جامعة الموصل

كلية العلوم

تطوير طرائق طيفية لتقدير 1-نفثيل أمين باستخدام تقنيتي الديازومتري والحقن الجرياني – التطبيق على ماء النهر

رسالة تقدمت بها

اسراء أسعد جرجيس الباجه جي

إلى

مجلس كلية العلوم في جامعة الموصل

وهي جزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير علوم

في

الكيمياء

بإشراف

الأستاذ الدكتور

سمير عبدالرحيم سعيد

ذي الحجة 1427هـ **كانون الاول**

2006م

الخلاصة

تشتمل الرسالة على خمسة فصول

الفصل الأول: يحتوي هذا الفصل على مقدمة عامة عن المواضيع أدناه:

1. 1–نفثيل أمين
2. الطرائق المستخدمة في تقدير 1–نفثيل أمين
3. الديازومتري
4. الحقن الجرياني
5. الهدف من البحث

الفصل الثاني: يشتمل هذا الفصل على طريقة طيفية لتقدير 1–نفثيل أمين في الوسط المائي تعتمد الطريقة على مفاعلة 1–نفثيل أمين مع زيادة من النتريت في وسط حامضي لتكوين ملح الدايزونيوم المقابل وبعد إزالة النتريت الزائد باستخدام حامض السلفاميك يتم اقتران ملح الدايزونيوم لـ 1–نفثيل أمين مع الكاشف 8–هيدروكسي كوينولين في وسط قاعدي ليعطي صبغة آزوية ذات لون برتقالي مستقرة لمدة 30 دقيقة وذائبة في الماء وتعطي أعلى امتصاص عند طول موجي 492.5 نانوميتر، وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز (2.5–125) مايكروغرام 1–نفثيل أمين في حجم نهائي 25 مللتر أي (0.1–5) جزء/مليون وكانت الامتصاصية المولارية للصبغة الناتجة 3.71×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، ودلالة ساندل للحساسية (0.0038) مايكروغرام.سم$^{-2}$، وتراوح الخطأ النسبي من (0.16–% إلى 0.65%)، وتراوح الانحراف القياسي من (0.37± إلى 0.98±%) اعتماداً على مستوى التركيز وتم تطبيق الطريقة المقترحة في تقدير 1–نفثيل أمين في ماء النهر.

الفصل الثالث: يشتمل هذا الفصل على طريقة طيفية لتقدير كميات مايكروغرامية من 1–نفثيل أمين في الوسط المائي وتعتمد الطريقة على اقتران 1–نفثيل أمين المؤزوت في وسط حامضي مع كاشف 1–نفثيل أمين (0.2%) لتكوين صبغة ذات لون برتقالي وذائبة في الوسط المائي ومستقرة وتعطي أعلى امتصاص عند طول موجي (481) نانوميتر، وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز (5–150) مايكروغرام في حجم نهائي 25 مللتر أي (0.2–6) جزء/مليون، وكانت الامتصاصية المولارية للصبغة الناتجة (1.44×10^4) لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، ودلالة ساندل للحساسية (0.0099) مايكروغرام.سم$^{-2}$، وتراوح الخطأ النسبي من (0.54% إلى 2.12%)، وتراوح

الانحراف القياسي النسبي من (1.12± إلى 5.08±%) اعتماداً على مستوى التركيز، وتم تطبيق الطريقة المقترحة في تقدير 1–نفثيل أمين في ماء النهر.

الفصل الرابع: يتضمن الفصل طريقة طيفية لتدقير الـ 1–نفثيل أمين في الوسط المائي بطريقة الأزوتة والاقتران تعتمد على مفاعلة 1–نفثيل أمين مع زيادة من النتريت في وسط حامضي لتكوين ملح الدايزونيوم المقابل وإزالة النتريت الزائد باستخدام حامض السلفاميك ثم يتم اقتران ملح الدايزونيوم مع كاشف الهستدين في وسك قاعدي ليعطي صبغة آزوية ذات لون أصفر مستقرة وذائبة في الماء وتعطي أعلى امتصاص عند طول موجي (432) نانوميتر، وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز (10–300) مايكروغرام في حجم نهائي 25 مللتر أي (0.4–12) جزء/مليون، والامتصاصية المولارية للصبغة الناتجة (1.91×10^4) لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، ودلالة ساندل للحساسية (0.00746) مايكروغرام.سم$^{-2}$، الخطأ النسبي يتراوح بين (0.58% إلى 3.39%)، والانحراف القياسي النسبي بين (0.009± إلى 0.031±%) اعتماداً على مستوى التركيز، وتم تطبيق الطريقة المقترحة في تقدير 1–نفثيل أمين في ماء النهر.

