

UOT 541.49:542.61:543.420.62:546.73

KOBALTIN (II) 4,7-DİFENİL-1,10 FENANTROLİN VƏ ALİZARİN SARISI R İLƏ EKSTRAKSİYALI-FOTOMETRİK TƏYİNİ**N.X.Rüstəmov, N.M.Mustafayev, G.Q.Abbasova**

*Azərbaycan Milli EA-nın M.F.Nağıyev adına Kimya problemləri institutu
AZ 1143 Bakı, H.Cavid pr.,29; e-mail: itpcht@lan.ab.az*

Spektrofotometrik üsulla kobaltın(II) aromatik diaminlərdən 4,7-difenil-1,10-fenantrolin və xromogen üzvi reagentlərdən alizarin sarısı R ilə müxtəlifliqandlı kompleksi tədqiq edilmişdir. Kompleksin əmələgəlmə və ekstraksiya şəraiti, tərkibi, fiziki-kimyəvi, analitik xassələri tapılmışdır. Kobaltın təyininin ekstraksiyalı-fotometrik metodikası işlənilmiş və onun təyininə kənar ionların təsiri öyrənilmişdir.

Açar sözlər: kobalt, ekstraksiyalı-fotometrik metodu, aromatik diaminlər, alizarin sarısı R

Bir çox üzvi analitik reagentlərdən istifadə etməklə kobaltın fotometrik təyini metodikaları işlənilmişdir. Bu metodikalardan biri də Co (II)-nin α -nitrozo- β -naftol-3,6-disulfo natrium duzu ilə təyini [1] üsuludur ki, bu üsul öz seçiciliyi ilə fərqlənir. Reaksiya məhsulu və reagent intensiv rəngə malikdir. Bu səbəbdən ya etalon məhlulla nəticələri müqaisə etmək, ya da paralel kor təcrübə aparmaq lazım gəlir.

Co(II) pH 8-9 -da amoniyakla kompleks əmələ gətirir və NH_4^+ ionunun olması optik sıxlığın qiymətinə təsir göstərir. Digər tərəfdən isə kobaltın təyininə Cu(II), Ag(I), Ni(II), Cr(III) ionları mane olurlar. Metalların hidooksidlərinin çökməsinin və Cu(II)-nin amonyakla kompleks əmələ gətirməsinin qarşısının almaq üçün limon turşusunun natrium duzundan istifadə edilir. Qeyd etmək lazımdır ki, limon turşusu iştirak etdikdə belə dəmir və başqa metal ionlarının çox miqdarı da Co(II)-nin təyininə mane olur.

Kobaltın rodanidlə klassik təyini üsulu mövcuddur. Lakin rodanidlə kompleks əmələ

gətirən metal ionları kobalt(II)-nin təyininə mane olur [2].

Təbii və sənaye nümunələrində kobaltın miqdarına effektiv analitik nəzarət aparmaq üçün onun təyininin yeni metodikaların işlənilib hazırlanmasına hələ də ehtiyac duyulur.

Son illər aparılan tədqiqatlar göstərir ki, kobaltın aromatik diaminlər və xromogen üzvi reagentlərlə əmələ gətirdiyi müxtəlifliqandlı komplekslər (MLK) intensiv rəngə malikdir və onun fotometrik təyində müvəffəqiyyətlə istifadə oluna bilər [3].

Co(II)-in heterotciklik ikinüvəli aromatik diaminlərdən (Am): 4,7-difenil-1,10-fenantrolin-batofenantrolin (BFEN) və salisil turşusunun azotəmələlərindən - p-nitrobenzol-azosalisil turşusu (-4-nitrobenzol-1-azo-1'-(3'-karboksi-4'-hidroksibenzol) - alizarin sarısı R (AIR) ilə müxtəlifliqandlı kompleksi tədqiq edilmiş və onun əsasında kobaltın təyininin yeni sadə, ekspress və həssas ekstraksiyalı-fotometrik üsulu işlənilmişdir.

TƏCRÜBİ HİSSƏ

Məhlul və reagentlər. $1.5 \cdot 10^{-2}$ M standart kobalt məhlulu KO markalı metalı 1:4 nisbətində durulaşdırılmış H_2SO_4 -da həll etməklə hazırlanmışdır[4]. 10 mkq/ml işçi məhlulu ilkin məhlulu distillə suyu ilə durulaşdırmaqla alınmışdır.

"Soyuzreaktiv"-in sifarişi ilə Lvov Universitetində sintez olunmuş 4,7- difenil-1,10-fenantrolinin $6.0 \cdot 10^{-3}$ M etanol məhlulundan istifadə edilmişdir.

Alizarin sarısı R-in $5 \cdot 10^{-3}$ M məhlulu pH-1 əvvəlcədən 12-ə çatdırılmış suda həll etməklə hazırlanmışdır.

