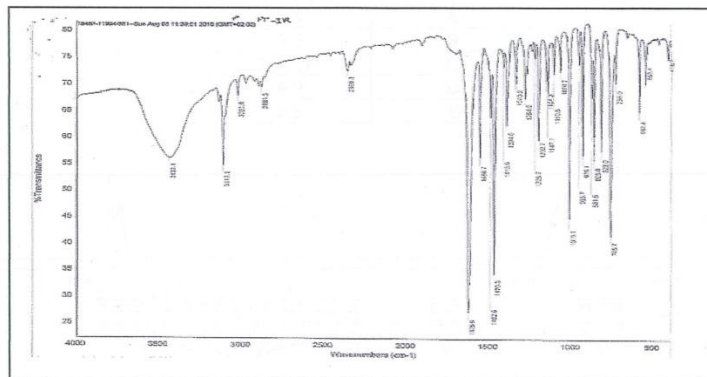
أذيب 0.02mol/l (2.2g) من 4.1 - ثنائي امينو البنزن في 50ml من الايتانول الساخن (50C°)، ثم أضيف إليه 0.04 mol/l (6.96 g) من 5- بروم الفورفورال، حرك مزيج التفاعل بخلاط مغناطيسي مدة ساعتين عند درجة حرارة المخبر، فتشكل راسب أصفر اللون، ورشح الراسب وُقِّي بإعادة بلورته باستخدام مذيب الايتانول، ثم جُفِّفَ.

لاينحلُّ المركب الناتج في الماء لكنه ينحل في ثنائي كلور الميثان والتولوين، بلغ المرودود (45%)، درجة الانصهار (188°C)، وصيغته الجزيئية C₁₆ H₁₀ Br₂ N₂O₂.

أظهر طيف الكتلة لهذا المركب أن وزنه الجزيئي 420 g/mol. كما هو موضح في الشظايا الآتية:

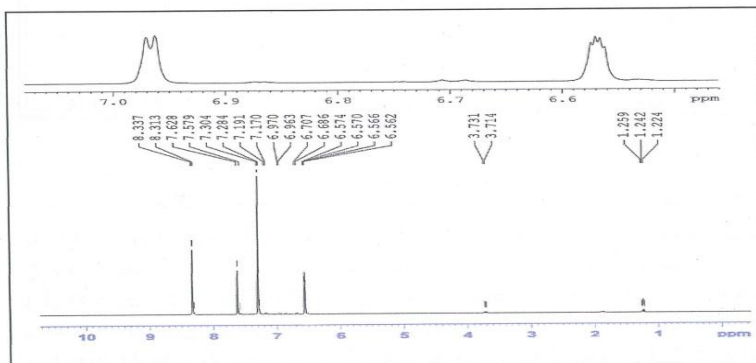
MS:m/e 420 (P,100%) 262(50%), 115(40%), 132(38%), 102(16%), 140 (17%) ,77(5%).

أظهر طيف ما تحت الأحمر IR العصابات الآتية: عصابة امتصاص حادة عند 1625cm^{-1} للرابطة $\text{C}=\text{N}$ ، وعصابة امتصاص عند 1492cm^{-1} تعود لاهتزاز امتطاط الرابطة $\text{C}=\text{C}$ العطرية، وعصابة امتصاص عند 3111cm^{-1} تعود لاهتزاز امتطاط الرابطة $\text{C}-\text{H}$ العطرية كما هو موضَّح في (الشكل-1).



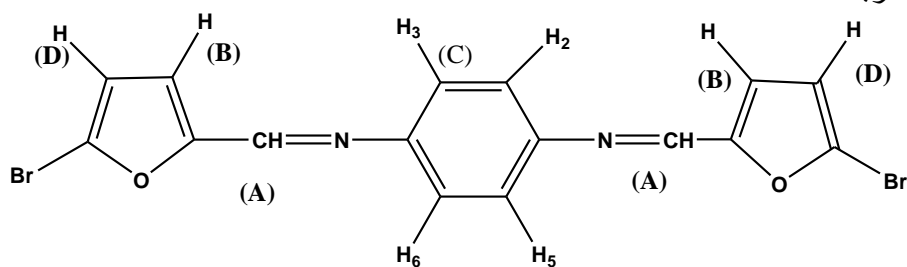
(الشكل- 1) طيف IR للمرتبطة (KBr)

