تحضير أساس شيف حلقي أساسه اتيلين ثنائي أوكسي بيس اتيل أمين واستخدامه في استخلاص بعض كاتيونات المعادن الانتقالية

نديم المهنا

قسم الكيمياء ـ كلية العلوم ـ جامعة دمشق ـ سورية

تاريخ الإيداع 2011/01/30

قبل للنشر في 2011/07/05

الملخّص

اصطنع في هذا البحث أساس شيف حلقي يحتوي على ذرات مانحة من تفاعل تكاثف ثنائي الالدهيد: (I) 4,1 بيس (6- ميتوكسي-3- فورميل فينيل) -4,1- ثنائي أوكسا بوتان مع ثنائي الأمين 2,2- اتيلين ثنائي اوكسي بيس اتيل أمين. وعينت هوية أساس شيف الحلقي (II) 16,1- ثنائي آزا-[6,3; 14,11- ثنائي (6,6ʹ- ميتوكسي فنيل)] 22,19,10,7- رباعي أوكسا حلقي رباعي ايكوزان15,1- ديئن بمطيـافيتي (LC-MS) و(IR). استخدم أساس شيف المحضر في استخلاص بعض العناصر الانتقالية Zn^{++}, Ni^{++}, Pb^{++} من طور مائي إلى طور عضوي لايمتزج مع الماء. درس تأثير المحلات المستخدمة (كلوروفورم، ثنائي كلور الميتان) في النسبة المئوية للاستخلاص. عند الدرجة $25\pm0.1^{0}C$ وحسبت تراكيز الكاتيونات في الطور المائي باستخدام جهاز الامتصاص الذري.

الكلمات المفتاحية: أساس شيف حلقي، استخلاص المعادن الانتقالية.

Preparation of Macrocyclic Schiff Base and using it in Extraction of some Transition Metals

N. Almhna
Department of Chemistry, Faculty of sciences, Damascus university, Syria

Received 30/01/2011
Accepted 05/07/2011

ABSTRACT

In this research we have synthesized a new macrocyclic Schiff base (II) containing nitrogen- oxygen donor atoms which was designed and synthesized by reaction of: 1,4– bis (6',6'- methoxy -3- formyl phenyl)-1,4- dioxa butane (I). Identification of this macrocyclic schiff base: (II) 1,16- Diaza–[3,6;11,14-di (6',6'- methoxy phenyl)]-7,10,19,22 - tetraoxa cyclo tetra icozane-15,1dien was determined by (LC-MS) and spectroscopy (IR). The liquid- liquid extraction of metal such as Zn^{2+}, Pb^{2+} and Ni^{2+} from aqueous phase to organic phase which doesn't in water. The effect of chloroform and dichloromethane as organic solvents over the metal extractions was investigated at 25± 0.1^{0}C by using atomic absorption Spectrometer and extraction percentage was calculated.

