جامعة الموصل
كلية العلوم

التقدير المطيافي للهيدرازين

رسالة تقدمـت بهـا

صهباء يونس مجيد الطائي

إلـى

مجلس كلية العلوم في جامعة الموصل كجزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير
في الكيمياء /الكيمياء التحليلية

بإشراف الأستاذ الدكتور

وعد الله عبد العزيز بشير سليمان المختار

1438 هـ **2017م**

الخلاصـــــة

تشمل الرسالة على ثلاثة فصول:

الفصل الاول : يتضمن مقدمة عامة للتعرف على الهيدرازين ، تحضيره وتفاعله واهميته واستخداماته واثاره الجانبية ، فضلا عن بعض الصفات الفيزياوية والكيمياوية، كما تضمن عرضا للطرائق المختلفة المستخدمة في تقدير الهيدرازين ، ثم الهدف من اجراء البحث الحالي.

الفصل الثاني: يتضمن تطوير طريقة طيفية بسيطة وحساسة لإمكانية تقدير الهيدرازين في نماذج مائية مختلفة اعتمدت على اختزال ايون الحديد الثلاثي بوساطة الهيدرازين الى ايون الحديد الثنائي والذي بدوره يتفاعل مع الكاشف (فيري سيانيد البوتاسيوم عند pH=4.29) وبوجود Triton-X-100 لتكوين معقد ازرق (زرقاء بروسيا) مستقر وذائب ويعطي اعلى امتصاص عند الطول الموجي 730 نانوميتر وكانت حدود قانون بير في مدى يتراوح 25–550 مايكروغرام (1–22 مايكروغرام.مل$^{-1}$) من الهيدرازين في حجم نهائي قدره 25 مل وكانت الامتصاصية المولارية 1.9×10^{3} لتر مول$^{-1}$.سم$^{-1}$. ودلالة ساندل 0.0684 مايكروغرام/سم^{2}، وحد الكشف 0.350 مايكروغرام/ مل، اما حد التقدير فكان 1.18 مايكروغرام /مل ومعدل الانحراف القياسي النسبي 0.2%$\pm$ اعتماداً على مستوى التركيز. وقد طبقت الطريقة في نماذج مائية مثل(ماء البحر و ماء النهر وماء الحنفية)، الا ان النتائج كانت غير مرضية.

الفصل الثالث : يتضمن تطوير طريقة طيفية سريعة وحساسة لتقدير كميات من الهيدرازين، اعتمدت على اختزال ايون الحديد الثلاثي بوساطة الهيدرازين الى ايون الحديد الثنائي والذي بدوره يتفاعل مع الكاشف(2،2' – ثنائي البريديل) في وسط مائي ذي دالة حامضية 2.9 وباستخدام خلات الصوديوم كمحلول الكتروليتي وفي درجة حرارة 60 °م ولمدة 30 دقيقة لتكوين معقد وردي محمر اللون مستقر وذائب بالماء ويعطي اعلى امتصاص عند الطول الموجي523 نانوميتر، وكانت حدود قانون بير بين مدى التراكيز 50–800 مايكروغرام من

الهيدرازين في حجم نهائي قدره 25 مل وكانت الامتصاصية المولارية 5.6×10^{3} لتر. مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل 0.02 مايكروغرام/سم^{2}، ومعدل الانحراف القياسي النسبي 1.25%$\pm$ اعتماداً على مستوى التركيز. وقد طبقت الطريقة بنجاح في تقدير الهيدرازين في نماذج مائية مثل(ماء البحر وماء النهر وماء الحنفية).

University of Mosul
College of Science

Spectrophotometric Assay of Hydrazine

A thesis submitted
by

Sahbaa Younis Majeed Al-Taee

To

Council of Science College / Mosul University
As a partial fulfillment for degree of MSc.
in Chemistry Science/Analytical Chemistry

Supervised by
Prof.Dr. Wadala A.Bashir Sulaiman AL-Mukhtar

2017*A.D* **1438*A.H***

Abstract

This thesis consists of three chapters:

The first chapter comprises the general definitions of hydrazine, the use of hydrazine, and some physical and chemical properties of hydrazine, also, involving the methods which are used for determination of hydrazine.

The second chapter involves a new simple and sensitive spectrophotometric method for the determination of hydrazine in different samples.

The method depends on the reduction of ferric ions by hydrazine to ferrous ions, and finally the later reacts with reagent (potassium ferricyanide) at room temperature in aqueous solution to form a stable blue complex that gives absorption maxima at 730 nm. Beer's law is obeyed in the concentration range of 25-550 µg of hydrazine per 25 ml (i.e : 1-22 ppm) , with a corresponding molar absorptivity of 1.95×10^3 l. $mol^{-1}.cm^{-1}$, Sandell's sensitivity index of 0.0667 $\mu g.cm^{-2}$, limit of quantitation of 1.18 µg/ml, limit of detection 0.356 µg/ml, and finally average relative standard deration of $\pm$0.2%,depending on the concentration level, this method had been tried to determination of hydrazine in different samples water samples(sea water, river water and tap water) .

The third chapter involves the development of a fast and sensitive spectrometric method for the determination of trace of hydrazine the method depends on the reduction of ferric ions by hydrazing to ferrous ions, and finally the later reacts with the reagent (2,2'-bipyridyl) at 60°C to form a stable red-pink complex, this complex is soluble in water and gave absorption maxima at 523 nm. Beer's law was agreed with range (50-800) µg of hydrazine per 25 ml (i.e: 2-32 ppm), with a corresponding molar absorptivity of 5.6×10^3 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$, Sandell's sensitivity index of 0.02 $\mu g.cm^{-2}$ limit of quantitation of 0.3 µg/ml, limit of defection 0.1 µg/ml , and finally average relative standard deviation of $\pm$1.25%, depend on the concentration level. This method had been applied successfully to determination of hydrazine amount in different samples water (tap water, river water and sea water).