

УДК 543. 42. 062: 546. 78

СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗНОЛИГАНДНЫХ КОМПЛЕКСОВ МОЛИБДЕНА С 2,6-ДИТИОЛ-4-ТРЕТ-БУТИЛФЕНОЛОМ И ГИДРОФОБНЫМИ АМИНАМИ

К.А.Кулиев, А.Б.Гаджиева

*Азербайджанский государственный педагогический университет
AZ1001 Баку, у. У.Гаджибекова, 34; e-mail:kerim.kuliev.69@mail.ru*

При взаимодействии молибдена с 2,6-дитиол-4-трет-бутилфенолом (ДТБФ) и гидрофобными аминами (Ам) образуются экстрагируемые хлороформом трехкомпонентные соединения с соотношением $Mo(VI):ДТБФ:Ам=1:2:2$. В качестве гидрофобного амина использован анилин, N-метиланилин, и N,N-диметиланилин. Найдены условия экстракционно-фотометрического определения молибдена. Установлено, что разнолигандные комплексы образуются в слабокислой среде ($pH_{opt} 3.5-5.2$). Максимум в спектре светопоглощения наблюдается при 525-535 нм. Молярный коэффициент светопоглощения равен $(4.8-5.2) \cdot 10^4$. Координирующим ионом является катион MoO_2^{2+} .

Ключевые слова: 2,6-дитиол-4-трет-бутилфенол, разнолигандные комплексы, экстракционно-фотометрический метод.

К высокочувствительным методам определения молибдена принадлежат методы с применением дитиола, тиогликолевой кислоты, 8-гидроксихинолина, 8-меркаптохинолина, флуорена и т.д.[1]. Реагенты, содержащие гидроксид- и карбокси-, или две гидроксигруппы в орто положении друг к другу, взаимодействуют с молибденом преимущественно в слабокислых и нейтральных средах с образованием окрашенных комплексных соединений [2,3]. Известно, что молибден образует в кислой среде комплексы с *o,o'*-диоксиазосоединениями, в частности с люмогаллионом и магнизоном [4]. Для

определения молибдена использован 2-окси-5-хлортиофенол и 2-гидрокси-5-бромтиофенол [5-7]. Разработаны методики определения элементов в виде разнолигандных комплексов с 2,6-дитиол-4-трет-бутилфенолом и гидрофобными аминами [8].

Настоящая работа посвящена спектрофотометрическому исследованию разнолигандных комплексов молибдена с 2,6-дитиол-4-трет-бутилфенолом (ДТБФ) и гидрофобными аминами (Ам), а также определению их фотометрических характеристик.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Реагенты и растворы. Исходный раствор (1 мг/мл) $Mo(VI)$ готовили растворением в горячей воде 1.8402 г $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ «ч.д.а.». После охлаждения раствор разбавляли водой в мерной колбе до 1л. Концентрацию раствора молибдена устанавливали гравиметрически [9]. Растворы с концентрацией 0.1 мг/мл получали разбавлением исходного раствора. В работе использовали 0.01М раствор ДТБФ в хлороформе. Анилин (Ан),

N-метиланилин (МАН) и N,N-диметиланилин (ДАН) использовали в свежеперегнанном виде. В качестве экстрагента применяли очищенный хлороформ.

Ионную силу растворов поддерживали постоянной ($\mu=0.1$) введением рассчитанного количества KCl . Для создания необходимой кислотности растворов применяли 0.1М раствор HCl .

Аппаратура. Спектрофотометрические исследования окрашенных растворов проводили на КФК-2 и СФ-26. Измерение

pH водной фазы выполняли на И-120.2. со стеклянным электродом. ИК-спектры снимали на спектрофотометре UR-20. Все указанные приборы прошли госпроверку.

Методика. В градуированные пробирки емкостью 50мл вводили 0.1-1.0 мл с интервалом 0.1 мл исходного раствора молибдена, 2.3 мл 0.01М раствора ДТБФ и

