

**ETİLENDİAMİN İŞTİRAKINDA NİKELİN(II) 2,7-DİSULFO-3,6-DİKLOR-4,5-DİHİDROKSİ-[2-HİDROKSİFENİL AZO] NAFTALİNLƏ KOMPLEKS ƏMƏLƏGƏTİRMƏSİNİN SPEKTROFOTOMETRİK TƏDQIQI**

**R.Ə.ƏLİYEV, F.M.ÇİRAQOV, V.İ.MƏLİKOVA**

*Xromotrop turşusu əsasında 2,7-disulfo-3,6-dixlor-4,5-dihidroksi-[2-hidroksifenilazo] naftalin (r) sintez edilmişdir. Nikelin(ii) sintez olunmuş reaktivlə etilendiamin iştirakında və iştirakı olmadan kompleksəmələgətməsi öyrənilmişdir. Eyniliqanlı (nir) və müxtəlifliqanlı (nir-ed) komplekslər uyğun olaraq ph 4 və 2-də əmələ gəlir. Eyniliqanlı kompleksin tərkibi 1:1, müxtəlifliqanlı kompleksin tərkibi isə 1:1:1 kimidir. Ber qanununa tabeçilik nikelin(ii) uyğun olaraq 0,23-2,78 mkq/ml (nir) və 0,46-1,86 mkq/ml (nir-ed) qatılıq intervalında ödənilir. Komplekslərin molyar udma əmsalları uyğun olaraq 16250 və 22000 –dir. Təyinatə kənar ionların və pərdə-ləyicilərin təsiri öyrənilmişdir. Komplekslərin davamlılıq sabitləri təyin edilmişdir. Lgk<sub>1</sub>=4,52±0,24 (nir); lgk<sub>1</sub>=5,28±0,22 (nir-ed). Nikelin(ii) binar və müxtəlifliqanlı kompleksləri konduktometrik titrləmə metodu ilə tədqiq edilmişdir.*

Примечание [mx1]:

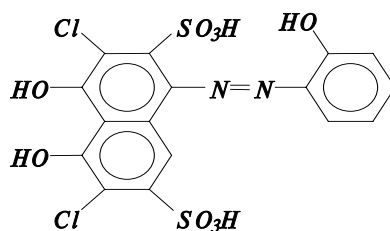
Примечание [mx2]:

Ədəbiyyatdan məlumdur ki, tərkibində hidroksil-, azo-, hidrazo-qruplar saxlayan üzvi reaktivlər nikelin(II) fotometrik təyində geniş tətbiq edilir [1-5]. Tərkibində qeyd edilən funksional qruplar saxlayan reaktivlərlə nikelin(II) əmələ gətirdiyi eyniliqanlı və üçüncü komponentlərin təsiri ilə əmələ gətirdiyi müxtəlifliqanlı komplekslər yüksək analitik parametrlərlə xarakterizə olunur [6].

Bu işdə nikelin (II) 2,7-disulfo-3,6-dixlor-4,5-dihidroksi-[2-hidroksifenilazo] naftalinlə (R) əmələ gətirdiyi eyniliqanlı və etilendiaminin (Ed) təsiri ilə əmələ gətirdiyi müxtəlifliqanlı komplekslər spektrofotometrik metoddla tədqiq edilmişdir.

**Təcrübi hissə**

Reaktiv məlum metodika [7] üzrə xromotrop turşusu əsasında sintez edilmiş və müxtəlif fiziki-kimyəvi analiz metodları ilə identifikasiya edilmişdir:



Reaktivin  $1 \cdot 10^{-3} \text{M}$  məhlulu tünd bənövşəyi rənglidir. Tədqiqat zamanı nikelin(II) və reaktivin  $1 \cdot 10^{-3} \text{M}$  suda məhlullarından, etilendiaminin isə  $1 \cdot 10^{-2} \text{M}$  etanolda məhlulundan istifadə edilib.