Key words: Macrocyclic schiff bases, Liquid- liquid extraction

المقدمة

إن تقنية الاستخلاص سائل- سائل معروفة في الكيمياء التحليليـة واللاعـضوية [1]. تقوم هذه التقنية على نقل المادة (المنحل) من الطور المائي إلى طور سـائل آخـر هـو الطور العضوي [2]. استخدمت أسس شيف في عمليات الاستخلاص على نطاق واسـع، وذلك اعتماداً على قدرتها في تكوين معقدات مع العديد من العناصر الانتقاليـة[3]. كمـا استخدمت الأوكسيمات ولاسيما الأوكسيمات الفينولية في استخلاص بعض العناصـر. إن 20% من الإنتاج العالمي للنحاس يتم باستخدام أوكسيمات فينولية [4]. وتعـود خاصـية تكوين أسس شيف والأوكسيمات معقدات مع المعادن إلى احتوائها على ذرات أوكسيجينية وآزوتية مانحة للالكترونات[5]. وقد اكتشفت جمل استخلاص جديدة، ففي عام 1967 فتح العالم Pederson مجالاً واسعاً أمام اصطناع نوع من المستخلصات هي الايترات التاجية (Crown ethers) وهي مركبات حلقية ضخمة تحتوي علـى ذرات أوكـسجين مانحـة للإلكترونات، استخدمت في استخلاص المعادن القلوية والقلوية الترابية وفـصل بعـض العناصر المشعة من مخلفات الانشطار النووي، أما المعادن الانتقالية فلم تستخلص بهـذه الايترات التاجية [6]. حضرت كذلك مركبات ايمينية (أسس شيف) حلقية لا تحتوي علـى حلقات عطرية إنما تحتوي على ذرات N وS [7]، وجرى بواسطتها استخلاص الكادميوم الثنائي والفضة الأحادي والنحاس الثنائي والنيكل الثنائي والزنك الثنائي والكوبالت الثنائي، في حين لم تنجح عمليات استخلاص كاتيونات المعادن القلوية انتقائياً [8]. تعود أهمية هذه المستخلصات إلى إمكانية استخدامها في المجالات التطبيقية، فقد استخدمت في استخلاص العناصر في الكيمياء التحليلية وفي التعيين الكمي والكيفي لها، وفي الحجب، وفي عمليات النقل الفعال للكاتيونات عبر الأغشية السائلة محاكاة لبعض الأيونوفورات الحيويـة التـي تقوم بالنقل الفعال في الجمل الحيوية.

الهدف من البحث

هدفَ هذا البحث إلى تحضير أساس شيف حلقـي ضـخم يحتـوي علـى جـسور ايتوكسيدية، ثم تعيين هوية المركب المحضر بالطرائق المطيافية المختلفة واستخدامه فـي استخلاص بعض عناصر المعادن الانتقالية.

الأجهزة المستخدمة

1- سخانة كهربائية ذات محرك مغناطيسي من نوع Nuova Stirpate.

2- LC-MS: الطور الحامل ماء/ ميتانول 35/60 نوع العمودC_{18}(2.1mm ×15cm) حرارة العمود$40C^0$.

3- جهاز IR من نوع JASCO – FT: IR- 300.

مواد البحث وطرائقه

المواد المستخدمة

المواد المستخدمة من إنتاج شركة Sigma , Merck

ثنائي كلورالميتان 97%، ايتانول 99%، ميتانول 99%

اسيتات الاتيل 97%، الكلوروفورم 97%، ثنائي ميتل فورم أميد 99.5%

اسيتو نتريل 99%، الايتر الاتيلي 99%،

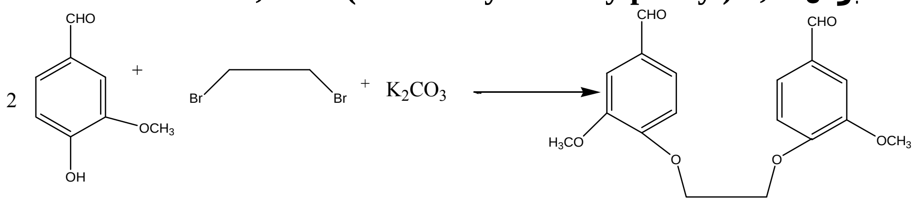
2,2 - اتيلين ثنائي اوكسي بيس اتيل أمين 99%

فانيلين99.5%، كربونات البوتاسيوم 99%

نترات الرصاص، نترات الزنك ونترات النيكل

القسم التجريبي

تحضير المركب (I): 4,1 بيس (6- ميتوكسي-3-فورميل فينيل) -4,1-ثنائي أوكسا بوتان- dioxabutane 1,4 -bis (6-methoxy-3-formylphenyl)-1,4-



(I)

يذاب (0.02 mol , 3.04 gr) من الفانيلين في 50 ml من ثنائي ميتل فـورم أميـد ويضاف إليه (1.38gr-0.01mol) من كربونات البوتاسيوم ويحرك مـدة سـاعة، ثـم يضاف إليه بالتنقيط (1.88 gr, 0.01mol) من1، 2- ثنائي برومو ايتان المنحل في 10 ml من ثنائي ميتل فورم أميد ويسخن المزيج [9] مدة ست ساعات عند الدرجة 150^0C، وبعد التبريد تتشكل بلورات بنية فاتحة، تغسل بالماء ثم تعاد بلورتها من الايتانول وتجفف فوق $Ca\ CO_3$.