0.8-1.0 мл Ам. Необходимое значение pH устанавливали добавлением 0.1М раствора HCl. Объем органической фазы доводили до 5 мл хлороформом, а водной фазы - до 20 мл дистиллированной водой. Спустя 5 минут органический слой отделяли и измеряли его оптическую плотность при комнатной температуре на КФК-2 при 540 нм. Все измерения выполняли при $20 \pm 1^\circ\text{C}$.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Предварительные опыты показали, что молибден с ДТБФ образует окрашенный комплекс, нерастворимый в неполярных органических растворителях. Заряд комплекса был установлен методом электромиграции ионов и методом электрофореза на бумаге. При изучении электромиграции данного комплекса, в U-образной трубке наблюдалось движение окрашенных в красный цвет ионов к положительному полюсу, на основании чего был сделан вывод о том, что окрашенный комплекс является анионом. При введении в систему гидрофобных аминов наблюдается экстракция анионного комплекса в органическую фазу в виде разнолигандного комплекса (РЛК). Из гидрофобных аминов использованы Ан, мАн, дАн. На основании полученных данных разработаны новые избирательные и высокочувствительные методики фотометрического определения микроколичеств молибдена в сталях различных марок.

Выбор экстрагента. Для экстракции РЛК испытаны неводные растворители: хлороформ, 1,2-дихлорэтан, четыреххлористый углерод, бензол, хлорбензол, толуол, ксилол, изобутанол, изопентанол и диэтиловый эфир, н-бутанол и их смеси. Экстрагируемость комплексов оценивали коэффициентом распределения

и степенью экстракции. Наилучшими экстрагентами оказались хлороформ, дихлорэтан и четыреххлористый углерод. При этом основность аминов не оказывает заметного влияния на условия и экстракцию комплексов. Быстрое разделение слоев и максимальное значение молярного коэффициента поглощения получены при экстракции комплексов хлороформом. При однократной экстракции хлороформом извлекается 97.8-98.2% молибдена в виде РЛК (в случае дихлорэтан и четыреххлористый углерода извлекается 95-96% молибдена). Дальнейшие исследования проводили с хлороформом. Содержание молибдена в органической фазе определяли фотометрически - дитиолом после реэкстракции, а в водной фазе - по разности.

Влияние pH водной фазы. Изучение зависимости комплексообразования от pH показало, что выход комплексов максимален при pH 3.5-5.2. При повышении $\text{pH} \geq 7$ образование ассоциатов практически не наблюдается, что, видимо, связано с понижением степени протонизации аминов. Зависимость оптической плотности от pH представлена на рис.1. Наличие одного максимума оптической плотности в указанных пределах pH подтверждает предположение об образовании одного комплексного соединения.

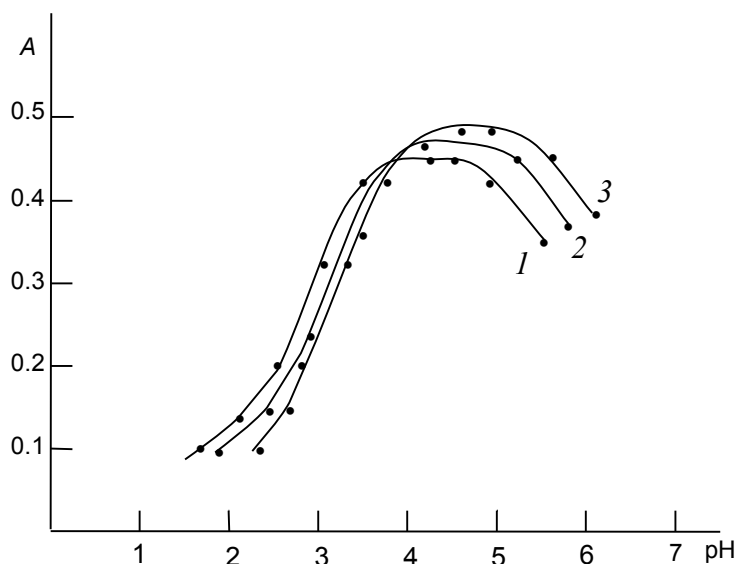


Рис.1. Зависимость оптической плотности РЛК молибдена от рН водной фазы.

1. Мо – ДТБФ - An, 2. Мо - ДТБФ - mAn, 3. Мо – ДТБФ - dAn

$C_{Mo} = 2,08 \cdot 10^{-5}$ М ; $C_{ДТБФ} = 0,92 \cdot 10^{-3}$ М; $C_{Am} = 0,18-0,22$ М,

КФК-2, $\lambda = 540$ нм, $l = 0,5$ см.