Sistemdə lazımi turşuluq yaratmaq üçün  $0,1 \text{ M NH}_4\text{OH}$  və  $0,1 \text{M CH}_3\text{COOH}$  məhlullarından (pH 3-11) və HCl fiksantından (pH 1-2) istifadə edilib. Rəngli məhlulların optiki sıxlıqları KFK-2 fotoelektrokolorimet-rində və Lambda-40 (Perkin Elmer) spektrofotometrində  $1 \text{ sm}$  qalınlıqlı küvetlərdə ölçülmüşdür.

#### Nəticələr və onların müzakirəsi

Əmələ gəlmiş rəngli komplekslərin pH-dan asılı olaraq udma spektri çıxarılmış və müəyyən edilmişdir ki, Ni-R üçün optimal şərait pH 4,  $\lambda=488 \text{ nm}$  (pH 4-də R  $\lambda=493 \text{ nm}$ ), NiR-Ed üçün isə pH 2  $\lambda=545 \text{ nm}$ -dir (pH 2-də R  $\lambda=569 \text{ nm}$ , R-Ed  $\lambda=482 \text{ nm}$ , Ed  $\lambda=484 \text{ nm}$ ).

Təcrübə göstərir ki, NiR kompleksi məhlulda onu əmələ gətirən komponentləri qarşılıqlı təsirdə olduğdan dərhal, NiR-Ed kompleksi isə 5 dəqiqə sonra əmələ gəlir. Kompleksəmələgəlməyə reaktivin və etilendiaminin qatılığının təsiri öyrənilmişdir. NiR kompleksinin əmələ gəlməsi zamanı  $4 \cdot 10^{-5} \text{M}$  nikel(II) ionunu kompleksin tərkibinə keçirmək üçün  $8 \cdot 10^{-4} \text{ M R}$  tələb olunur. NiR-Ed kompleksinin əmələ gəlməsi zamanı isə  $2 \cdot 10^{-5} \text{ M}$  nikel(II) ionunu kompleksin tərkibinə keçirmək üçün  $6 \cdot 10^{-5} \text{ M}$  və  $6,4 \cdot 10^{-5} \text{ M}$  etilendiamin tələb olunur.

Əmələ gəlmiş rəngli kompleks birləşmələrin tərkibi izomolyar seriyalar və Starik-Barbanelin nisbi çıxım metodları ilə təyin edilmişdir. NiR kompleksində komponentlər nisbəti 1:1, NiR-Ed sistemində isə 1:1:1 kimidir. NiR və NiR-Ed komplekslərinin molyar udma əmsalı müvafiq olaraq 16250 və 22000-dir. Nikelin(II) reaktivlə fotometrik təyini zamanı Ber qanununa tabeçilik nikelin(II)  $0,23-2,78 \text{ mkq/ml}$  (NiR),  $0,46-1,86 \text{ mkq/ml}$  (NiR-Ed) qatılıq intervalında ödənilir.

Nikel(II) ionunun təyininə kənar ionların və pərdələyicilərin təsiri öyrənilmişdir (cədvəl 1).

Cədvəl 1

#### Etilendiamin iştirakında və iştirakı olmadan nikelin(II) təyininə kənar ionların və pərdələyicilərin təsiri

Kənar ionlar və pərdələyici maddələr	R	R+Ed	5-(2-metil-4N amino etil-N-benzilsulfonilaminobenzilidin)- rodanin [9]	2- amino- 1-tsiklo heksenditakarbo-minat [10]
Na(I)	1:397	1:793		
K(I)	1:672	1:1345	mane olmur	
Mg(II)	1:124	1:8	*	
Ca(II)	1:207	1:689		
Ba(II)	1:236	1:236	*	
Zn(II)	1:336	1:112		
Cd(II)	1:366	1:386	*	
Mn(II)	1:28	1:189		*