المردود (4.6gr, 70%)، درجة الانصهار ^0C (170-172).

R_f = 0.8 (أسيتون: ميتانول) (1:1)

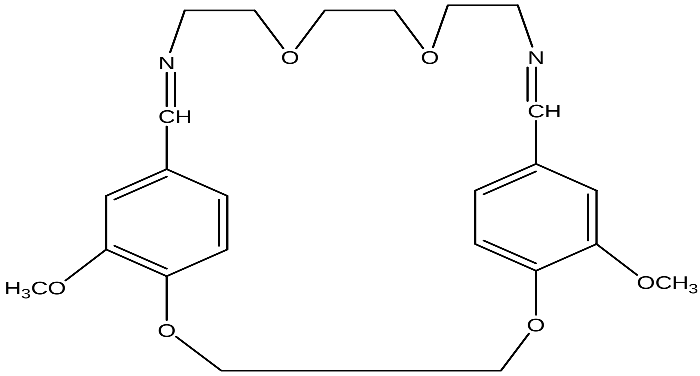
IR (cm^{-1}، KBr): 3000 $_{str}$ (Ar-H)، 1710 $(-C=O-)_{str}$

1231 (Ar-O-) ,1191 $(-O-CH_3)_{str}$، 1391 $(-O-CH_2CH_2-)_{str}$

LC-MS، m/z = 330 (M^+، 100%).

تحضير المركب (II): 16,1 - ثنائي آزا-[6,3; 14,11- ثنائي (6',6'- ميتوكسي فنيل)]22,19,10,7 - رباعي أوكسا حلقي رباعي ايكوزان15,1- ديئن

1,16- Diaza–[3,6;11,14-di (6',6'- methoxy phenyl)]-7,10,19,22 - tetraox cyclotetra icozane—1,15diene.



(II)

يذاب (0.66 gr, 0.002mol) من المركب (I) في 250ml من اسيتو نتريل /ايتانول (90/10) ويضاف إليه بالتنقيط (0.296gr, 0.002 mol) من2,2-ايتلين ثنائي اوكسي بيس اتيل امين المنحل في 100m في مزيج من اسيتو نتريل /ايتانول بنسبة (90/10) وبعد انتهاء الإضافة يستمر التحريك 10 ساعات في درجة حرارة الغرفة، يبخر المحلول فيتشكل راسب أصفر يغسل بالايتر.

المردود: (0. 71 gr, 80%)، درجة الانصهار ^{0}C 70-72.

R_f= 0.92 (اسيتات الاتيل /تولوين) (1/1)

LC-MS، m/z = 442 (M^+، 100%).

IR (cm^{-1}، KBr): 1641 $(-CH= N-)_{str}$، 1234 $(CH_2 – O – CH_2)_{str}$ 1183 $(O-CH_3)_{str}$، 757 $_{str}$(بنزن مستبدل).

تحضير المحاليل اللازمة للاستخلاص بالمرتبطة (II)

1- تحضير 10^{-4}× (2.5,2,1.5,1,0.5) مول/ ل من محلول المرتبطة (II) في ثنائي كلور الميتان والكلوروفورم.

2- تحضير محاليل موقية ذات الرقم الهيدروجيني pH =(3-11) باستخدام حجوم محسوبة من الأمونيا وحمض الخل. (أخذ 100 مل من حمض الخل0.1 مول/ل وأضيف إليه حجم معين وبالتدريج من الأمونيا ذات التركيز0.1 مول/ل حتى نحصل على pH المناسب ثم يضاف 5 مل من كلور الصوديوم ذي التركيز0.1 مول/ل.

3- تحضير محاليل موقية ذات الرقم الهيدروجيني pH =(1، 2) باستخدام محاول حمض كلور الماء.

