

УДК 543.422:546.98

**ИЗУЧЕНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ ОЛОВА (II)
С РЕАГЕНТОМ 2,3, 4-ТРИГИДРОКСИФЕНИЛАЗО-5'-
СУЛЬФОНАФТАЛИН В ПРИСУТСТВИИ ТРИТОНА X-114.*****Р.А.АЛИЕВА, **Э.Н.МАМЕДОВ,******С.Р.МАРДАНОВА, *Г.Г.ГЮЛЛЯРЛИ*****Бакинский Государственный Университет******Гянджинский Государственный Университет*****Axundzadegullu@rambler.ru***

Изучено комплексообразование олова (II) с реагентом 2, 3, 4-тригидроксифенилазо-5'-сульфонафталин (R) в присутствии Тритона X-114. Установлены оптимальные условия комплексообразования и состав бинарного и разнолигандного комплексов. Было установлено, что с образованием тройного комплекса увеличивается чувствительность и избирательность системы. Разработанная методика была применена для фотометрического определения олова в стандартных образцах медной основы.

Ключевые слова: комплексообразование, светопоглощение, разнолигандный.

Известно, что азосоединения широко применяются для определения олова в природных и промышленных объектах [1; 2]. Ранее было изучено комплексообразование Sn(II) с реагентом 2,3, 4-тригидроксифенилазо-5'-сульфонафталин (R) в присутствии ПАВ-ЦПВг, ЦПСІ, ТМАВг [3; 4]. Было показано, что образование разнолигандных комплексов азосоединений сопровождается повышением чувствительности и избирательности по сравнению с двойным комплексом.

В данной работе изучено комплексообразование Sn(II) с R в присутствии Тритона X-114.

Растворы, реагенты, аппаратура. В работе использовали $1 \cdot 10^{-3}$ M растворы олова (II), 2,3, 4-тригидроксифенилазо-5'-сульфонафталин и Тритона X-114. Растворы олова(II) готовили растворением рассчитанной навески металлического олова в HCl (конц.) по методике[5].

Для создания необходимой кислотности использовали аммиачно-ацетатные буферные растворы (рН 3-11), фиксаж HCl (рН 0-2) и NaOH (рН12-14). Величину рН растворов контролировали с помощью

pH-метра марки pH-121 со стеклянным электродом. Светопоглощение растворов измеряли на спектрофотометре «Lambda-40» с компьютерным обеспечением (фирмы «Perkin Elmer») и на фотоэлектрокалориметре КФК-2, в кювете с толщиной слоя $l=1$ см.

Результаты и их обсуждение. При взаимодействии олово с R образует окрашенное комплексное соединение с максимальным светопоглощением при 425 нм, а сам реагент поглощает при 360 нм. В присутствии Тритона X-114 образуется разнолигандный комплекс Sn(II)-R-Тритон X-114, при этом наблюдается bathochromный сдвиг в спектре поглощения. Максимальное поглощение комплекса Sn(II) с R в присутствии Тритона X-114 наблюдается при 490 нм.

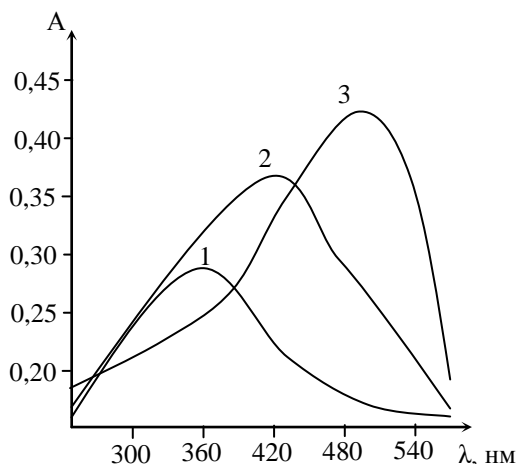


Рис. 1. Спектры светопоглощения реагента и комплексов.
1. R; 2. Sn(II)-R; 3. Sn(II)-R-Тритон X-114

Изучение влияния pH раствора на оптическую плотность комплексов показали, что максимальное светопоглощение Sn(II)-R наблюдается при pH 3-3,2, а комплекса Sn(II)-R-Тритон X-114 при pH 1.