طيف $^1\text{H}-\text{NMR}$: أظهر انزياحاً كيميائياً عند المجال (7.3 – 7.1 ppm) يعود للبروتونات العطرية (4H) الحلقة العطرية، وانزياحاً كيميائياً عند (7.6 ppm) يعود للبروتونات (2H) العطرية لحلقة الفورفورال، وانزياحاً كيميائياً عند (8.3 ppm) يعود لبروتونات الزمرة الإيمينية (N = CH (2H)) كما هو موضَّح في (الشكل-2).



(الشكل- 2) طيف H-NMR للمرتبطة في CDCl_3

ويتضمن (الجدول 1) قيم هذه الانزياحات كما هي موضحة في الصيغة المفصلة للمرتبطة .



(الجدول 1) الانزياحات البروتونية

ثابت التزاوج (HZ)	الانزياح الكيميائي chemical shift (ppm)	المجموعة البروتونية assignments
$J_{BD}=3.9$	8.3	A
$J_{2,3}=6$	7.6	B
$J_{5,6}=6$	7.3 – 6.9	C
	5.6	D

1- الاستخلاص:

تحضير محاليل الاستخلاص

1-1- حضرت محاليل المرتبطة الفورانية بالتركيز:

- $0.5, 1, 2, 3 \times 10^{-3}$ mol/l في المذيبين الآتيين (الكلوروفورم والتولوين)؛ وذلك بإذابة (0.246gr) من المرتبطة الفورانية في 1000 ml من المحلين المذكورين.

2-1- تحضير محاليل الأملاح:

- حضر محلول نترات النحاس (1×10^{-3}) mol/l بإذابة (0.2410 gr) من نترات النحاس في 1000 ml من الماء (pH=(3-12))
- حضر محلول نترات الكوبالت (1×10^{-3}) mol/l بإذابة (0.2910 gr) من نترات الكوبالت في 1000 ml من الماء (pH=(3-12))
- حضر محلول نترات النيكل (1×10^{-3}) mol/l بإذابة (0.2620 gr) من نترات النيكل في 1000 ml من الماء (pH = (3-12)).

3-1- تحضير محاليل الأسس والحموض:

- حضر محلول هيدروكسيد الأمونيوم بتركيز 0.1 mol/l.

- حضر محلول حمض الخل بتركيز 0.1 mol/l .

4-1- تحضير المحاليل الموقية:

حضرت المحاليل الموقية ذات الرقم الهيدروجيني (pH = 3-12) باستخدام حجوم محسوبة بدقة من محلولي هيدروكسيد الأمونيوم وحمض الخل (100 ml)، إذ أخذ 0.1 mol من حمض الخل وأضيف إليه تدريجياً حجم معين من محلول هيدروكسيد الأمونيوم ذي التركيز 0.1 mol/l حتى حصلنا على ال pH المناسب، ثم أضيف 5ml من محلول كلوريد الصوديوم ذي التركيز 0.1 mol/l .

طريقة الاستخلاص:

أجريت عمليات الاستخلاص لأيونات العناصر المعدنية (Cu^{++} و Ni^{++} و Co^{++}) باستخدام جهاز رجاج كهربائي يتسع لخمسين أنبوبة؛ هذه الأنابيب ذات سدادات مصنوعة من التفلون، وضع بداخل كل أنبوب 5 مل من الطور المائي لبيكرات المعدن بتركيز $1 \times 10^{-3} \text{ mol/l}$ و 5ممل من محلول المرتبطة الفورانية بتركيز $1 \times 10^{-3} \text{ mol/l}$ ، ثم رج الطوران مدة زمنية ملائمة لإعطاء أعلى نسبة استخلاص، ثم فصل الطوران العضوي والمائي عن طريق صب المزيج في قمع فصل وتركه مدة من الزمن إلى أن ينفصلا بشكل واضح، وعينت تراكيز الكاتيونات المتبقية بواسطة جهاز الامتصاص الذري [11]. أعيدت كل تجربة ثلاث مرات $n=3$ بمستوى ثقة $\alpha = 95\%$ ومعامل إحصائي t يعتمد على عدد درجات الحرية $(n-1)$ ، من أجل $(n-1)=2$ ، $\alpha = 95\%$ يكون $t = 4.303$.