Спектры поглощения. Максимальный аналитический сигнал при комплексообразовании Мо(VI) с ДТБФ и Ам наблюдается при 525-535нм (рис.2). ДТБФ максимально поглощает при 280нм. Таким образом, батохромный сдвиг составляет 245-255нм. Близкие значения максимумов светопоглощения позволяют сделать вывод о том, что образующиеся комплексы являются ионными ассоциатами. Контрастность реакций высока: исходные реагенты бесцветны, а комплексы - красного цвета. Молярные коэффициенты поглощения составляют $(4,8-5,2) \cdot 10^4$.

Влияние концентрации лигандов. РЛК молибдена образуются в присутствии большого избытка комплексообразующих реагентов. Концентрация ДТБФ, необходимая для образования и экстракции РЛК, в зависимости от основности аминов не меняется. Оптимальным условием образования и экстракции этих соединений является концентрация $0,92 \cdot 10^{-3}$ моль/л ДТБФ и $0,18-0,22$ моль/л Ам.

Влияние времени выдерживания.

Была исследована зависимость оптической плотности экстрактов от времени при избытке реагентов и при оптимальном рН. РЛК молибдена с ДТБФ и Ам устойчивы в водных и органических растворителях и не разлагаются в течение трех суток, а после экстракции больше месяца. Максимальная оптическая плотность достигается в течение 5 минут. При слабом нагревании окраска развивается мгновенно. Экстракты ионных ассоциатов молибдена подчиняются основному закону светопоглощения при концентрациях $0,5-18$ мкг/см³.

Состав и строение комплексов.

Стехиометрические коэффициенты реакции взаимодействия молибдена с ДТБФ и Ам устанавливали методами сдвига равновесия и относительного выхода [10]. Приведенные на рис. 3 данные показывают, что в составе РЛК на один моль металла приходится по два моля ДТБФ и Ам.

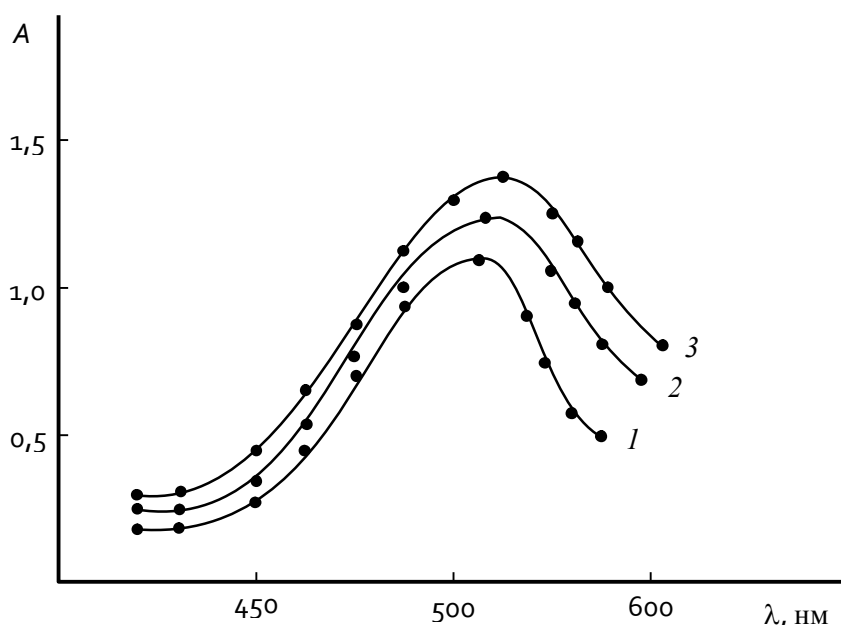


Рис.2. Спектры поглощения комплексов молибдена с ДТБФ и Ам.

1. Мо - ДТБФ-Ан, 2. Мо - ДТБФ-мАн, 3. Мо - ДТБФ - дАн

$C_{\text{Мо}} = 2.08 \cdot 10^{-5} \text{ M}$; $C_{\text{ДТБФ}} = 0.92 \cdot 10^{-3} \text{ M}$; $C_{\text{Ам}} = 0.18 - 0.22 \text{ M}$, СФ-26, $\ell = 1 \text{ см}$.

Для выяснения химизма реакции образования комплексов определена зависимость степени закомплексованности ионов молибдена от концентрации водородных ионов. Полученные результаты указывают, что комплексообразующей формой молибдена является двухзарядный катион MoO_2^{2+} [11,12]. При образовании комплекса Мо-ДТБФ-Ам из каждой молекулы ДТБФ вытесняется один атом водорода.