Изучено влияние концентраций реагирующих веществ, температуры и времени на образование разнолигандного комплекса. Для полного связывания ионов олова(II) в комплекс Sn(II)-R необходимо $1 \cdot 10^{-4}$ М R, а в комплекс Sn(II)-R-Тритон- $1,6 \cdot 10^{-5}$ М R и $4 \cdot 10^{-4}$ М Тритона.

Разнолигандный комплекс более устойчив в растворе, по сравнению с бинарным комплексом. Так, если Sn(II)-R устойчив в течение часа и при нагревании до 50°C , то разнолигандный комплекс Sn(II)-R-Тритон устойчив более трех часов и при нагревании до 70°C .

Соотношения компонентов в составе образующихся окрашенных комплексов установлены методами относительного выхода Старика Барбанеля, сдвига равновесия и изомолярных серий [6]. Результаты показали, что соотношение компонентов в бинарном комплексе Sn(II):R равно 1:2, а в разнолигандном комплексе Sn(II):R:Тритон=1:2:1. Методом пере-

сечения кривых определен состав и константы устойчивости комплексов. $\lg\beta_{\text{Sn-R}}=6,50$; $\lg\beta_{\text{Sn-R-тритон}}=15,66$.

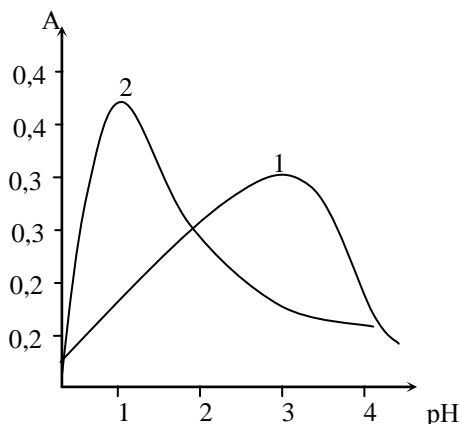


Рис. 2. Зависимость оптической плотности от pH среды.
1. Sn(II)-R; 2. Sn(II)-R-Тритон X-114

Молярные коэффициенты светопоглощения комплексов Sn(II)-R и Sn(II)-R-Тритон при $\lambda_{\text{опт}}$, соответственно, равны $(3,00\pm 0,08)\cdot 10^4$ и $(4,2\pm 0,06)\cdot 10^4$.

Подчиняемость закону Бера соблюдается в диапазоне концентрации олова 0,24-2,38 мкг/мл для бинарного и 0,12-2,14 мкг/мл для комплекса Sn(II)-R-Тритон.

Изучено влияние посторонних ионов и маскирующих веществ на определение олова (II) в виде бинарного и разнолигандного комплексов. Установлено, что в присутствии Тритона X-114 избирательность реакции значительно увеличивается. Определению Sn(II) в виде разнолигандных комплексов не мешают более 1000-кратные избытки ионов Pb(II), Co(II), Cd(II), Mn(II), Zn(II), Ce(III) и др.

Разработанная методика фотометрического определения олова в виде разнолигандного комплекса Sn(II)-R-Тритон применена для определения его в медном сплаве марки М 190-5.

