The Republic of Iraq
Ministry of Higher Education
And Scientific Research
University of Mosul / College of Science
Department of Chemistry

Preparation and Characterization of Two New Schiff's Bases and Their Use in the Spectrophotometric Estimation of Cobalt (II) in Various Water Samples

Zedan Mousa Abbas Abdullah

M.Sc. Thesis in
Chemistry / Analytical Chemistry

Supervised by

Assist. Prof. Dr.
Saad Hasani Sultan Jerjees

Prof. Dr.
Ammar Hussein Abdullah Al-Sabawi

1445 A.H. **2024 A.D.**

Abstract

The present thesis consist of four chapters :

Chapter I

This chapter includes a general introduction to cobalt, its existence, physical and chemical properties, uses, and estimation methods , It also includes a general overview of azo compounds how to prepare them and their uses also includes Schiff bases, how to prepare them, and their analytical uses in estimation of metals, including cobalt, in addition to a brief explanation of the spectroscopic analysis technique.

Chapter II

The second chapter included the description and preparation of a number of new organic dyes using Schiff base formation reactions, in addition to diazotization and coupling reactions, with a characterization of some of these reagents by infrared and nuclear magnetic resonance techniques .

Chapter III

This chapter is devoted to the development of a new spectrophotometric method with high sensitivity to estimate cobalt ion at low concentrations in aqueous media. The proposed method is based on the reaction of cobalt (II) with a new prepared Schiff base :Bis(Naphaldehyde) *o*-Phenylenediamine (BNOPD) in a basic medium in the presence of the surfactant agent CPC and borate buffer solution at pH 12. 25 to form an orange-colored complex with the highest absorbance at 480 nm. Beer's law applies within the concentration range of 0.6-0.05 $\mu g.mL^{-1}$ of cobalt (II), with a molar absorptivity of 0.9×10^{4} $L.mol^{-1}.cm^{-1}$, and Sandell's sensitivity index of 0.065 $\mu g.\ cm^{-2}$.The limits of detection and quantitation values were 0.0082 and 0.0274 $\mu g.mL^{-1}$ respectively .The proposed method was successfully applied to estimate cobalt (II) in different water samples.

Chapter IV

The fourth chapter dealt with the development of a new and sensitive spectrophotometric method for the determination of cobalt (II) in aqueous media. The proposed method based on the reaction of the cobalt (II) ion with a new prepared Schiff base: [1- ((pyrimidin-2-ylimino) methyl) naphthalen-2-ol] (PYMN) in a weakly basic medium of sodium carbonate (pH=8.96) in the presence of a surfactant agent CPC to form an orange-colored complex with the highest absorbance at 466 nm. Beer's law applies within concentration range of 0.05-0.65 $\mu g.ml^{-1}$ of cobalt (II) with a molar absorptivity of 4.8×10^{4} $L.mol^{-1}.cm^{-1}$, and the Sandell's sensitivity index of 0.00121 $\mu g.cm^{-2}$. The limits of detection and quantitation values were 0.01005 and 0.03350 $\mu g.ml^{-1}$ respectively. The proposed method was successfully applied to estimate cobalt (II) in different water samples.

الخلاصة

تشتمل هذه الرسالة على اربعة فصول :

الفصل الاول :

يتضمن هذا الفصل مقدمة عامة عن عنصر الكوبلت ، وجوده ، خواصه الفيزيائية والكيميائية ، استخداماته وطرائق تقديره ، بالإضافة الى نبذة عامة عن قواعد شف و تفاعلات الازوتة والاقتران م ، تحضيرهما ،واخيرا شرح موجز عن تقنية التحليل الطيفي .

الفصل الثاني :

تضمن الفصل الثاني وصف عدد من الطرائق الجديدة لتحضير عدد من الصبغات العضوية باستخدام تفاعلات تكوين قواعد شف بالإضافة الى تفاعلات الازوتة والاقتران مع تشخيص التركيب الكيميائي لبعض من تلك الكواشف المحضرة باستخدام تقنيات الاشعة تحت الحمراء والرنين النووي المغناطيسي .

الفصل الثالث :

ويشمل الفصل الثالث تطوير طريقة طيفية جديدة ذات حساسية عالية لتقدير ايون الكوبلت الثنائي بتراكيز واطئة في الوسط المائي .تعتمد الطريقة المقترحة على مفاعلة ايون الكوبلت الثنائي مع قاعدة شف المحضرة Bis (Naphthaldehyde) o-Phenylenediamine (BNOPD) في الوسط القاعدي بوجود عامل الشد السطحي CPC وباستخدام محلول منظم من البورات عند الدالة الحامضية (pH=12.25) لتكوين معقد ذو لون برتقالي له اعلى امتصاص عند الطول الموجي 480 نانوميتر . انطبق قانون بير ضمن التراكيز 0.05–0.60 مايكروغرام .مللتر$^{-1}$ بمعامل امتصاص مولاري 0.9×10^{4} لتر.مول$^{-1}$. سم$^{-1}$ ، و دلالة ساندل 0.0065 مايكروغرام.سم$^{-2}$ ، وبلغت قيمة حد الكشف و حد التقدير 0.0082 و0.0274 مايكروغرام .مللتر$^{-1}$ على التوالي . تم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الكوبلت في نماذج مائية مختلفة .

الفصل الرابع :

تناول الفصل الرابع تطوير طريقة طيفية جديدة وحساسة لتقدير الكوبلت الثنائي في الوسط المائي . اعتمدت الطريقة المقترحة على مفاعلة ايون الكوبلت الثنائي مع قاعدة شف محضرة جديدة : [1- ((pyrimidin-2-ylimino) methyl)naphthalen-2-ol] (PYMN) في وسط قاعدي ضعيف من بيكاربونات الصوديوم عند pH=8.96 بوجود عامل الشد السطحي CPC لتكوين معقد برتقالي اللون له اعلى امتصاص عند الطول الموجي 466 نانوميتر . كانت حدود قانون بير للطريقة المقترحة للتراكيز

0.05– 0.60 مايكروغرام . مللتر$^{-1}$ من الكوبلت الثنائي بمعامل امتصاص 4.8×10^{4} لتر.مول$^{-1}$. سم$^{-1}$ و دلالة ساندل 0.00121 مايكروغرام.سم$^{-2}$ ، بلغت قيمة حد الكشف وحد التقدير 0.01005 و 0.03350 مايكروغرام . مللتر$^{-1}$ على التوالي . تم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الكوبلت في نماذج مائية مختلفة .

جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة الموصل/ كلية العلوم
قسم الكيمياء

تحضير وتشخيص قاعدتي شيف جديدتين واستخدامهما في التقدير الطيفي للكوبلت الثنائي في نماذج مائية مختلفة

زيدان موسى عباس عبدالله

رسالة ماجستير
الكيمياء / الكيمياء التحليلية

بإشراف
الأستاذ المساعد الدكتور سعد حساني سلطان الأستاذ الدكتور عمار حسين السبعاوي

1445هـ 2024م