В ИК-спектрах комплекса в области $790\text{-}810 \text{ см}^{-1}$ появляется интенсивная полоса поглощения, обусловленная валентным колебанием группы $[\text{O} = \text{Mo} = \text{O}]^{2+}$. Исчезновение ярко выраженной полосы при 2580 см^{-1} , наблюдаемое в спектре ДТБФ, и появление в спектрах комплекса двух полос поглощения, одна из которых смещена в сторону меньших частот, говорит о том, что одна из сульф-

гидрильных групп участвует в образовании комплекса. Наблюдаемое уменьшение интенсивности полосы поглощения в области $3200\text{-}3600 \text{ см}^{-1}$ с максимумом при 3450 см^{-1} и появление широкой полосы в области $3000\text{-}3100 \text{ см}^{-1}$ показывает, что гидроксильная группа принимает участие в образовании координационной связи в ионизированном состоянии. Обнаружение полос поглощения при 1380 см^{-1} указывает на наличие протонированного анилина [13,14].

Механизм образования РЛК можно представить следующим образом. Ионы молибдена при взаимодействии с двумя молекулами ДТБФ образуют двухзарядный анионный комплекс, который экстрагируется с двумя молекулами протонированного Ам. Состав экстрагируемых комплексов можно представить формулой $[\text{MoO}_2(\text{RH})_2](\text{AmH})_2$.

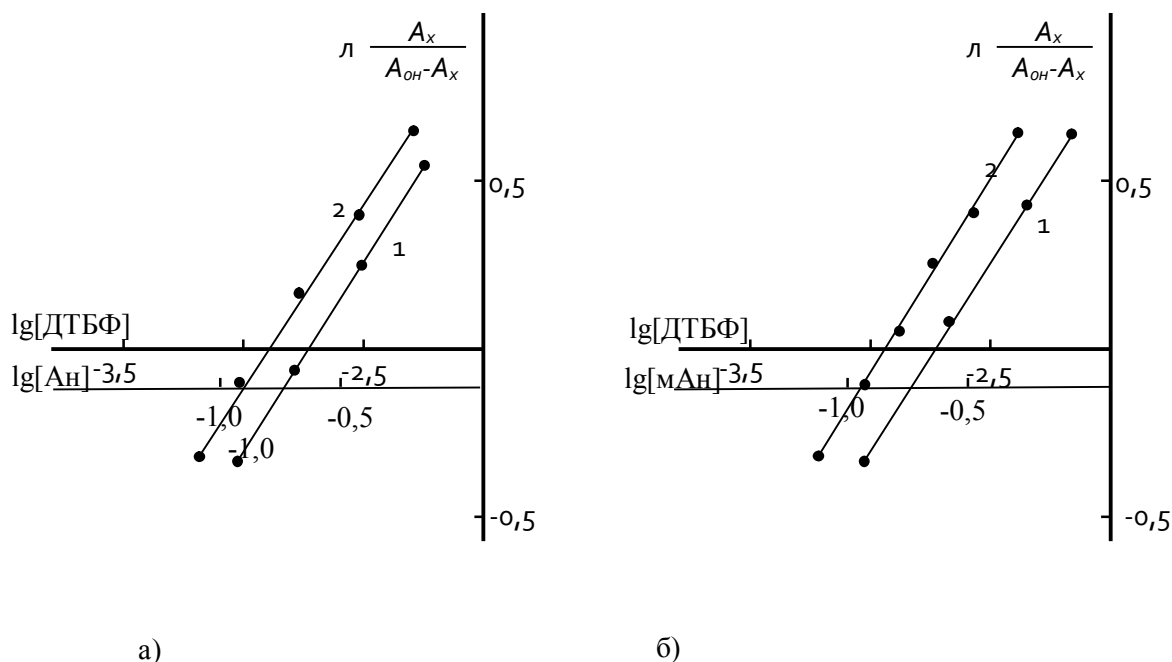
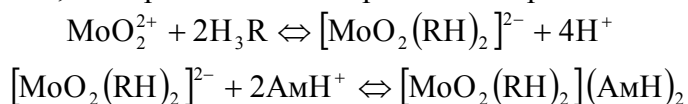


Рис.3. Определение состава РЛК методом сдвига равновесия для Мо-ДТБФ-Ан (а) и Мо-ДТБФ-мАн (б).

1. Мо:ДТБФ; 2. Мо:Ам. $C_{Mo} = 2.08 \cdot 10^{-5}$ М; рН=4, СФ-26, $\ell = 1$ см.

