

УДК543:420.62, 546:24.542:61

ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИНДИЯ В ВИДЕ АССОЦИАТОВ ГАЛОГЕНИНДАТОВ С 9-АМИНО-4 ЭТОКСИАКРИДИН-6-АЗО-N=N¹-β-НАФТОЛОМ (АЭАН)

Н.И.Исмаилов, Н.Х.Рустамов, М.И.Гамбарова

*Институт химических проблем им. М.Ф.Нагиева Национальной АН Азербайджана
AZ 1143 Баку, пр.Г.Джавида, 29; e-mail: kiman-i@box.az*

Спектрофотометрическим методом исследованы ассоциаты галогениндатов (Cl, Br) с 9-амино-4-этоксиякридин-6-азо-N=N-β-нафтолом. Установлено, что ассоциаты хорошо экстрагируются смесью дихлорэтан – ацетон (4:1). Определены состав, физико-химические и аналитические свойства ассоциатов. Разработан экстракционно-фотометрический метод определения индия.

Ключевые слова: 9-амино-4-этоксиякридин-6-азо-N=N-β-нафтол, экстракционно-фотометрическое определение индия, галогениндат.

Для экстракционно-фотометрического определения индия предложены основные красители различного класса. Однако эти реагенты не отличаются достаточной избирательностью, хотя обладают низким пределом определения. Азозамещенные этоксиякридина устойчивы к действию кислот и с галогениндатом образуют ассоциаты, извлекающиеся из более кислых сред, увеличивая избирательность, воспроизводимость и чувствительность. В данной работе приводятся результаты изучения взаимодействия галогениндатов с 9-амино-4-этоксиякридин-6-азо-N=N-β-нафтолом (АЭАН) и разработана методика определения индия указанным реагентом [1–4].

Реагенты и аппаратура. $9.27 \cdot 10^{-3}$ М раствор сульфата индия готовили из спектрально чистого (99.999%) металлического индия растворением при медленном нагревании в серной кислоте. Раствор стандартизовали гравиметрически, рабочий раствор, содержащий 22.00 мкг/мл индия, получали

разбавлением исходного; использовали растворы 1.0 М LiCl, 0.1 М KBr, 9.0 М серной кислоты и 0.1%-ный этанольный раствор АЭАН.

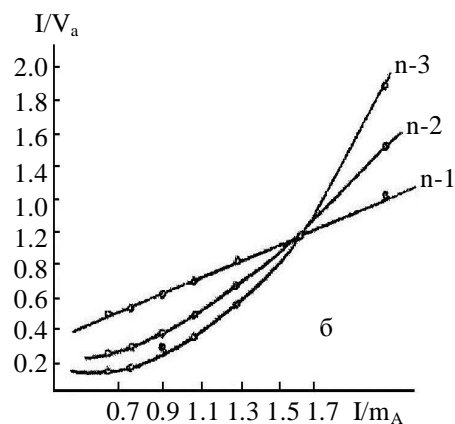
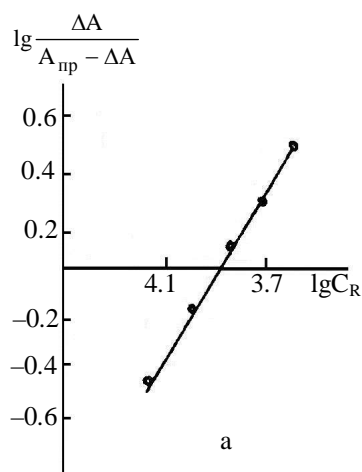
Спектрофотометрическое исследование экстрактов проводили на спектрофотометре СФ-46. При разработке аналитических прописей светопоглощение окрашенных экстрактов измеряли на фотоэлектрониметре КФК-2. Величину рН-растворов контролировали при помощи иономера ЭВ-74.

Методика работы. В ряд пробирок с притертыми пробками помещали различные количества раствора индия, создавали необходимую кислотность серной кислотой, добавляли 0.5 мл раствора LiCl (0.4 мл KBr), 0.5 мл раствора АЭАН. Смесь слегка взбалтывали, добавляли 5 мл экстрагента и встряхивали в течение 1 минуты. Затем, отделив органическую фазу от водной, измеряли светопоглощение экстрактов по отношению к контрольному раствору.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Исследованы образование и экстракция ассоциатов галогениндата с АЭАН. Максимумы светопоглощения ассоциата хлориндата с АЭАН наблюдаются при 520 нм, а броминдата - при 530 нм. Светопоглощения экстрактов ассоциатов совпадают с максимумами поглощения АЭАН, что указывает на электростатический характер взаимодействия и образования комплексов. Оптимальная кислотность при образовании и экстракции комплексов находится в интервале 3.0-8.0 N по H_2SO_4 . В этих условиях реагент извлекается незначительно. В качестве экстрагентов опробованы органические растворители различных классов:

углеводороды, простые и сложные эфиры, кетоны, галогенпроизводные углеводородов. Оказалось, что углеводороды (гексан, ксилол, бензол) не извлекают ассоциаты, простые соли красителей; спирты и галогенпроизводные углеводородов незначительно извлекают ассоциаты, а кетоны экстрагируют как ассоциаты, так и сами красители. Поэтому в качестве экстрагентов изучены органические растворители, взятые в различных сочетаниях. Наилучшим экстрагентом оказалась смесь дихлорэтана с ацетоном (4:1). Оптимальный объем водной и органической фазы установлен равным 5 мл.



