

КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЕ Ti(IV) С ОРТО-КАРБОКСИБЕНЗОЛАЗОПИРОКАТЕХИНОМ И ЦЕТИЛПИРИДИНИЙ ХЛОРИДОМ

Н.Х.Рустамов, Ш.М.Байрамов, Э.Г.Аллахвердиева, М.М.Агамалиева

Институт химических проблем Национальной АН Азербайджана

Спектрофотометрическим методом исследовано комплексообразование Ti(IV) с о-карбоксібензолазопирокатехином и катионоактивным веществом – цетилпиридиний хлоридом. Установлены оптимальные условия образования, состав, физические, химические и аналитические характеристики разнолигандного комплекса.

Азопроизводные пирокатехина применяются для фотометрического определения ряда элементов [1].

Одним из недостатков этих реагентов является то, что образующиеся комплексы с ионами металлов малорастворимы в воде и для стабилизации растворов применяют желатин или реакции проводят в водно-органических средах [2]. Этот недостаток может быть устранен применением модифицирующих добавок, в первую очередь, поверхностно-активных веществ (ПАВ), которые, кроме того, позволяют значительно улучшить химико-аналитические характеристики выше указанных реагентов. Известно, что катионные ПАВ с азопроизводными пирокатехина образуют ионные ассоциаты по ионизированным гидроксид- и сульфогруппам [3-6]. Хелаты ионов металлов с такими модифицированными реагентами за счет сольubilизации в мицеллах и возможности проведения реакций в более кислых средах хорошо растворяются в воде [7].

В настоящей работе приводятся результаты исследования комплексообразования титана(IV) с о-карбоксібензолазопирокатехином (оКБАП) в присутствии ПАВ - цетилпиридиний хлорида (ЦП).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Реактивы и аппаратура: стандартный раствор, содержащий 0,1 мг/мл титана готовили растворением металла квалификации "ос.ч." в серной кислоте (1:5). По каплям прибавляли концентрированную азот-

ную кислоту до получения бесцветного раствора и нагревали до выделения паров оксида серы (VI). Разбавлением исходного раствора до 1 литра 5%-ным раствором серной кислоты получили рабочий раствор, содержащий 20 мкг/мл титана.

Использованы $5 \cdot 10^{-3}$ М раствор оКБАП в этаноле и $1 \cdot 10^{-3}$ М раствор ЦП в дистиллированной воде.

Необходимые условия образования комплекса создавали 0.5 М раствором серной кислоты, 1 N раствором гидроксида натрия и контролировали универсальным иономером ЭВ-74.

Светопоглощение окрашенных растворов измеряли на спектрофотометре СФ-46 и фотоколориметре КФК-2.

Методика эксперимента. В мерные колбы емкостью 25 мл вводили 1 мл ($4,2 \cdot 10^{-4}$ М) раствора титана, 0,4 мл оКБАП, 0,5 мл ЦП, устанавливали необходимый рН, разбавляли водой до метки и измеряли оптическую плотность раствора относительно холостого опыта.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Исследования показали, что титан(IV) при рН 2-6 с оКБАП образует однороднолигандный комплекс красного цвета. При введении в раствор ЦП комплексообразование смещается в более кислую область, и наблюдается при рН 1-6.

Оптимальным условием образования разнолигандного комплекса (РЛК) является рН 2.5-3 (рис. 1).

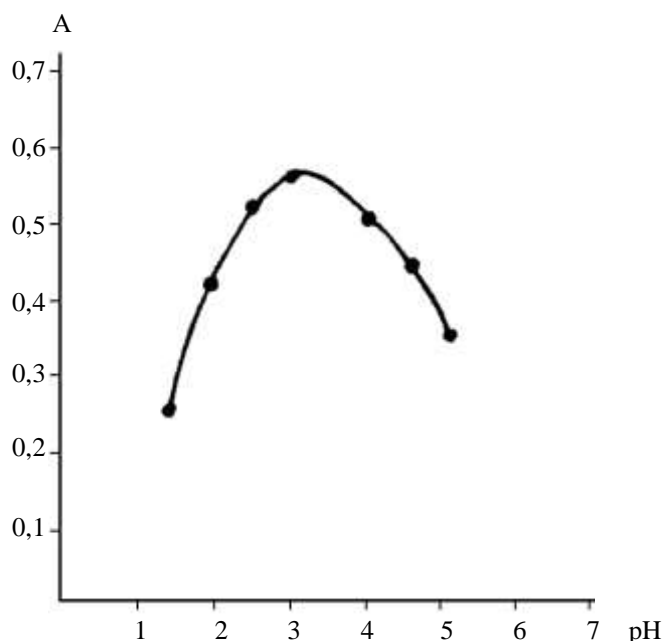


Рис.1. Влияние pH на образование комплекса Ti(IV)-oKBAП-ЦП.

Комплекс образуется мгновенно при прибавлении растворов реагентов к раствору титана(IV) и создании оптимального условия; комплекс устойчив в течение рабочего дня. Установлено, что для максимального образования РЛК комплекса достаточно 2-8-кратных молярных избытков реагентов.

При увеличении концентрации ЦП интенсивность окраски комплекса не меняется, на растворимость улучшается.

В интервале pH 1-6 сняты сравнительные спектры поглощения реагентов и их комплексов с титаном(IV) (рис. 2).