Можно предположить, что при комплексообразовании происходят процессы:



Величины K_p , вычисленные по формуле $\lg K_p = \lg D - 2 \lg [\text{AmH}^+]$ для комплексов $[\text{MoO}_2(\text{DTBF})_2](\text{AnH})_2$, $[\text{MoO}_2(\text{DTBF})_2](\text{mAnH})_2$ и $\text{MoO}_2(\text{DTBF})_2$ (дAnH)₂, равны 6.5; 6.8 и 7.2, а уравнения градуировочных графиков: $y = 0.014 + 0.0093x$, $y = 0.013 + 0.0098x$ и $y = 0.015 + 0.0106x$ соответственно.

Вычисление степени полимеризации комплексов проводили по уравнению [15]. Произведенные расчеты показали, что РЛК в органической фазе не полимеризуются и находятся в мономерной форме ($\gamma = 1.04 - 1.08$).

Константу устойчивости комплекса рассчитывали по формуле:

$$\beta = \frac{C_k}{(C_{Me} - C_k)(C_R - nC_k)^n};$$

$$\beta = (7.2 - 7.5) \cdot 10^7.$$

Предел фотометрического обнаружения молибдена в виде ионных ассоциатов рассчитывали по уравнению [16]. Предел обнаружения молибдена в виде $[\text{MoO}_2(\text{DTBF})_2](\text{AnH})_2$ составляет 0.012; $[\text{MoO}_2(\text{DTBF})_2](\text{mAnH})_2$ - 0.011; $[\text{MoO}_2(\text{DTBF})_2]$ (дAnH)₂ - 0.010 мкг/мл.

В табл. 1. приведены основные спектрофотометрические характеристики методики определения молибдена.

Влияние посторонних ионов.

Изучено влияние ряда катионов и анионов на точность определения Мо(VI). Опыты проводили согласно прописи, по которой построены градуировочные графики, с той лишь разницей, что в раствор, кроме Мо(VI) вводили определенное количество соответствующих ионов. Избирательность

спектрофотометрического определения молибдена в виде изученных комплексов представлена в табл.2. Установлено, что большие количества щелочных, щелочно-земельных элементов, РЗЭ, F⁻, Cl⁻, Br⁻, SO₃²⁻, SO₄²⁻ и C₂O₄²⁻ не мешают определению молибдена. Избирательность определения молибдена существенно увеличивается в присутствии маскирующих

веществ. Мешающее влияние Fe(III) устраняли тиогликолевой кислотой, Ti(IV) – аскорбиновой кислотой, Cu(II) – тиомочевинной, Nb(V) – оксалат ионом, а W(VI)-винной кислотой. При использовании 0.01М раствора ЭДТА определению не мешают Ti(IV), V(IV), Nb(V), Ta(V), и Fe(III).

Табл. 1. Оптимальные условия образования и аналитическая характеристика РЛК молибдена с ДТБФ и Ам.

| Соединение | рН | | λ, нм | Δλ, нм | ε · 10 ⁻⁴ | Интервал подчинения закону Бера, мкг/мл |
|--|--------------------------|-------------|-------|--------|----------------------|---|
| | Образования и экстракции | Оптимальная | | | | |
| [MoO ₂ (RH) ₂](АнН) ₂ | 2.2-5.9 | 3.5-4.8 | 525 | 245 | 4.8 | 0.5-16 |
| [MoO ₂ (RH) ₂](мАнН) ₂ | 2.4-6.1 | 3.7-5.0 | 530 | 250 | 5.0 | 0.6-18 |
| [MoO ₂ (RH) ₂](дАнН) ₂ | 2.5-6.2 | 3.8-5.2 | 535 | 255 | 5.2 | 0.6-18 |

Табл.2. Влияние посторонних ионов на определение молибдена с ДТБФ и Ам (взято 50 мкг Мо) n=5, P=0.95.

