

## АССОЦИАТЫ БРОМИНДАТА С АЗОЗАМЕЩЕННЫМИ ЭТОКСИАКРИДИНА И ПРИМЕНЕНИЕ ИХ В ФОТОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ

Н.И.Исмаилов

*Институт химических проблем Национальной АН Азербайджана*

*Спектрофотометрическим методом исследованы ассоциаты броминдата с азозамещенными этоксиакридина. Установлено, что ассоциаты хорошо экстрагируются смесью дихлорэтан – ацетон (4:1). Определены состав, физико-химические и аналитические свойства ассоциатов. Разработаны экстракционно-фотометрические методики определения индия.*

Для экстракционно–фотометрического определения индия предложены основные красители различного класса [1-4]. Среди этих красителей широко используется родамин С, окрашенный ассоциат которого экстрагируется бензолом [1]. Добавление к инертному растворителю донорно-активного (смесь бензола с ацетоном, 5:1) увеличивает коэффициент распределения индия, однако при этом экстракция самого красителя также увеличивается. Определению индия родамином С мешают: Мо (VI),

W (VI), Те (III), Те (IV). Другие основные красители не находят широкого применения при определении индия [2-4].

В данной работе приводятся результаты исследования взаимодействия броминдата с азозоксиакридинами 9-амино-4-этоксиакридин-6-азо-N=N'-диметиламина (АЭАДМА), 9-амино-4-этоксиакридин-6-азо-N=N'-диэтиланилина (АЭАДЭА) и выясняются возможности использования их как реагентов для экстракционно-фотометрического определения индия

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

**Реагенты и аппаратура.** 9.27 10 М раствор сульфата индия готовили из спектрально чистого (99.999%) металлического индия растворением его при медленном нагревании в серной кислоте. Раствор стандартизовали гравиметрически [5]. Рабочий раствор, содержащий 22.0 мкг/мл индия, получали разбавлением исходного. Использовали 0.1 М раствор КВr, 9 М серную кислоту и 0.1 %-ные этанольные растворы красителей.

Спектрофотометрические исследования экстрактов проводили на спектрофотометре СФ-46. При разработке аналитических прописей оптическую плотность

окрашенных экстрактов измеряли на фотоэлектроколориметре КФК-2.

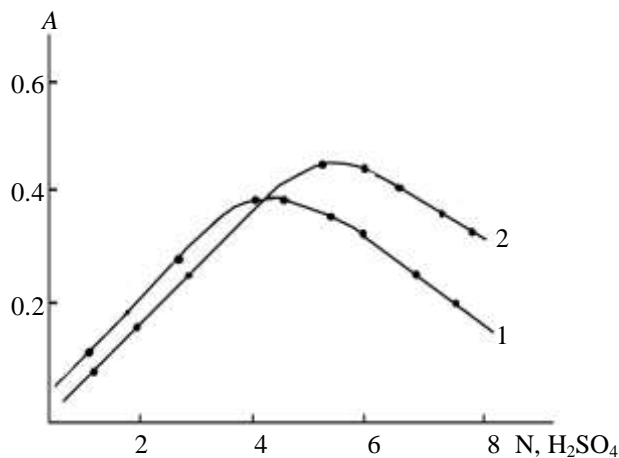
**Методика работы.** В ряд пробирок с притертыми пробками помещали различные количества индия, создавали необходимую кислотность серной кислотой, добавляли 0.4 мл раствора КВr, 0.5 мл 0.1%-ного раствора красителей, объем смеси доводили водой до 5 мл. Смесь слегка взбалтывали, добавляли к ней 5 мл органического растворителя (дихлорэтан-ацетон 4:1) и встряхивали в течение минуты. Затем, отделив органическую фазу от водной, измеряли оптическую плотность экстрактов по отношению к контрольному раствору на КФК-2.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Влияние кислотности среды на образование и экстракцию ассоциатов приведено на рисунке. Как видно, образование и экстракция ассоциата броминдата с АЭАДМА и АЭАДЭА наблюдается при 1-8 М  $H_2SO_4$  (оптимальное условие 5.0 по

$H_2SO_4$ ). Сняты спектры поглощения экстрактов хлориндатов с азозамещенными этоксиакридина и азореагентов. Максимумы светопоглощения экстрактов реагентов

незначительны, и они совпадают с максимумами поглощения экстрактов ассоциатов, что свидетельствует об образовании соединения типа ионных ассоциатов.



Влияние кислотности среды на образование и экстракцию ассоциатов бромидата: 1 – АЭАДМА, 2 – АЭАДЭА ( $C_{in}=4.64 \cdot 10^{-5}$  М,  $C_{АЭАДМА}=4.75 \cdot 10^{-4}$  М,  $C_{АЭАДЭА}=4.46 \cdot 10^{-4}$  М, КФК-2,  $l=0.5$  см).