طريقة الاستخلاص

في دورق مخروطي سعته (25 مل) وضع 5 مل من محلول مائي من ملـح المعـدن ذي التركيز 10^{-4} مول/ل مع 5 مل من محاول المرتبطة في محـل مناسـب. وأجـري الاستخلاص بالتحريك بواسطة خلاط مغناطيسي في أزمنة مختلفة وفي درجـة حـرارة الغرفة [10]، ثم صب المزيج في قمع الفصل وترك مدة مـن الـزمن إلـى أن يتنـضد الطوران بشكل واضح. بعد ذلك فصل الطوران المائي والعضوي عن بعضهما، وعينـت تراكيز الكاتيونات المستخلصة بجهاز الامتصاص الذري[11]. أُعيدت كل تجربة ثـلاث مرات n =3.

وبمستوى ثقة α= 95%. حسب المتوسط ($\bar{X}$) من أجل المعالجة الإحصائية والحيود القياسي(S) وفق العلاقتين:

$$X = \bar{X} \pm \frac{t\,.\,s}{\sqrt{n}}$$

$$S = \sqrt{\frac{\Sigma\, X_I - X\,)}{n-1}}$$

X: المتوسط الحسابي، n: عدد التجارب المكررة، s: الحيود القياسي عندما تكون عدد النتائج محددة، t: معامل إحصائي يعتمد على عدد درجات الحرية ومستوى الثقة.

النتائج والمناقشة

1- حضر أساس شيف الحلقي بدءاً من تفاعل المركب البرومي: ثنائي بروم الايتـان مع هيدروكسيل المركب الالدهيدي (ساليسيل الألدهيد) وتم الحصول على ثنائي الالدهيـد المحتوي على جسر ايتوكسيدي وهو: 4,1 بيس (6- ميتوكسي-3- فورميـل فينيـل)-4,1- ثنائي أوكسا بوتان (I). تم تكاثف ثنائي الالدهيد المحضر مع ثنـائي الأمـين2,2-ايتلين ثنائي أوكسي بيس اتيل أمين لإعطاء أساس شيف حلقي وتأكدنا من هويـة المنـتج المحضر (أساس شيف الحلقي باختفاء الزمر الهيدروكسيلية في المرحلة الأولى ثم اختفاء الزمر الكربونيلية والأمينية في المرحلة الثانية وظهور الزمرة الايمينية بتقنيـة مطيافيـة (IR)، وعرفَ الوزن الجزئي بمطيافية (LC-MS) وفيما يأتي الجـدول يبـين الـوزن الجزيئي لكل مركب والزمر الوظيفية الخاصة بكل مركب.

المركب	IR	الوزن الجزيئي(MS)
I	$(-C=O)_{stre}$ 1710	330
II	$(-CH=N-)_{stre}$ 1641	442

2- دراسة العوامل المؤثرة في عملية الاستخلاص

2-1 دراسة تأثير تركيز المرتبطة (II) في عملية الاستخلاص:

استخلاص الرصاص الثنائي بمحاليل مختلفة التركيز من المرتبطة (II) وتعيينه بالامتصاص الذري.

حضرت محاليل مختلفة التراكيز من المرتبطة (II) 10^{-4} × [2.5,2,1.5,1,0.5] مول/ ل في محل ثنائي كلور الميتان ودرس تأثيرها في النسبة المئوية للاستخلاص بتثبيت تركيز الكاتيون المعدني10^{-4} مول/ ل. عين تركيز النحاس الثنائي المستخلص بالامتصاص الذري بالطريقة المباشرة ثم حسبت النسبة المئوية للاستخلاص إلى الطور العضوي فحصلنا على النتائج الآتية:

الجدول (1) نتائج استخلاص الرصاص الثنائي ذي التركيز 10^{-4} مول/ل باستخدام محاليل مختلفة التراكيز من المرتبطة (II) في محل ثنائي كلور الميتان والمعين بالامتصاص الذري.