(n-1): عدد درجات الحرية

t: معامل إحصائي يعتمد على عدد درجات الحرية ومستوى الثقة، و يسمى باختبار t.

حسب المتوسط (\bar{X}) من أجل المعالجة الإحصائية والانحراف المعياري (S) باستخدام العلاقتين

$$\text{Confidence Limites} = \bar{X} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}} \quad (\text{حدود الثقة})$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X_1 - \bar{X})^2}{n-1}}$$

X_1 : تركيز الكاتيون المعدني المدروس المتبقي في الطور المائي بعد الاستخلاص.

حسبت النسبة المئوية المولية للاستخلاص من العلاقة (1)

$$E \% = [(A_0 - A) / A_0] \times 100 \quad (1)$$

A_0 : تركيز كاتيون المعدن المدروس في الطور المائي قبل الاستخلاص
 A : تركيز كاتيون المعدن المدروس في الطور المائي بعد الاستخلاص
 \bar{X} : المتوسط، S : الانحراف المعياري.

2- دراسة العوامل المؤثرة في عملية الاستخلاص بالنسبة إلى النحاس الثنائي (Cu^{2+}):

1-2- دراسة تأثير تركيز المرتبطة في عملية الاستخلاص:

استخلاص النحاس الثنائي بمحاليل مختلفة التركيز من المرتبطة وتعيينه بالامتصاص الذري:

حضرت محاليل مختلفة التركيز من 10^{-3} mol/l (0.5,1,2,3) من المرتبطة في الكلوروفورم ودرس تأثيرها في النسب المئوية المولية للاستخلاص، عُيِّن تركيز كاتيون النحاس المتبقي في الطور المائي بالامتصاص الذري، ثم حُسبت النسبة المئوية المولية لاستخلاص الكاتيون إلى الطور العضوي، فتم الحصول على النتائج الواردة في (الجدول 2).

(الجدول 2) نتائج استخلاص Cu^{2+} ذي التركيز $1 \times 10^{-3} \text{ mol/l}$ بمحاليل مختلفة التركيز

من المرتبطة المدروسة في الكلوروفورم وعند $\text{pH} = 8$

$n = 3$ $\alpha = 95\%$

النسبة المئوية المولية للاستخلاص p% $= \bar{X} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$	تركيز النحاس $[Cu^{+2}]$ في الطور العضوي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	تركيز النحاس $[Cu^{+2}]$ المتبقي في الطور المائي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	تركيز المرتبطة $[L]_{org}$ في الطور العضوي 10^{-3}
0.9 ± 95.5	0.009 ± 0.955	0.009 ± 0.045	0.5
0.4 ± 91.5	0.004 ± 0.915	0.004 ± 0.085	1
0.3 ± 92.5	0.003 ± 0.925	0.003 ± 0.075	2
0.1 ± 94.0	0.001 ± 0.940	0.001 ± 0.060	3

يبين (الجدول - 2) أن أفضل نسبة لاستخلاص النحاس ثنائي التكافؤ باستخدام محاليل مختلفة التركيز من المرتبطة نفسها هي (كاتيون: مرتبطة، (2 مولان: مول 1)، وأن أي زيادة من تركيز المرتبطة لا يزيد من نسبة الاستخلاص.

2-2- دراسة تأثير زمن المزج في عملية الاستخلاص

استخلاص النحاس ثنائي التكافؤ بمحلول تركيزه mol/l (0.5×10^{-3}) من المرتبطة في الكلوروفورم خلال أزمنة مختلفة، وتعيينه بالامتصاص الذري.