| Ион | Мольный избыток иона | Маскирующий реагент | Найдено, мкг | S _r |
|---------|----------------------|---|--------------|----------------|
| Co(II) | 40 | | 30.1 | 0.04 |
| Ni(II) | 40 | | 29.8 | 0.03 |
| Fe(II) | 180 | | 29.7 | 0.03 |
| Cd(II) | 200 | | 29.9 | 0.04 |
| Fe(III) | 50 | Тиогликолевая кислота | 30.2 | 0.04 |
| Zr(IV) | 45 | | 29.8 | 0.03 |
| Cu(II) | 25 | Тиомочевина | 29.6 | 0.05 |
| Hg(II) | 40 | | 30.4 | 0.05 |
| Ti(IV) | 35 | | 29.6 | 0.03 |
| V(IV) | 20 | | 29.6 | 0.05 |
| W(VI) | 10 | Винная кислота | 29.4 | 0.06 |
| Cr(III) | 130 | | 29.8 | 0.04 |
| Nb(V) | 60 | C ₂ O ₄ ²⁻ | 30.1 | 0.05 |

| | | | | |
|-------------------------------|----|----------------------------------|------|------|
| Ta(V) | 60 | Аскорбиновая кислота | 30.2 | 0.03 |
| UO ₂ ²⁺ | 55 | CH ₃ COO ⁻ | 29.3 | 0.04 |

В табл. 3 приведены данные, позволяющие сравнить аналитические характеристики методик определения молибдена с некоторыми уже известными [1,17] методиками.

Табл. 3. Сравнительные характеристики методик определения молибдена

| Реагент | pH(растворитель) | λ , нм | $\varepsilon \cdot 10^{-4}$ | Область подчинения закону Бера (мкг/мл) |
|-----------------------------------|--|-------------------|-----------------------------|---|
| Толуол-3,4-дитиол | 4-12 М HCl (бензол, карбон (IV) - хлорид) | 675 | 2.1 | |
| 8-Гидроксихинолин-5-сульфокислота | 3.0-4.5 | 540 | 0.518 | 3-13 |
| 8-Гидроксихинолин | 3.2-4.2(ацетон) | 530 | | <20мкг |
| ДТБФ+мАн | 3.7-5.0(хлороформ) | 530 | 5.0 | 0.5-18 |
| ДТБФ+дАн | 3.8-5.2 (хлороформ) | 535 | 5.2 | 0.5-18 |

Определение молибдена в сталях. Навеску стали 0.1г растворяют при нагревании в 10 мл H₂SO₄(1:4). Добавляют 2 мл смеси (1:3) конц.HCl и HNO₃ и нагревают до выделения оксидов азота. Отфильтровывают нерастворимый осадок и фильтрат переносят в мерную колбу емкостью 50 мл. После охлаждения раствор разбавляют водой до метки. Отбирают аликвотную часть полученного раствора, переносят в делительную воронку, добавляют 0.1 М HCl до получения pH 4 и 2.3 мл 0.01 М ДТБФ. После тщательного перемешивания прибавляют 1.0 мл Ан

(или 0.8 мл дАн). Объем органической фазы доводят до 5 мл хлороформом, а общий объем - до 25 мл дистиллированной водой. Смесь встряхивают 5 мин. После расслаивания фаз светопоглощение экстрактов измеряют на КФК-2 при 540 нм в кювете с толщиной 0.5 см. Содержание молибдена находят по градуировочному графику.

Результаты экспериментов представлены в табл.4. Как видно из таблицы, результаты определения молибдена в стали свидетельствуют о достаточной надежности предлагаемых методик.

Табл. 4. Правильность и воспроизводимость определений молибдена в стали (сталь ЭИ-69, Мо-0.40%).n=5, p=0.95.

| Метод | X ⁻ , % | S _r |
|-------------------|--------------------|----------------|
| Толуол-3,4-дитиол | 0.40±0.03 | 0.04 |
| ДТБФ+мАн | 0.39±0.05 | 0.03 |
| ДТБФ+дАн | 0.41±0.02 | 0.05 |

ЛИТЕРАТУРА

1. Марченко З., Бальцежак М.К. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе. М.:Бином. Лаборатория знаний. 2007. 711с.
- Marchenko Z., Balcezhak M.K. Metody spektrofotometrii v UF i vidimoy oblasti v neorganicheskom analize. M.:Binom. Laboratorija znanij. 2007. 711s.*