Lazımı pH-ı yaratmaq üçün 0.1 M CH_3COOH və NaOH, yaxud universal və ya borat bufer məhlullarından istifadə edilmişdir.

Cihazlar. Rəngli ekstraktların optiki sıxlığı SF-46 spektrofotometri və ya KFK-2 fotoelektrokolorimetrində, $l=0.5-1.0$ sm qalınlıqlı küvetdə ölçülmüşdür. Tədqiq olunan

məhlulların pH-ına GV-74 universal ionomeri ilə nəzarət edilmişdir.

Eksperimentin metodikası. Kip qapaqlı sınaq şüşəsində və ya ayrıcı qıfda müəyyən miqdar Co(II) məhlulu üzərinə müvafiq həcmdə BFEN və AIR məhlulları əlavə edilərək ümumi həcm lazımı pH-a malik bufer məhlulu ilə 10 ml-ə çatdırılır. Qarışıq üzərinə 5 ml üzvi həlledici

əlavə edilərək 1 dəqiqə çalxalanır. Fazalar ayrıldıqda rəngli ekstrakt küvetə keçirilir və suya nəzərən optiki sıxlığı ölçülür. Analoji olaraq kobaltsız təcrübə aparılır və reagent ekstraktının optiki sıxlığı da həmçinin suya nəzərən spektrofotometrda və ya fotokolorimetrda ölçülür.

NƏTİCƏLƏRİN MÜZAKİRƏSİ

Kompleksin əmələgəlmə və ekstraksiya şəraiti. Tədqiqatlar göstərir ki, Co(II)-ın BFEN və AIR ilə üzvi həlledicilərlə yaxşı ekstraksiya olunan MLK əmələ gətirir. pH-ın müxtəlif qiymətlərində əmələ gəlib ekstraksiya olunan kompleks və reagentin xloroform ekstraktının udma spektri çəkilmişdir. Məlum olmuşdur ki, Co(II)-ın BFEN və AIR-lə pH-ın 5.0÷12.0 qiymətlərində bir tərkibdə kompleks əmələ gətirirlər. Kompleksin maksimal əmələgəlməsi və ekstraksiyası pH-ın 8.3-9.5 qiymətində müşahidə olunmuşdur.

Komplekslərin maksimum işıqudması 480 nm, xromogen reagentin maksimal işıqudması isə 390 nm dalğa uzunluğunda müşahidə olunur.

Kompleksin əmələgəlmə və ekstraksiyasına Am və AIR-in qatılıqlarının təsiri öyrənilmişdir. Co(II)-ın diaminat kompleksinin maksimal əmələgəlməsi üçün Am-ın optimal qatılığı $4 \cdot 10^{-4} M$, diaminat kompleksinin müxtəlifliqandlı kompleksə maksimal keçməsi və onun ekstraksiyası üçün AIR-in optimal qatılığı isə $5 \cdot 10^{-4} M$ olmuşdur. Am və AIR-in artıq miqdarı kompleksin əmələgəlmə və ekstraksiyasına təsir etmir. Kompleksin əmələgəlmə şəraitində xromogen reagentin karboksil qrupu ionlaşmış olur və yüklü vəziyyətdə, əsasən, ekstraksiya olunmur.

Co(II)-ın Am və AIR ilə MLK-i müxtəlif üzvi həlledicilərlə və onların qarışığı ilə yaxşı ekstraksiya olunur. Onların içərisində xloroform:butanol qarışığı (1:1) daha yaxşı hesab olunur. Su fazasının optimal həcmi 10-20 ml, üzvi fazanın optimal həcmi isə 5 ml olduğu müəyyən edilmişdir.

Co-Am-AIR kompleksi kobaltın üzərinə reagentlər əlavə edilib, çalxalandığı anda ani olaraq əmələ gəlir, ekstraksiya zamanı 1 dəqiqə çalxalandıqda üzvi faza ilə su fazası arasında tarazlıq yaranır. Reagentlərin əlavə olunma ardıcılığı kompleksin əmələgəlmə və ekstraksiyasına təsir etmir. Kompleksin rəng

intensivliyi vaxtdan asılı olaraq dəyişmir və gün ərzində sabit qalır.

Komplekslərin tərkibi: MLK-də kobaltın BFEN və AIR ilə birləşdiyi molyar nisbətlər müəyyən edilmişdir. Bu məqsədlə rəngli birləşmələri məhlulda öyrənməyə imkan verən spektrofotometrik metodlardan: tarazlığın yerdəyişməsi, düzxətt və xətlərin kəsişməsi metodlarından [5] istifadə edilmişdir. Hər üç metodla müəyyən edilmişdir ki, Co(II)-ın BFEN və AIR kompleksində komponentlərin molyar nisbəti Co:BFEN:AIR = 1:2:1 kimidir.