تركيزالمرتبطة $[L]_{org}$ (I) في الطور العضوي (10^{-4}مول/ ل)	تركيز الرصاص المتبقي في الطور المائي بعد الاستخلاص(10^{-4}مول/ ل)	تركيز الرصاص بعد عملية استخلاص واحدة (10^{-4} مول/ ل)	P% النسبة المئوية للاستخلاص
0.5	0. 393± 0.016	0.607 ±0.013	607 ± 0.6
1.0	0.284± 0.013	0.716 ±0.016	71.6 ± 0.4
1.5	0.283± 0.012	0.717 ±0.013	71.7 ± 0.5
2.0	0.282± 0.011	0.718 ±0.012	71.8 ± 0.5
2.5	0.281± 0.014	0.719 ±0.016	71.9 ± 0.4

يلاحظ من الجدول (1) أن أفضل نسبة لاستخلاص الرصاص الثنائي ذي التركيز 10^{-4} مول/ ل باستخدام محاليل مختلفة التراكيز 10^{-4} × (2.5,2,1.5,1,0.5) مول/ ل من المرتبطة (II) هي نسبة (كاتيون: مرتبطة، 1مول:1 مول) وإن أي زيادة من تركيز المرتبطة لايزيد من نسبة الاستخلاص.

2-2 دراسة تأثير زمن المزج في عملية استخلاص الرصاص الثنائي باستخدام محلول تركيزه 10^{-4} مول/ل من المرتبطة (II) في محل ثنائي كلور الميتان خلال أزمنة مختلفة وتعيينه بالامتصاص الذري.

حضر محلول تركيزه 10^{-4}مول/ ل من المرتبطة (II) في محل ثنائي كلور الميتان ومحلول مائي للرصاص الثنائي ذي التركيز10^{-4} مول/ ل ودرس تأثير زمن المزج في النسبة المئوية للاستخلاص. عين تركيز الرصاص الثنائي المستخلص إلى الطور العضوي بالامتصاص الذري فحصلنا على النتائج الآتية:

الجدول (2) نتائج استخلاص الرصاص الثنائي بمحلـول المرتبطـة (II) ذات التركيـز 1 × 10^{-4} مول/ل في محل ثنائي كلور الميتان خلال أزمنة مختلفة والمعين بالامتصاص الذري.

الزمن (دقيقة)	تركيز الرصاص المتبقي في الطور المائي بعد الاستخلاص (10^{-4}مول/ ل)	تركيز الرصاص بعد عملية استخلاص واحدة (10^{-4}مول/ ل)	P% النسبة المئوية للاستخلاص
2	0. 493± 0.012	0.5 07 ±0.014	50.7 ± 0.3
5	0. 483± 0.013	0.5 17 ±0.018	51.7 ± 0.4
10	0.312± 0.014	0.688 ±0.014	68.8 ± 0.5
15	0.312± 0.012	0.688 ±0.013	68.8 ± 0.4
20	0.312± 0.012	0.688 ±0.012	68.8 ± 0.2
25	0.302± 0.013	0.698 ±0.010	69.8 ± 0.5
30	0.283± 0.016	0.717 ±0.014	71.7 ± 0.8
35	0.282± 0.011	0.718 ±0.015	71.8 ± 0.6
40	0.281± 0.015	0.719 ±0.017	71.9 ± 0.4

يلاحظ من الجدول (2) أن الزمن اللازم للحصول على التوازن في عملية الاستخلاص يحدث بعد نصف ساعة من الزمن. وذلك من ملاحظة ثبات النسبة المئوية للاسـتخلاص بعد نصف ساعة، وإن أي زيادة في زمن المزج يعطي النسبة المئوية للاستخلاص نفسها.

3-2 دراسة تأثير المحلات في عملية الاستخلاص

استخلاص الرصاص الثنائي بمحلول المرتبطة (II) ذات التركيز10^{-4}× 1 مـول/ ل من في محلات مختلفة وتعيينه بالامتصاص الذري.