2. Бусев А. И., Типцова В.Г., Иванов В.М. Практическое руководство по аналитической химии редких элементов. М.: Химия. 1978. 410с.
Busev A. I., Tipcova V.G., Ivanov V.M. Prakticheskoe rukovodstvo po analiticheskoj himii redkih jelementov. M.: Himija. 1978. 410s.
3. Умланд Ф., Янсен А., Тириг Д., Вюнш Г. Комплексные соединения в аналитической химии. Теория и практика применения. М.: Мир. 1975. 531с.
Umland F., Jansen A., Tirig D., Vjunsh G. Kompleksnye soedinenija v analiticheskoj himii. Teorija i praktika primenenija. M.: Mir. 1975. 531s.
4. Иванов В.М., Рыбаков А. В., Фигуровская В.Н. и др. Химико-аналитические характеристики комплексов молибдена (VI) с люмогаллионом ИРЕА и (магнезон ИРЕА) в присутствии гидроксилamina. // Вестн. Моск. ун-та. Сер.2. Химия. 1997, 38, с. 345. *Ivanov V.M., Rybakov A. V., Figurovskaja V.N. i dr. Himiko-analiticheskie harak-teristiki kompleksov molibdena (VI) s s ljumogallionom IREA i (magnezon IREA) v prisutstvii gidroksilamina. // Vestn. Mosk. un-ta. Ser.2. Himija. 1997, 38, s. 345.*
5. Вердизаде Н.А., Амрахов Т.И., Кулиев К.А., Залов А.З. 2-окси-5-хлортиофенол как новый аналитический реагент для определения ванадия (V), молибдена и вольфрама. // Журн. аналит. химии. 1997, т. 52, №10, с.1042.
Verdizade N.A., Amrahov T.I., Kuliev K.A., Zalov A.Z. 2-oksi-5-hlortiofenol kak novyj analiticheskij reagent dlja opredelenija vanadija (V), molibdena i vol'frama. // Zhurn. analit. himii. 1997, t. 52, №10, s.1042.
6. Вердизаде Н.А., Залов А.З., Аллахвердиев М.А., Ибрагимов Г.И. Экстракционное и сорбционное концентрирование разнолигандного комплекса молибдена (VI) с 2,6-дитиол-4-третбутилфенолом и бензиламином из водного раствора. // Тез. докл. между. конференции «Экстракция органических соединений». Воронеж, 2010, с. 171.
Verdizade N.A., Zalov A.Z., Allahverdiev M.A., Ibragimov G.I. Ekstrakcionnoe i sorbcionnoe koncentrirovanie raznoligandnogo kompleksa molibdena (VI) s 2,6-ditiol-4-tretbutilfenolom i benzilaminom iz vodnogo rastvora. // Tez. dokl. mezhd. konferencii «Jekstrakcija organicheskikh soedinenij». Voronezh, 2010, s. 171.
7. Вердизаде Н.А., Залов А.З., Кулиев К.А. и др. Новый вариант окситиофенолятного определения титана. // Всероссийская конференция «Химический анализ», Тезисы докладов. М.: ИОНХ, 2008, с. 97.
Verdizade N.A., Zalov A.Z., Kuliev K.A. I dr. Novyj variant oksitiofenoljatnogo opredelenija titana. // Vserossijskaja konferencija «Himicheskij analiz», Tezisy dokladov. M.: IONH, 2008, s. 97.
8. Кулиев К.А. Спектрофотометрическое исследование разнолигандных комплексов ва-надия с 2,6-дитиол-4-третбутилфенолом и гидрофобными аминами. // Известия ВУЗов. Химия и химич. технология. 2011, т. 54, №9, с.38-42.
Kuliev K.A. Spektrofotometriceskoe issledovanie raznoligandnyh kompleksov vanadija s 2,6-ditiol-4-tretbutilfenolom i gidrofobnymi aminami. // Izvestija VUZov. Himija i himich. tehnologija. 2011, t. 54, №9, s.38-42.
9. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. М.: Изд-во АН СССР, 1964, 401с.
Korostelev P.P. Prigotovlenie rastvorov dlja himiko-analiticheskikh rabot. M.: Izd-vo AN SSSR, 1964, 401s.
10. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа. Л.: Химия, 1986, 432с.
Bulatov M.I., Kalinkin I.P. Prakticheskoe rukovodstvo po fotokolorimetriceskim i spektrofotometriceskim metodam analiza. L.: Himija, 1986, 432s.
11. Назаренко В.А., Бирюк Е.А. Исследование химизма реакций ионов многовалентных элементов с органическими реагентами. // Журн. аналит. химии. 1967, т. 22. №1. с. 57. *Nazarenko V.A., Birjuk E.A. Issledovanie himizma reakcij ionov mnogovalentnyh jelementov s organicheskimi reagentami. // Zhurn. analit. himii. 1967, t. 22. №1. s. 57.*
12. Назаренко В.А. Взаимодействие ионов многовалентных элементов с органическими реагентами. // Тр. комис. по аналит. химии АН СССР. М.: Наука, 1969, Т, 17. с.22.
Nazarenko V.A. Vzaimodejstvie ionov mnogovalentnyh jelementov s organicheskimi

reagentami. // Tr. komis. po analit.himii AN SSSR. M.: Nauka, 1969, T, 17. s.22.