Ход анализа. Навеску образца 0,5 г. при нагревании растворяли в 25 мл азотной кислоты (1:1) и упаривали до влажных солей. Остаток растворяли при нагревании в бидистилляте, фильтровали и промывали горячей водой. Фильтрат и промывные воды переводили в мерную колбу емкостью 100 мл, доводили до метки и хорошо перемешивали. Аликвотную часть раствора, содержащую 0,24-2,14 мкг олова, переносили в мерную колбу вместимостью 25 мл, приливали 1,5 мл $1\cdot 10^{-3}$ M раствора R и 1 мл 1% раствора Тритона X-114 и доводили объем до метки буферным рас-

твором $pH=1$ ($0,1M HCl$). Оптическую плотность раствора измеряли на фотоэлектрокалориметре КФК-2 при $\lambda=490$ нм на фоне контрольного опыта (R+Тритон) в кювете с толщиной слоя $l=1$ см. Содержание олова находили по предварительно построенному градуировочному графику. Среднее стандартное отклонение определения равно $0,020$.

ЛИТЕРАТУРА

1. Чмелинко Ф.А., Жук Л.П., Чмелинко Т.С., Харун М.В. Спектрофотометрическое определение олова со стильбазо в присутствии полисульфонилпиперидинилметилгидроксида // Журн. Аналит. Химии. 2000. т.55, №2, с.166-169.
2. Amin A.S. Determination of tin(IV) in alloys and in canned food by visible spectrophotometric technique using pyrimidine azocompounds in presence of mixed surfactants // Anal. Chem. 2002. v.92, №7, p.729-732.
3. Нагиев Х.Д., Гамбаров Д.Г., Чырагов Ф.М., Мамедов П.Р., Алиева Р.А., Аюбова А.М. Фотометрическое определение олова (II) в медных сплавах //Завод. Лабор. 2003, т.69, №9, с.11-13.
4. Нагиев Х.Д., Гамбаров Д.Г., Мамедов П.Р., Чырагов Ф.М. Фотометрическое определение олова в воде Каспийского моря // Журн. Аналит. Химии. 2005. т.60, №5, с.468-470.
5. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. М.: Наука, 1964. 261 с.
6. Булатов М.И., Калинин Н.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. Л.:Химия, 1986, 432 с.

QALAY (II)-NİN 2, 3, 4-TRİHİDROKSİFENİL AZO-5'-SULFONAFTALİN REAKTİVİ VƏ TRİTON-X 114 İLƏ KOMPLEKSƏMƏLƏGƏTİRMƏSİNİN TƏDQIQI

R.Ə.ƏLİYEV, E.N.MƏMMƏDOV,
S.R.MƏRDANOVA, G.H.GÜLLƏRLİ

XÜLASƏ

Qalay (II)-nin 2, 3, 4-trihidroksifenilazo-5'-sulfonaftalin reaktivini və Triton-X 114 ilə kompleksəmələgətirməsi tədqiq edilmişdir. Kompleksəmələgəlmənin optimal şəraiti müəyyən edilmiş, binar və müxtəlifliqandlı komplekslərin tərkibi təyin edilmişdir. Məlum olmuşdur ki, üçlü kompleksin əmələgəlməsi ilə sistemin həssaslığı və seçiciliyi artmışdır. İşlənmiş metodika mis əsaslı standart nümunədə qalayın fotometrik təyini üçün tətbiq edilmişdir.

Açar sözlər: işiqudma, kompleksəmələgəlmə, müxtəlifliqandlı.

**STUDY OF COMPLEX FORMATION OF TIN (II) WITH 2, 3, 4
TRIHYDROXYPHENILAZO-5'-SULPHONAPHTALIN IN THE
PRESENCE OF TRITON-X 114**

**R.A.ALIYEVA, E.N.MAMEDOV,
S.R.MARDANOVA, G.H.GULLARLI**

SUMMARY

Complex formation of tin (II) with 2, 3, 4 tryhydroxyphenilazo-5'-sulphonaphtalin in the presence of Triton-X 114 is investigated. By spectrophotometric method, optimum conditions of their formation have been found, structures of binary and different-ligand complexes have been established, and their spectrophotometric characteristics have been calculated.

Key words: differentligand, spectrophotometric.

Поступила в редакцию: 05.02.2012 г.

Подписано к печати: 29.03.2012 г.