عين تركيز الرصاص الثنائي المستخلص بمحلول المرتبطة (II) ذات التركيز10^{-4}× 1 مول/ ل في محلات مختلفة (ثنائي كلور الميتان، الكلوروفـورم) بالامتـصاص الـذري فحصلنا على النتائج الآتية:

الجدول (3) نتائج استخلاص الرصاص الثنائي بمحلول المرتبطـة (II) ذات التركيـز $1×10^{-4}$ مول/ل في محلات مختلفة والمعين بالامتصاص الذري.

المحل	تركيز الرصاص المتبقي في الطور المائي بعد الاستخلاص(10^{-4}مول/ ل)	تركيز الرصاص بعد عملية استخلاص واحدة(10^{-4} مول/ ل)	P% النسبة المئوية للاستخلاص
ثنائي كلورالميتان	**0.282± 0.011**	**0.718 ±0.015**	**71.8 ± 0.6**
الكلوروفورم	**0.358±0.002**	**0.642 ±0.007**	**64.2 ± 0.2**

يلاحظ من الجدول (3) أن أفضل محل يعطي نسبة استخلاص مرتفعة بالنـسبة إلـى المرتبطة (II) هو محل ثنائي كلورالميتان. ويمكن تعليل ذلك باختلاف قيم ثوابت العـزل الكهربائي للمحلات حسب الترتيب الآتي [12]: ثنائي كلورالميتان (8.93) >كلوروفـورم (4.8).

الجدول (4) نتائج استخلاص الرصاص الثنائي بالمرتبطة (II) ذات التركيز 10^{-4}مول/ ل في محـل ثنائي كلور الميتان عند قيم pH مختلفة للوسط المائي والمعين بالامتصاص الذري

P% النسبة المئوية للاستخلاص	تركيز الرصاص بعد عملية استخلاص واحدة (10^{-4}مول/ ل)	تركيز الرصاص المتبقي في الطور المائي بعد الاستخلاص (10^{-4}مول/ ل)	pH الوسط المائي
9.3 ± 0. 5	0.930 ± 0.005	0.070±0.007	**1**
12.3 ± 0. 2	0.127 ± 0.004	0.8 83±0.006	**2**
13.3 ± 0. 5	0.137 ± 0.005	0.8 73±0.007	**3**
45.7 ± 0. 3	0. 457 ±0.001	0. 543±0.009	**4**
71.5 ± 0.8	0.715 ±0.014	0.285± 0.016	**5**
71.6 ± 0.5	0.716±0.015	0.284± 0.012	**6**
71.7 ± 0.4	0.717 ±0.017	0.283± 0.016	**7**
35.4 ± 0. 3	0. 354 ± 0.001	0. 646±0.008	**8**
25.2 ± 0. 7	0.252 ± 0.006	0.748±0.004	**9**
13.3 ± 0. 3	0.137 ± 0.005	0.8 73±0.007	**10**
12.3 ± 0. 6	0.127 ± 0.004	0.8 83±0.006	**11**
10.3 ± 0. 1	0.107 ± 0.005	0.903±0.002	**12**

4-2 استخلاص النيكل الثنائي بمحاول المرتبطة (II) ذات التركيز10^{-4} مول/ ل فـي محل ثنائي كلور الميتان عند قيم pH مختلفة للوسط المائي وتعيينه بالامتصاص الذري

عين تركيز النيكل الثنائي والمستخلص بمحلول المرتبطة (II) ذات التركيز10^{-4}مول/ ل في محل ثنائي كلور الميتان بالامتصاص الذري عند قيم pH مختلفـة للوسـط المـائي، فحصلنا على النتائج في الجدول (5).

الجدول (5) نتائج استخلاص النيكل الثنائي بمحاول المرتبطة (II) ذات التركيز10^{-4} مول/ ل في محل ثنائي كلور الميتان عند قيم pH مختلفة للوسط المائي والمعين بالامتصاص الذري.