13. Накамото К. ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений. М.: Мир, 1991. 536с.

Nakamoto K. IK-spektry i spektry KR neorganicheskikh i koordinacionnyh soedinenij. M.: Mir, 1991. 536s.

14. Беллами Л. Инфракрасные спектры сложных молекул. М.: Мир, 1963. 592с.

Bellami L. Infkrasnye spektry slozhnyh molekul. M.: Mir, 1963. 592s.

15. Ахмедли М.К., Клыгин А.Е., Иванова Л.И., Баширов Э.А. // Журн. неорган. химии. 1974, т. 19, №8. С. 2007.

Ahmedli M.K., Klygin A.E., Ivanova L.I., Bashirov Je.A. // Zhurn. neorgan. himii. 1974, t. 19, №8. S. 2007.

16. Алесковский В.Б., Бардин В.В., Булатов Н.И. Физико-химические методы анализа. Л.: Химия, 1988. 376 с.

Aleskovskij V.B., Bardin V.V., Bulatov N.I. Fiziko-himicheskie metody analiza. L.: Himija, 1988. 376 s.

17. Бусев А.И. Аналитическая химия молибдена. М.: Изд-во Акад. Наук. 1962. 227с.

Busev A.I. Analiticheskaja himija molibdena. M.: Izd-vo Akad. Nauk. 1962. 227s.

MOLİBDENİN 2,6-DİTIOL-4-ÜÇLÜBUTİLFENOL VƏ HİDROFOB AMİNLƏRLƏ MÜXTƏLİFLİQANDLI KOMPLEKSLƏRİNİN SPEKTROFOTOMETRİK TƏDQIQI

К.Ə. Quliyev, А.В. Hacıyeva

Azərbaycan Pedaqoji Universiteti

AZ1001 Bakı, Ü.Hacıbəyov küç.,34; e-mail: kerim.kuliev.69@mail.ru

Molibdenin 2,6-ditiol-4-üçlübutilfenol (DTBF) və hidrofob aminlərlə (Am) qarşılıqlı təsiri nəticəsində xloroformla ekstraksiya olunan Mo(VI): DTBF: Am=1:2:2 tərkibli üçkomponentli birləşmələr əmələ gəlir. Hidrofob amin kimi anilin, N-metilanilin və N, N-dimetilanilin istifadə edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, müxtəlifliqandlı sistemlər zəif turş mühitdə əmələ gəlir (pH_{opt} 3.5-5.2). Işıqudma spektrində maksimum 525-535 nm-də müşahidə olunur. Molyar işıqudma əmsalı (4.8-5.2)•10⁴. Koordinasiya edən ion MoO₂²⁺.

Açar sözlər: 2,6-ditiol-4-üçlübutilfenol, müxtəlifliqandlı komplekslər, ekstraksiya fotometrik metodu.

SPECTROSCOPIC EXAMINATION OF DIFFERENT-LIGAND COMPLEXES OF MOLYBDEN(VI) WITH 2, 6-DITIOI- 4-TRET-BUTYL-PHENOL AND HYDROPHOB AMINS

K.A.Kuliev, A.B.Hajieva

Azerbaijan State Pedagogical University

34 Hajibeyov str., Baku AZ 1001; e-mail: kerim.kuliev.69@mail.ru

The interaction of molybden(VI) with 2,6-ditiol-4-tret-butylphenol (DTBPh) and hydrophobic amine (Am) leads to the formation of chloroform-extracted 3-component complex compounds with correlation Mo(VI):DTBF:Am=1:2:2. As hydrophobic amins, there have been used aniline, N-metilaniline and N,N-dimetilaniline. Conditions for the extraction-photometric determination of molybden have been found. It revealed that different-ligand complexes were formed in the weak acid medium (pH 3.5 - 5.2). Maximum of light absorption is observed at 525-535 nm. The molar coefficient of light-absorption is $\epsilon = (4.8-5.2) \cdot 10^4$ respectively. Coordinating ion is cation MoO₂²⁺.

Keywords: 2,6-ditiol-4-tret-butylphenol, different-ligand complexes, extraction-photometric method.

Поступила в редакцию 14.10.2014.