حُضِرَ محلول تركيزه mol/l (0.5×10^{-3}) من المرتبطة في الكلوروفورم ومحلول مائي للنحاس الثنائي بتركيز mol/l (1×10^{-3}) عند $\text{pH} = 8$ ، ودرجة حرارة المخبر ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) درجة

مئوية، ودرُس تأثير الزمن في النسبة المئوية للاستخلاص، فحصلنا على النتائج الواردة في (الجدول - 3).

(الجدول - 3) نتائج استخلاص Cu^{+2} بمحلول المرتبطة في الكلوروفورم خلال أزمنة

مختلفة. $\alpha = 95\%$ $n = 3$

النسبة المئوية المولية للاستخلاص p% $= \bar{X} \pm \frac{t \cdot S}{\sqrt{n}}$	تركيز النحاس $[Cu^{+2}]$ في الطور العضوي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	تركيز النحاس $[Cu^{+2}]$ المتبقي في الطور المائي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	الزمن (دقيقة)
0.9 ± 76.5	0.003 ± 0.765	0.003 ± 0.235	10
0.4 ± 78.5	0.002 ± 0.785	0.003 ± 0.215	20
0.3 ± 78.5	0.003 ± 0.785	0.002 ± 0.215	30
0.1 ± 81.0	0.001 ± 0.810	0.002 ± 0.290	40
0.9 ± 83.5	0.009 ± 0.830	0.002 ± 0.170	50
0.4 ± 82.5	0.004 ± 0.825	0.006 ± 0.145	60
0.3 ± 83.0	0.003 ± 0.830	0.002 ± 0.130	70
0.1 ± 85.5	0.001 ± 0.855	0.007 ± 0.080	80
0.9 ± 87.0	0.009 ± 0.870	0.001 ± 0.100	90
0.4 ± 92.0	0.004 ± 0.920	0.008 ± 0.090	100
0.3 ± 90.0	0.003 ± 0.900	0.004 ± 0.120	110
0.1 ± 91.0	0.001 ± 0.910	0.007 ± 0.140	120
0.9 ± 86.0	0.008 ± 0.860	0.008 ± 0.125	130
0.4 ± 88.5	0.004 ± 0.885	0.004 ± 0.115	140
0.3 ± 88.5	0.007 ± 0.885	0.007 ± 0.115	150

يبين (الجدول - 3) أن الزمن اللازم للحصول على التوازن في عملية الاستخلاص يحدث بعد (100) دقيقة، وذلك من ملاحظة ثبات النسبة المئوية للاستخلاص بعد 100 دقيقة، وإن أي زيادة في زمن المزج يعطي النسبة المئوية للاستخلاص نفسها.

3-2- دراسة تأثير ال pH في عملية الاستخلاص:

استخلاص النحاس ثنائي التكافؤ ذي التركيز 1×10^{-3} mol/l بمحلول المرتبطة ذي التركيز 1×10^{-3} mol/l في الكلوروفورم عند قيم pH المختلفة للوسط المائي، وتعيين تركيزه بالامتصاص الذري:

عُيِّن تركيز النحاس الثنائي المتبقي في الطور المائي بعد عملية الاستخلاص بمحلول المرتبطة ذي التركيز 1×10^{-3} mol/l في الكلوروفورم عند القيم pH مختلفة للوسط

المائي وزمن قدره 100 دقيقة، وعُيِّن تركيزه بالامتصاص الذري فحصلنا على النتائج الموضحة (بالجدول- 4).

(الجدول- 4) نتائج استخلاص النحاس ثنائي التكافؤ بمحلول المرتبطة في الكلوروفورم عند قيم pH المختلفة للوسط المائي والمعين بالامتصاص الذري