الفصل الخامس: يشتمل هذا الفصل على طريقة جديدة لتقدير 1–نفثيل أمين باستخدام تقنية الحقن الجرياني واستخدام كاشف بارا–نايرو أنيلين المؤزوت في وسط حامضي وكانت قيمة r (معامل الارتباط) = 0.9956 وعدد النماذج التي يمكن قياسها تبلغ 30 نموذجاً في الساعة.

University of Mosul
College of Science

DEVELOPMENT OF NEW SPECTROPHOTOMETRIC METHODS FOR DETERMINATION OF 1-NAPHTHYL AMINE VIA (USING) DIAZOMETRY AND FLOW INJECTION TECHNIQUES – APPLICATION TO RIVER WATER

A Thesis Submitted

By

ISRAA ASS'AD JARJEES AL-PATUACHI

To

The Council of the College of Science

University of Mosul

As a Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of

Master of Science

In

Chemistry

Supervised by

Prof. Dr. SAMEER A. RAHIM SA'EED

2006 A.C. **1427 A.H.**

Summary

This thesis consist of five chapters:

Chapter one: This chapter contains a general introduction about the subject below:

1-Naphthyl amine.

Methods of determination of 1-naphthyl amine.

Diazometry.

Flow Injection Analysis.

Aim of Research

Chapter two: deals with spectrophotometric method for the determination of 10naphthyl amine (1-NPA) in aqueous solution. The method is based on the reaction of 1-NPA with excess of nitrite, in an acidic medium to produce the corresponding diazonium salt. After the removal of residual nitrite with sulphamic acidm the diazonium salt is coupled with 8-hydroxy quinoline reagent in basic medium to produce, an intense orange coloured, water-soluble and stable azo-dye which exhibits maximum absorption at 492.5nm. Beer's law is obeyed over range from (2.5-125)μg of 1-NPA in final volume of 25ml i.e., (0.1-5)ppm with a molar absorptivity of 3.71×10^{4}l.mol^{-1}.cm^{-1} and Sandell sensitivity index of 0.0038μg.cm^{-2}, a relative error of (-0.16) to (-0.62%) and relative standard deviation of ($\pm$0.37) to ($\pm$0.98%) depending on the concentration level. The method has been applied to the determination of 1-NPA in the river water.

Chapter three: This chapter is devoted to the development of spectrophotometric method suitable for the trace determination of 1-naphthyl amine. The method is based on the conversion of 1-naphthyl amine to the corresponding diazonium salt and subsequent coupling diazonium salt amd subsequent coupling with 1-naphthyl amine (0.2%) reagent in basic medium to form an orange azo dye which is stable and water-soluble and shows maximum absorption at 481nm. Beer's law is obeyed between (5-150)µg/25ml, i.e., (0.2-6)ppm with a molar absorptivity of (1.44×10^{4}) $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and Sandell sensitivity index of $(0.0099)\mu g.cm^{-2}$, a relative error of (0.54) to (2.12%) and relative standard deviation of ($\pm$1.12) to ($\pm$5.08%) depending on the concentration level. The method has been applied to the determination of 1-naphthyl amine in the river water.

Chapter four: This chapter deals with spectrophotometric method for the determination of 1-naphthyl amine in aqueous solution. The method is based on the reaction of 1-naphthyl amine with excess of nitrite, in an acidic medium to produce the corresponding diazonium salt. After the removal of rwsidual nitrite with sulphamic acid, the diazonium salt is coupled with histidine reagent (0.2%) in basic medium to produce, an intense yellow coloured, water-soluble and stable azo-dye which exhibits maximum absorption at (432)nm. Beer's law is obeyed over range from (10-300)µg/25ml, i.e., (0.4-12)ppm with a molar absorptivity of (1.91×10^{4}) $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and Sandell sensitivity index of $(0.00746)\mu g.cm^{-2}$, a relative error of (0.58) to (3.39%) and relative standard deviation of ($\pm$0.009) to ($\pm$0.031%) depending on the concentration level. The method has been applied to the determination of 1-naphthyl amine in the river water.

Chapter five: This chapter consist of anew method for determination of 1-naphthyl amine by using flow injection technique and diazotised para-nitro aniline reagent, the correlation coefficient value is (0.9956) and the number of the samples that can be determined by this method is (30) sample in an hour.