P% النسبة المئوية للاستخلاص	تركيز النيكل بعد عملية استخلاص واحدة (10^{-4}مول/ ل)	تركيز النيكل المتبقي في الطور المائي بعد الاستخلاص (10^{-4}مول/ ل)	pH الوسط المائي
20..2 ± 0.5	0.202 ±0.005	0.798±0.013	**1**
21.2 ± 0.3	0.212 ±0.003	0.688±0.004	**2**
38.4 ± 0.2	0.384 ±0.005	0.616±0.008	**3**
53.7 ± 0.8	0.537 ±0.003	0.463±0.005	**4**
55.0± 0.5	0.550±0.008	0.450±0.004	**5**
55.1 ± 0.3	0.551 ±0.006	0.448±0.008	**6**
55.2 ± 0.7	0.552 ±0.008	0.447±0.006	**7**
40.2 ± 0.1	0.402 ±0.009	0.598±0.009	**8**
34 .2 ± 0.5	0.342 ±0.006	0.658±0.006	**9**
20.2 ± 0.3	0.202 ±0.003	0.548±0.006	**10**
14.2 ± 0.4	0.142 ±0.006	0.858±0.004	**11**
10.2 ± 0.3	0.102 ±0.003	0. 898±0.003	**12**

5-2 استخلاص الزنك الثنائي بمحلول المرتبطة (II) ذات التركيز 10^{-4} مول/ ل في محل ثنائي كلور الميثان عند قيم pH مختلفة للوسط المائي وتعيينه بالامتصاص الذري

عين تركيز الزنك الثنائي بالامتصاص الذري، وذلك بعد استخلاصه من طور مائي إلى طور عضوي باستخدام محلول تركيزه 10^{-4} مول/ ل من المرتبطة (II) في محل ثنائي كلور الميثان عند قيم pH مختلفة للوسط المائي. حسبت النسبة المئوية للاستخلاص فحصلنا على النتائج الآتية:

الجدول (6) نتائج استخلاص الزنك الثنائي بالمرتبطة (II) ذات التركيز 10^{-4} مول/ل في محل ثنائي كلور الميثان عند قيم pH مختلفة للوسط المائي والمعين بالامتصاص الذري

pH الوسط المائي	تركيز الزنك المتبقي في الطور المائي بعد الاستخلاص (10^{-4} مول/ ل)	تركيز الزنك بعد عملية استخلاص واحدة في الطور العضوي (10^{-4}مول/ ل)	P% النسبة المئوية للاستخلاص
1	0.867±0.003	0.133 ±0.007	13.8 ± 1.1
2	0.876±0.005	0.224 ±0.006	22.3 ± 0.4
3	0.686±0.004	0.314 ±0.003	31.3 ± 0.6
4	0.666±0.003	0.344 ±0.004	34.3 ± 0.1
5	0.440±0.008	0.560 ±0.011	56.0± 0.7
6	0.438±0.009	0.562 ±0.006	56 .2± 0.5
7	0.437±0.006	0.563 ±0.003	56.3 ± 0.9
8	0.577±0.004	0.423 ±0.004	42.3 ± 0.7
9	0.558±0.005	0.442 ±0.008	44.2 ± 0.8
10	0.722±0.006	0.279 ±0.001	27.9 ± 0.4
11	0.838±0.015	0.162 ±0.008	16.2 ± 0.7
12	0.848±0.016	0.152 ±0.005	15.2 ± 0.3

لوحظ من الجداول (4) و(5) و(6) أن أعلى قيمة لاستخلاص الرصاص الثنائي والنيكل الثنائي والزنك الثنائي ذي التركيز 10^{-4} مول/ ل باستخدام محلول تركيزه 10^{-4} مول/ ل من المرتبطة (II) في محل ثنائي كلور الميثان وتعيينه بالامتصاص الذري وعند قيم مختلفة لـ pH= (12-1) تتم عندpH =(7,6,5) ويمكن تفسير هذه النتيجة حسب طبيعة المرتبطة إذْ إن ذرات الآزوت في المرتبطة (II) تتبرتن عند pH منخفض وتتأين زمر الهيدروكسيل عند pH مرتفع، لذلك إن أفضل وسط هو المعتدل.

الاستنتاجات

1- حضر أساس شيف حلقي جديد يحتوي على2 ,2 -ايتلين ثنائي اوكسي بيس اتيل أمين (II).