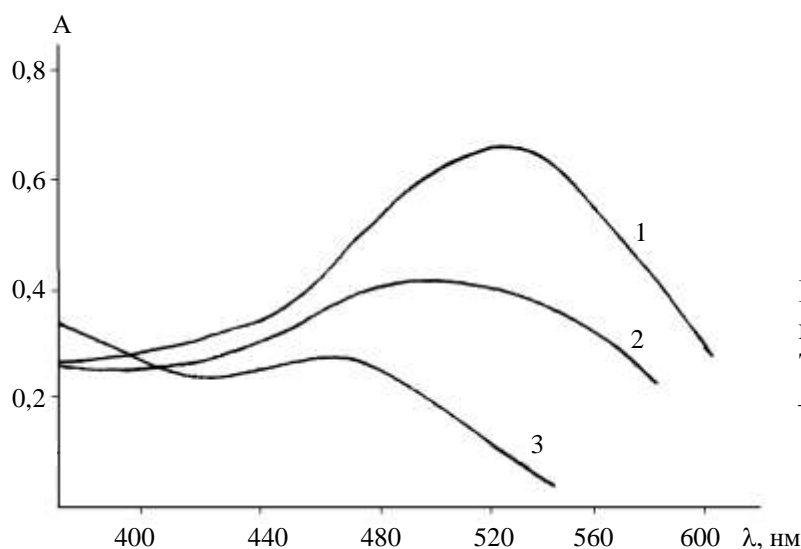


Рис.2. Спектры поглощения комплекса Ti(IV)-oKBAП-ЦП – 1, Ti(IV)-oKBП-ЦП – 2, oKBAП-ЦП – 3.

Из спектров поглощения видно, что максимум однолигандного комплекса титана(IV) наблюдается при 480 нм, реагента (oKBAП) – при 390 нм.

При введении в раствор однолигандного комплекса ЦП наблюдаются значительные батохромный и гиперхромный эффекты. Максимум поглощения РЛК наблюдается при 540 нм. Батохромный

сдвиг при образовании РЛК составляет $\Delta\lambda=150$ нм.

Молярное соотношение компонентов в составе РЛК установлено методами изомолярных серий и прямой линии Асмуса и равно 1:2:2.

Методом Комаря [8] определен молярный коэффициент поглощения комплекса, который равен $\epsilon=58000$.

Константа устойчивости β_k установлена методом пересечения кривых ($\beta_k = 7,9 \cdot 10^6$).

Закон Бера соблюдается в интервале 1-20 мкг Ti/25 мл.

Разработан фотометрический метод определения Ti(IV) с оКБАП и ЦП.

Определению титана мешают: Fe(III), Mo(VI), Al(III), Ge(IV), Zn(IV).

ЛИТЕРАТУРА

1. Иванов В.М., Нгует Хыу Ви // Журн. аналит. химии. 1981. Т. 34. № 1. С. 149.
2. Гусейнов Х.И., Шабанов А.А., Ализаде Т.Д. // Азерб.хим. журн. 1980. № 5. С. 111.
3. Амелин В.Г., Иванов В.М., Свистунова Г.П. // Журн. аналит. химии. 1989. Т. 44. № 5. С. 866.
4. Амелин В.Г., Иванов В.М., Свистунова Г.П. // Известия вузов. Химия и хим. технология. 1996. Т. 39. № 4-5. С. 37.
5. Амелин В.Г., Чернова Р.К. // Журн. аналит. химии. 1983. Т. 38. С.1446.
6. Чернова Р.К., Амелин В.Г. // Журн. аналит. химии. 1984. Т. 39. № 7. С. 1436.
7. Чернова Р.К., Штыков С.И., Амелин В.Г. // Саратовск. Ун-т. Саратов. 1983. № 3. С. 9
8. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методом анализа. Л.: Химия. 1976. с.
9. Комарь Н.П. // Уч. запис. Харьков. ун-та. 1951. № 8. С. 44.

Ti(IV)-ЦН орто-КАРБОКСИБЕНЗОЛАЗОПИРОКАТЕХИН ВЯ СЕТИЛПИРИДИНХЛОРИДЛЯ КОМПЛЕКС ЯМЯЛЯ ЭЯТИРМЯСИ

Н.Х.Рустямов, Ш.М.Байрамов, Е.Ш.Аллахвердийева, М.М.Агамалыйева

Ti(IV)-цн ортокарбоксібенолазопирокатехин вя катионактив сятци актив маддя - сетилпиридинхлоридля комплекс ямяля эятирмяси спектрофотометрик цсулла тядгиг едилмишдир. Мцхтялифлигандлы комплексин ямяля эялмясинин оптимал шяраити, тяркиби, физики-кимйяви, аналитик хцусийятляри мцяййян едилмишдир.

THE COMPLEX FORMATION OF Ti(IV) WITH orto-CARBOXYBENZENAZOPIROCATECHOL AND CETHYLPYRIDINE CHLORIDE

N.Kh.Rustamov, Sh.M.Bayramov, E.H.Allakhverdiyeva, M.M.Agamaliyeva

The complex formation of Ti(IV) with orto-carboxybenzenazopirocatechol and cationic surface active substance – cethylpyridine chloride has been analysed by spectrophotometric method. The content, physical-chemical and analytical characteristics of complex have been defined.