Ассоциаты бромидата азотоксиакридина экстрагируются различными ор

ганическими растворителями. Наилучшим экстрагентом оказалась смесь (4:1) дихлорэтана с ацетоном. Молярное соотношение компонентов в составе ассоциатов определено методами прямой линии и стехиометрических коэффициентов Старика и Барбанеля. При определении соотношения компонентов методом прямой линии строили график зависимости  $1/V^n - 1/MA$  (при заданном значении  $InBr_4^- \cdot R^+$ ). Зависимость  $1/V^n - 1/MA$  прямолинейна только при  $n=1$ , т.е. соотношении  $InBr_4:R=1:1$ , где R-катион азозамещенных этоксиридина. Истинные величины молярных коэффициентов поглощения ассоциатов находили расчетными методами Комаря, Соммера и графическими методами Толмачова и Франка-Освальда [6].

$\beta_{кд}$  – определяли по уравнению (методом Соммера)

$$\beta_{кд} = \frac{C_k}{(C_{in} - C_k)(C_R - C_k)}$$

Найденные значения молярных коэффициентов поглощения и двухфазных констант устойчивости комплексов приведены в таблице.

Химико-аналитические характеристики ассоциатов бромидата с азозамещенными этоксиакридина

Ассоциат	Мах ассоциата, нм	Оптимальная кислотность среды, N	$E_k \cdot 10^{-4}$	$lg\beta_{кд} \cdot 10^{-6}$	D	R, %
$InBr_4$ АЭАДАМА	520	4.0	5.10	5.7	140.0	98.4
$InBr_4$ АЭАДЭА	520	5.0	6.75	6.0	111.8	99.1

На основании проведенных исследований разработаны методики экстракционно-фотометрического определения индия с помощью АЭАДМА и АЭАДЭА.

В интервале 0.5-22.0 мкг в 5 мл среды соблюдается закон Бугера-Ламберта-Бера. Изучение влияния посторонних ионов на точность определения индия АЭАДМА и АЭАДЭА показало, что ряд ионов не мешает определению (в скобках указаны крат

ные отношения ионов к индию);  $Fe^{II}$  (6000),  $Sb^{III}$  (3300),  $Zn$  (5000),  $Ta^V$  (3500),  $Nb^V$  (4000),  $Co^{III}$  (6500),  $Ni^{II}$  (6000),  $P3Э$  (1500),  $Cd$  (1500),  $Pb^{II}$  (100),  $Cu^{I, II}$  (2500),  $Al^{3+}$  (5000),  $SCN^-$  (8000),  $CH_3COO$  (3000),  $SO_4^{2-}$  (6000),  $C_2O_4^{2-}$  (2000), цитрат-ион (4000), тартрат-ион (3500), ЭДТА (3200). Определению мешают:  $Fe^{III}$  (1),  $Tl^{III}$  (1),  $Sb^V$  (10),  $Bi^{III}$  (10),  $Te^V$  (1),  $Au^{III}$  (1), тиомочевина (4).

## ЛИТЕРАТУРА

1. Полуэктов Н.С., Кононенко Л.И., Лауэр Р.С. // Журн. аналит. химии. 1958. т.13. вып. 4. С.396.
2. Полуэктов Н.С., Киселева Н.К. // Журн.аналит.химии.1958. Т .13. вып .5. С.555.
3. Левин И.С., Азаренко Т.Т. // Заводская лаборатория. 1962. Т.28. вып.11.С.1313.
4. Весене Т.Б. // Заводская лаборатория.1969. Т.35.вып.1.С.32.
5. Бусев А.И. Аналитическая химия индия М.:АН СССР.1958. 243 с.
6. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа .Л.: Химия. 1976.376 с.

***BROMİDATIN ETOKSİAKRİDİNİN AZOTÖRƏMƏLƏİ İLƏ ASSOSİATLARI  
FOTOMETRİK ANALİZDƏ***

***N.İ.İsmaylov***

*Spektorofotometrik üsulla indiumun bromid asidokomplekslərinin etoksiakridinin azotörəmələri ilə ion assosiatları tədqiq edilmişdir. Assosiatlar 1.0-8.0 M sulfat turşusu şəraitində əmələ gəlir, dixloretan-aseton (4:1) qarışığı ilə yüksək ekstraksiya olunur. Komplekslərin tərkibi, fiziki-kimyəvi və analitik xassələri təyin edilmişdir. İndiumun yeni ekstraksiyalı-fotometrik təyin üsulları işlənmişdir.*

***ASSOCIATES OF BROMİDATES WITH AZO DERİVATİVES OF  
ETOKSİAKİRİDİNE İN PHOTOMETRIC ANALYSIS***

***N.I.Ismailov***

*The associates of bromide complex of indium (III) with azoderivatives of Etoksiakridine have been investigated. It revealed that chloride complex of indium at 1.0-8.0 M  $H_2SO_4$  with azoetaksiridines forms the associates, which by mixture of dichloretan and acetone (1:1) are fully extracted. The compound, physical-chemical and analitical properties of the complex have been defined. The extraction-photometric methods to determine indium content have been worked out.*