النسبة المئوية المولية للاستخلاص p% $= \bar{X} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$	تركيز النحاس $[Cu^{+2}]$ في الطور العضوي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	تركيز النحاس $[Cu^{+2}]$ المتبقي في الطور المائي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	PH
0.9 ± 58.5	0.003 ± 0.585	0.001 ± 0.415	3
0.4 ± 71.5	0.002 ± 0.715	0.002 ± 0.285	4
0.3 ± 76.0	0.003 ± 0.760	0.004 ± 0.240	5
0.1 ± 78.0	0.001 ± 0.780	0.004 ± 0.220	6
0.9 ± 85.0	0.009 ± 0.850	0.002 ± 0.150	7
0.4 ± 96.0	0.004 ± 0.960	0.006 ± 0.040	8
0.3 ± 81.0	0.003 ± 0.815	0.004 ± 0.185	9
0.1 ± 79.5	0.001 ± 0.795	0.001 ± 0.205	10

يبين (الجدول- 4) أن أفضل نسبة لاستخلاص النحاس الثنائي ذي التركيز 1×10^{-3} mol/l تحدث عند pH = 8.

4-2 - دراسة تأثير المحلات في عملية استخلاص النحاس ثنائي التكافؤ بمحلول المرتبطة ذات التركيز 1×10^{-3} mol/l في محلات مختلفة (الكلوروفورم - التولوين):

عُيِّن تركيز النحاس الثنائي المتبقي في الطور المائي بعد عملية الاستخلاص بمحلول المرتبطة ذات التركيز 1×10^{-3} mol/l في محلات مختلفة الكلوروفورم - التولوين) بالامتصاص الذري عند PH = 8، وحصلنا على النتائج الموضحة في (الجدول- 5)

(الجدول- 5) نتائج استخلاص النحاس ثنائي التكافؤ بمحلول المرتبطة ذات التركيز 1×10^{-3} mol/l في محلات مختلفة (الكلوروفورم - التولوين) بالامتصاص الذري عند pH=8.

n = 3 α = 95%

النسبة المئوية المولية للاستخلاص p% $= \bar{X} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$	تركيز النحاس $[Cu^{+2}]$ في الطور العضوي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	تركيز النحاس $[Cu^{+2}]$ المتبقي في الطور المائي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	المحل
0.6 ± 96.0	0.006 ± 0.960	0.006 ± 0.040	الكلوروفورم
0.7 ± 88.5	0.007 ± 0.885	0.007 ± 0.115	التولوين

بيّن (الجدول - 5) أن أفضل محل يعطي نسبة استخلاص مرتفعة بالنسبة إلى المرتبطة هو محل الكلوروفورم، ويمكن تعليل ذلك باختلاف قيم ثوابت العزل الكهربائي للمحلات بحسب الترتيب الآتي:

الكلوروفورم (4.1) < التولوين (2.4). [12].

5-2- استخلاص الكوبالت الثنائي (Co^{++}) ذي التركيز mol/l (1×10^{-3}) بمحلول المرتبطة ذي التركيز mol/l (1×10^{-3}) في الكلوروفورم عند قيم pH مختلفة الوسط المائي وتعيينه بالامتصاص الذري:

عُيّن تركيز الكوبالت الثنائي المتبقي في الطور المائي بعد عملية الاستخلاص بمحلول المرتبطة ذي التركيز mol/l (1×10^{-3}) في محل الكلوروفورم عند قيم pH مختلفة للوسط المائي، وزمن قدره 100 دقيقة، وعُيّن التركيز مباشرة بالامتصاص الذري، فصلنا على النتائج الآتية الموضحة في (الجدول - 6).

(الجدول - 6) نتائج استخلاص الكوبالت ثنائي (Co^{+2}) ذي التركيز mol/l 1×10^{-3} بمحلول المرتبطة ذي التركيز mol/l (1×10^{-3}) في الكلوروفورم عند قيم pH مختلفة للوسط المائي وتعيينه بالامتصاص الذري.

n = 3 α = 95%

النسبة المئوية المولية للاستخلاص p% $= \bar{X} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$	تركيز الكوبالت $[Co^{+2}]$ في الطور العضوي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	تركيز الكوبالت $[Co^{+2}]$ المتبقي في الطور المائي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	pH
0.4 ± 22.6	0.002 ± 0.226	0.002 ± 0.773	4
0.3 ± 30.3	0.003 ± 0.300	0.004 ± 0.699	5
0.1 ± 24.8	0.001 ± 0.248	0.004 ± 0.751	6
0.9 ± 46.0	0.009 ± 0.460	0.002 ± 0.539	7
0.4 ± 43.1	0.005 ± 0.431	0.005 ± 0.568	8
0.3 ± 27.0	0.007 ± 0.270	0.007 ± 0.729	9