2 - عينت هوية المركب المحضر بمطيافيتي (IR), (LC-MS) إذ لوحظ اختفاء عصابتي الكربونيل والأمين وظهور عصابة الايمين.

3- استخدم أساس شيف في استخلاص بعض الكاتيونات الانتقالية (Zn^{++}, Ni^{++}, Pb^{++},) من طور مائي إلى طور عضوي لا يمتزج مع الماء.

4- درست العوامل المؤثرة في عملية الاستخلاص (تركيز المرتبطة- زمـن المـزج - المحل- قيم pH).

5- إن أفضل نسبة للاستخلاص هي نسبة استخلاص (كاتيون: مرتبطة ,1 مول: 1مول) وإن أي زيادة من تركيز المرتبطة لا يزيد من النسبة المئوية للاستخلاص.

6- وجد من نتائج الاستخلاص أن أفضل محل يعطي نسبة استخلاص مرتفعة بالنسبة إلى المرتبطة (II) هو محل ثنائي كلور الميتان. ويمكن تعليل ذلك باختلاف قـيم ثوابـت العزل الكهربائي للمحلات حسب الترتيب الآتي: ثنـائي كلـور الميتـان (8.93) > كلوروفورم (4.8).

7- عند استخدام قيم pH مختلفة (1-12) في عملية استخلاص الرصاص الثنائي والنيكل الثنائي والزنك الثنائي ذي التركيـز 10^{-4} مـول/ ل بمحلـول المرتبطـة (II) ذات التركيز10^{-4} مول/ ل في محل ثنائي كلور الميتان وتعيينه بالامتصاص الذري تكـون أعلى قيمة للاستخلاص عند pH =(5 ,6 ,7)، ويمكن تفسير هذه النتيجة حسب طبيعة المرتبطة إذ إن ذرات الآزوت في المرتبطة (II) تتبرتن عند pH مـنخفض وتتـأين زمر الهيدروكسيل عندpH مرتفع، لذلك فإن أفضل وسط هو المعتدل.

REFERENCES

[1] Chaudhary A., Bansal N., Ga Jraj A., Singh R. V. (2003). ***J. I*****norg. *****B*****iochem.** **93, 393.**

[2] **Baars M., Meijer E. (1997). Hydroxyoximes and copper hydrometaurgy, *P*olym. *M*ater. *S*ci. *E*ng,2 (183), 120-132.**

[3] **Habibi D., Izadkhan V. (2004). Phosphorus, Sulfur and silicon, 179,1197**

[4] **Rao A. P., Dubey S. P. (1972). Precocentration of Heavy Metal ions from ageuos solution by (APDC) impregnated activated carbon. *I*norg. *N*ucl. *C*hem., 4(34), 2041-2050.**

[5] **Ibrahim U., Ismet B., Turgut K., Umitc. (2006). *J. H*etrocyclic *C*hem. 43, 1679.**

[6] **Aguilar J. C., Sanmigue E. R. (2001). Preconcentration system for cadmium and lead determination in environmental samples using polyurethane foam/Me-BTANC, *J. I*norg. *N*ucl..(32), 214-230.**

[7] **Saleh A. A. (2005). *J. C*oord. *C*hem. 58, 255.**

[8] **Kantekin H., Ocak P., Gok Y., Acar I. (2004). Asymmetric processes catalyzed by cxhiral metal complexes, *T*op *organoment*, (5)38, 201-216.**

[9] **Salih I.; Hamdi T. (2008). The synthesis and spectral studies of macrocyclic Cu $_{(II)}$, Ni$_{(II)}$ complex, *Journal Chemistry*, 6(2), 227-284.**

[10] **Vogel I. (1988). Practical organic chemistry, 4th ed, 420 pages.**

[11] **Mathur J. N. (1990). Solvent extraction, *I*on. *E*xch., 8(8), 629-633.**

[12] **Angwenj I., Chembozhong J. (1980). Asymmetric reduction of acetophenone, *J. M*embr. *S*ci. *C*him. *C*hina., 12(57), 153-159.**