Qrafiki üsulla, Co:BFEN:AIR kompleksinin əmələgəlməsi zamanı hər molekul AIR-dən iki hidrogen ionu əvəz olunduğu müəyyən edilmişdir [6].

Müəyyən edilmişdir ki, kobalt BFEN və AIR-lə $[Co(BFEN)_2(AIR)]$ tərkibdə xarici sferalı müxtəlifliqandlı kompleks əmələ gətirir.

Kompleksin fiziki-kimyəvi xassələri. Komar metodu ilə kompleksin molyar işıqudma əmsalı [7] $\epsilon = (4.4 \pm 0.24) \cdot 10^4$ olduğu müəyyən edilmişdir. Kompleksin ikifazlı davamlılıq sabiti [8] $\beta_k = (5.99 \pm 0.26) \cdot 10^{16}$, birdəfəlik ekstraksiya faizi $E = 95\%$, paylanma əmsalı isə $D = 32.2$ olduğu tapılmışdır.

Kompleksin analitik tətbiqi. Kobaltın təyininin ekstraksiyalı-fotometrik üsulu işlənmişdir. Bu məqsədlə optimal şəraitdə Co(II)-ın ekstraksiyalı fotometrik təyininin dərəcəli qrafiki qurulmuşdur. Müəyyən olunmuşdur ki, kobaltın 0.25-8.0 mkq/ml qatılıq intervalında Ber qanununa tabeçilik gözlənilir.

Kobalt(II)-nin ekstraksiyalı-fotometrik təyininə kənar ionların təsiri öyrənilmişdir. Təyinatə qələvi, qələvi-torpaq metal ionları və Hg(II), Al(III), Ti(IV), Zr(IV), V(V), Cr(III), Mo(VI), Pb(II), As(V), Mg(II), Bi(III), İn(III), Ge(IV) ionları mane olmur; Mn(II), Ni(II), Zn(II), Cu(II), Fe(III), Ag⁺ ionları isə mane olur.

ӘДӘБИYYAT

1. Умланд Ф., Янсен А., Тириг Д. и др. Комплексные соединения в аналитической химии. М.: Мир. 1975. С.178.
2. Chikhalikar S., Pafel K.S. Extractive spectrophotometric determination of Co(II). // Chem. Anal., 1998. 43. № 2. С.209-214.
3. Рустамов Н.Х. Разнолигандные комплексы d-элементов с N-, P-, O-содержащими лигандами и их аналитические применения. Автореф. дисс. на соиск. учен. степени д.х.н., Ташкент. 1989. С.37.
4. Сплавы никелевые и медно-никелевые. Москва. 1975. С.53.
5. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотокolorиметрическим и спектрофотометрическим методам анализа. Л.: Химия. 1986. 432 с.
6. Конькова О.В. Спектрофотометрическое изучение соединений скандия с ксиленоловым оранжевым. // Ж. аналит химии. 1964. 14. в. 1. С.73.
7. Комарь Н.П. //Уч.запис.Харьков. ун-та. 1951. № 8. С.44.
8. Улахович Н.А., Постнова И.В., Будников Г.К. Экстракционно-спектро-фотометрическое изучение разнолигандных комплексов никеля(II) с этилксантогенатом и азотсодержащими органическими лигандами. //Журн. аналит. химии. 1985. т.40. №.3. С.484.

**ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
КОБАЛЬТА 4,7-ДИФЕНИЛ-1,10-ФЕНАНТРОЛИНОМ И
АЛИЗАРИНОВЫМ ЖЕЛТЫМ R**

Н.Х.Рустамов, Н.М.Мустафаев, Г.Г.Аббасова

Спектрофотометрическим методом исследован разнолигандный комплекс кобальта с 4,7-дифенил-1,10-фенантролином и ализариновым желтым R. Установлены условия образования и экстракции, состав, физико-химические и аналитические свойства комплекса. Разработана методика экстракционно-фотометрического определения кобальта.

Ключевые слова: кобальт, экстракционно-фотометрический метод, ароматические амины, ализариновый желтый R

**EXTRACTION-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF KOBALT
4,7-DIPHENIL- 1,10-PHENANTROLINE AND ALIZARIN YELLOW R**

N.Kh.Rustamov, N.M.Mustafayev, G.G.Abbasova

The heteroligand complex of kobalt with 4,7-diphenil-1,10-phenantroline and alizarin yellow R have been investigated by spectrophotometric methods. Conditions of formation and extraction, physical-chemical and analytical characteristics of this complex have been identified. The extraction-photometric methods of kobalt determination worked out.

Keywords: kobalt, extraction-photometric metods, aromatic amines, alizarin yellow R

Redaksiyaya daxil olub 16.08.2011