6-2- استخلاص النيكل الثنائي Ni^{2+} ذي التركيز mol/l (1×10^{-3}) بمحلول المرتبطة ذي التركيز mol/l (1×10^{-3}) في الكلوروفورم عند قيم pH مختلفة في الوسط المائي، وتعيينه بالامتصاص الذري:

عُيّن تركيز النيكل الثنائي المتبقي في الطور المائي بعد عملية الاستخلاص بمحلول المرتبطة ذي التركيز mol/l (1×10^{-3}) في محل الكلوروفورم عند قيم pH مختلفة الوسط

المائي وزمن قدره 100 دقيقة مباشرة بالامتصاص الذري فحصلنا على النتائج الآتية الموضحة في (الجدول- 7).

(الجدول-7) نتائج استخلاص النيكل الثنائي Ni^{2+} ذي التركيز mol/l (1×10^{-3}) بمحلول المرتبطة ذي التركيز mol/l (1×10^{-3}) في الكلوروفورم عند قيم pH مختلفة للوسط المائي، وتعيينه بالامتصاص الذري

$$\alpha = 95\% \quad n = 3$$

النسبة المئوية المولية للاستخلاص p% $= \bar{X} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$	تركيز النيكل $[Ni^{2+}]$ في الطور العضوي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	تركيز النيكل $[Ni^{2+}]$ المتبقي في الطور المائي بعد عملية استخلاص مرة واحدة	pH
0.4 ± 24.6	0.002 ± 0.426	0.002 ± 0.573	4
0.3 ± 46.8	0.003 ± 0.469	0.005 ± 0.531	5
0.1 ± 47.0	0.001 ± 0.470	0.004 ± 0.529	6
0.9 ± 53.8	0.009 ± 0.538	0.002 ± 0.461	7
0.4 ± 56.8	0.005 ± 0.560	0.005 ± 0.439	8
0.3 ± 51.7	0.007 ± 0.517	0.007 ± 0.482	9

يلاحظ من الجداول (4) و(6) و(7) أن أعلى قيمة لاستخلاص النحاس ثنائي التكافؤ والكوبالت ثنائي التكافؤ والنيكل ثنائي التكافؤ ذوات التركيز mol/l (1×10^{-3}) تحققت في محل الكلوروفورم وعند قيم لـ pH تساوي (8,7). وزمن رج للمحاليل 100 دقيقة بالنسبة إلى Cu^{2+} ، وكانت أفضل نسبة استخلاص للعناصر المذكورة عند استخدام محاليل الكاتيونات المدروسة والمرتبطة بنسبة 1:2 بالترتيب. وقد عُنيت تراكيز الكاتيونات في الطور المائي باستخدام الامتصاص الذري، ويمكن تفسير قيم pH في المحاليل المائية، وهي (8,7) التي كانت هي الفضلى بسبب طبيعة المرتبطة، إذ إن ذرات الأزوت في المرتبطة تتبرتن عند قيم pH منخفض، ومن ثم لا تتشكل معقدات مستقرة مما يؤدي إلى تناقص كفاءة الاستخلاص، وتزداد هذه الكفاءة بتناقص حموضة الوسط المائي [13-15]. ويمكن تحليل نسبة الاستخلاص الأعلى في محل الكلوروفورم مقارنة بالتولوين إلى قيم ثابتة العزل الكهربائي، إذ تبلغ (4.1) في الكلوروفورم، في حين هي (2.4) في التولوين.

الاستنتاجات

1- حضرت مرتبطة فورانية جديدة 4,1- بيس (5-بروم -2-فوريل ميثيلدين) ثنائي أمينو البنزن.