Определение соотношения компонентов: в ассоциате хлориндата по методу сдвига равновесия (а); в ассоциате броминдата по методу прямой линии (б).

$$(C_{in}=4.64 \cdot 10^{-5} M, \lambda_{AЭАН}^{max}=520 \text{ нм}; \lambda_{AЭАН}^{max}=530 \text{ нм}, l=1.0 \text{ см}, СФ-46).$$

Молярные соотношения компонентов в экстрагируемых соединениях изучены методами изомолярных серий, сдвига равновесия и прямой линии [5]. Найдено, что галогениндаты ассоциируются с АЭАН в соотношении 1:1 (рисунок). Истинные

значения молярных коэффициентов поглощения и двухфазные константы устойчивости ассоциатов найдены методами Комаря, Соммера и насыщения (таблица). Определены также коэффициент распреде-

ления и степень извлечения индия (таблица).

Физико-химические и аналитические характеристики галогениндатов с АЭАН

Ассоциаты	Кислотность среды, N (оптимальная)	λ_{\max} , нм	$E \cdot 10^{-4}$	$\beta_{\text{KD}} \cdot 10^6$	D	R, %	Соотношение In:Hal:R
[InCl ₄]АЭАН	5.5	520	6.86	6.16	125.25	98.64	1:4:1
[InBr ₄]АЭАН	6.0	530	7.1	6.90	111.22	98.64	1:4:1

Выполнение определения. В ряд пробирок с притертыми пробками помещали по 0.5–22.0 мкг индия (III), добавляли 0.5 мл 1.0 М LiCl (0.4 мл 0.1 М KBr), 1.5 мл 9 М H₂SO₄, к смеси прибавляли 0.5 мл 0.1%-ного спиртового раствора АЭАН, объем раствора доводили до 5 мл смесью дихлорэтана с ацетоном (4:1). Органическую фазу отделяли от водной и измеряли светопоглощение экстрактов в кювете с $l=0.5$ см при длине волны 490 нм на КФК-2. В ин-

тервале 0.5–22.0 мг In в 5 мл среды соблюдается закон Бугера-Ламберта-Бера. Определению индия не мешают: больше количества щелочных и щелочноземельных металлов; Co(II), Ni(II), Al, Zn(II), Tl(I), Pb(II), Sn(II), Fe(II), Ta(V), Nb(V), а также анионы PO₄³⁻; NO₃⁻; SO₄²⁻; C₂O₄²⁻, тартрат-ион, цитрат-ион, ЭДТА. Мешают: Au(III), Te(IV), Fe(III), Tl(III), Se(IV), а также тиокарбамид.

ЛИТЕРАТУРА

1. Исмаилов Н.И. Азозамещенные этакридина - новые реагенты для экстракционно-фотометрического определения галлия. //Химические проблемы. 2003. №2. С. 19–22.
2. Гусейнов И.К., Рашидов К.Дж. Экстракционно-фотометрическое определение индия (III) в виде тетраиндиндата Януса зеленого «В». //Азерб. хим. журн. 1978. №2. С. 108–111.
3. Исмаилов Н.И., Рустамов Н.Х. Экстракционно-фотометрическое определение ртути с азозамещенными этакридина. //Азерб. хим. журн. 2002. №3. С. 67–70.
4. Исмаилов Н.И. Ассоциаты броммеркуриата с азозамещенными этоксиакридина и применение их в фотометрическом анализе. // Химические проблемы. 2006. №1. С. 153–156.
5. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа. Л.: Химия. 1976. 376 с.

INDIUMUN HALOGENİD KOMPLEKSİ ŞAKLİNDƏ 9-AMİNO-4-ETOKSİAKRİDİN-6 AZO-N=N-β-НАФТОЛ (AEAN) İLƏ TƏYİNİ VƏ ONUN FOTOMETRİK ANALİZDƏ TƏTBİQİ

N.İ.İsmayılov, N.X.Rüstəmov, M.İ.Qəmbərova

Halogenidatın etoksiakridinin azo törəməsi olan AEAN ilə əmələ gətirdiyi ion assosiatları spektrofotometrik üsullarla tədqiq edilmişdir. Məlum olmuşdur ki, assosiatlar dixloretan - aseton (4:1) qarışığı ilə yüksək çıxımla ekstraksiya olunur. Müxtəlif spektrofotometrik və analitik üsullarla komplekslərin fiziki-kimyəvi və analitik göstəriciləri təyin edilmişdir. İndiumun təyini üçün yeni ekstraksiya-fotometrik təyin üsulu işlənmişdir.

Açar sözlər: *9-amino-4-etoksiakridin-6 azo-n=n-β-нафтол, ekstraksiya-fotometrik təyin, indium, halogenidat.*

**EXTRACTION-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF INDIUM AS
HALOGENION-ASSOCIATES WITH 9-AMINO-4 ETOXIACRIDINE-6- AZO N=N¹-β-
NAPHTOL (AEAN)**

N.I.Ismayilov, N.Kh.Rustamov, M.I.Gambarova

Using spectrophotometric method, associates of galogenit complex of indium with azoderivatives of etoxiacridine (AEAN) have been examined. It has been found that the associates are fully extracted by mixture of dichloretan-acetone (4:1). Compound, physical-chemical and analytical properties of complexes have been defined.

Keywords: *9-amino-4-etoksiakridin-6-azo-N=N-β-Naphtol, extraction-photometric determination of indium, galogenindat.*

Поступила в редакцию 17.01.2013.