- 2- عُيِّنت هوية هذه المرتبطة باستخدام مطيافيات $^1\text{H-NMR}$ و IR و MS .
- 3- استخدمت المرتبطة الفورانية في استخلاص بعض الكاتيونات الانتقالية Ni^{2+} و Co^{2+} و Cu^{2+} من طور مائي إلى طور عضوي لايمتزج مع الماء .
- 4- إن أفضل نسبة للاستخلاص هي نسبة الاستخلاص (كاثيون: مرتبطة، 2 مولان: مول1)، وإن أي زيادة في تركيز المرتبطة لايزيد من النسبة المئوية للاستخلاص .
- 5- وجد أن أفضل زمن لرج المزيج هو 100 دقيقة للنحاس الثنائي Cu^{2+} ، و 120 دقيقة للنیکل Ni^{2+} .
- 6- وجد أن أفضل مذيب يعطي نسبة استخلاص مرتفعة بالنسبة إلى المرتبطة هو مذيب الكلوروفورم، ويمكن تعليل ذلك باختلاف قيم ثوابت العزل الكهربائي للمحلات بحسب الترتيب الآتي:
الكلوروفورم (4.1) < التولوين (2.4) .
- 7- استخدمت قيم pH مختلفة من (3-12) في عملية الاستخلاص، ووجد أن أعلى قيمة لاستخلاص النحاس الثنائي والكوبالت الثنائي والنيكل الثنائي ذات التركيز $1 \times 10^{-3} \text{ mol/l}$ في محل الكلوروفورم تكون عند $\text{pH} = (7, 8)$.

References

- 1- Yossef, S,N. E. El – Zahany, A.M. A. El .Seidy, Caselli, A. and, Fantauzzi .S., Prepartion, 2008, characterization and Biological Evaluation of Schiff complexes. *Inorg. Chem.* 29.4732.
- 2- Anthonysam,Y.A. and, Balasubramnian, S., 2005,Schiffs bases as solvent extraction reagents.*Inorganic Chemistry Communications*, 8.
- 3- Bridiau, N., Benmansour, M. LEGOY, M. D., and, Maugard,T, 2007,Science and practe of liquid – liquid extraction.. *Tetrahedron* 63, 4178 – 41833.
- 4- Cozzi, P. G., 2004.,Metal Salen Schiff Base Complex in Catalysis : Practical aspect. *Chem., Soc.Rev.* 33, 410 -421.
- 5- Mohamed ,G. G., Omar,M. M., Hondy A. and, Turk, M., , 2006,*J. Chem*, 30, 361- 382.
- 6- Achary,G., Sachin,H. P., Naik,Y. A., and, Venkatesha ,T. V., 2007,Synthesis and biological studies of some Schiff compounds.*Indiah Journal Technology*. Vol. 14, 6-2.
- 7- Kolodzieh B., Gresh, E. , and, Schilf, W., 2007, *Journal of Molecular structure*, 844-845, 32-37.
- 8- Burihardt,A . Gols,H. and, Plass,W., 2008, *Carbohydrat Research* 343, 1266-1277.
- 9-S.S Alshowiman, I. M. Alnajar, A.m.Alshafan, 1987,*Specto Chimica*, Vol. 43 A, No8, 1055- 1058.
- 10- سليمان ميلانية-2008، رسالة ماجستير مقدمة من كلية العلوم - قسم الكيمياء - جامعة دمشق - سوريا
- 11- Mathur, J.N., 1990, *Solvant Extraction Ion . Exch.* , 8(8) 629-633.
- 12- Emadi, D., Yaftain M. R. and, Rayati S.,2009, *Zanjan University*.22.966.
- 13- Ugras,H. Basaran, I. Kilic, and, Cakir,T. U., 2006, *Synthesis and Reactivity in ingrnic metal – organic and nano metal chemistry H.. Chem.* 43, 79.
- 14- Ziyadonogullar ,B. Topal,G. Edogan, S. E., and, Et. Al., 2006,*Talanta*, 53,1083.
- 15- Vogel,I.,. Sc (lond), D.I.G. F.R.I.C., 1989.Fifth edition, *Practical organic Chemistry*, p. 161 – 169 .