Co(II)	1:461	1:272	*	*
Al(III)	1:5	1:9		
Ga(III)	1:28	1:28		
In(III)	1:20	1:20		
Cu(II)	1:331	1:221		*
Zr(IV)	1:1	1:2		
Mo(VI)	1:828	1:331		
W(VI)	1:952	1:1303		
C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1:22	1:43		
EDTA	1:75	1:64		
Karbamid	1:103	1:207		
Tiokarbamid	1:66	1:262		
Limon turşusu	1:116	1:1386		
Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ·12H <sub>2</sub> O	1:617	1:1234		
Çaxır turşusu	1:258	1:517		
F <sup>-</sup>	1:319	1:128		

\* mane olur

Spektrofotometrik metodla komplekslərin davamlılıq sabitləri hesablanmışdır [8].

$$K_1 = \frac{C_k}{(C_{Me} - C_k)(C_R - C_k)^n}; Me : R = 1 : 1; n = 1; C_k = C_{Me} \left( \frac{\Delta A}{\Delta A_{max}} \right);$$

$$lgK_1 = 4,52 \pm 0,24 \text{ (NiR)},$$

$$K_1 = \frac{C_k}{(C_{Ni-R} - C_k)(C_{En} - C_k)^n}, Ni:R:Ed=1:1:1; n=1. C_k = C_{Ni-R} \left( \frac{\Delta A}{\Delta A_{max}} \right);$$

$$lgK_1 = 5,28 \pm 0,22 \text{ (NiR-Ed)}$$

Nikel(II) duzunun və NiR kompleksinin suda məhlulu uyğun olaraq reaktiv və etilendiamin məhlulu ilə konduktometrik titrlənmişdir (cədvəl 2).

**Cədvəl 2**

**Ni(II) və NiR məhlullarının uyğun olaraq R və Ed-lə konduktometrik titrlənməsinin nəticələri  $\times 10^{-3} \text{ Om}^{-1} \cdot \text{sm}^{-1}$**

V, ml	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0
NiR	4,34	4,46	4,50	4,25	4,20	4,12
NiR-Ed	6,18	6,30	6,20	6,15	6,12	6,00

Komplekslərin spektrofotometrik metodla təyin edilmiş davamlılıq sabitləri ilə onların xüsusi elektrik keçiriciliklərinin müqayisəsi göstərir ki, NiR-Ed sistemi NiR sisteminə nisbətən davamlıdır (cədvəl 1).

## ƏDƏBİYYAT

1. S.A.Terra Licia Helena, Encarnación María Suarez-Jha V. Новый спектрофотометрический метод определения Ni(II) с бензилгидрозином ди-2-пиридилкетона. *Spektrosk. Lett*-1997 V.30. №4, С. 625-639
2. В.Д.Салахов, Н.Н.Басаргин, Е.А.Королева, Ю.Г.Розовский. Концентрирование и определение Co, Ni и Cd в при сточных водах. Тез. докл. Всерос. конф. 'экоаналитика-2000' Краснодар 17-23 сент. 2000, С. 350-351
3. L. Shao-Ru, P.Jing-Dong, D.Chan-Yue. Разделение и определение Be(II), Cr(II), Cu(II), Fe(II) и Ni(II) с помощью двух цветных реагентов хромотропа 2С и TAN методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии. *Chem J Chin.Univ* .2001 V.22, № 12, С. 1996-1999
4. Л.В.Трубачева, С.П.Чернова, Ю.А. Матросова. Азосоединения, содержащие арсогруппу, как реагенты для спектрофотометрического определения никеля(2+). Комплексообразование и электрохимические процессы в поликомпонентных системах. 2000, № 2, С.130-150
5. S.Visente, N.Maniobbo, Z.Queiroz, F.Zayatto, A.G.Elias. Спектрофотометрическое проточно-инжекционное определение никеля в биологических материалах. *Talanta* 2002, V. 57, № 3, С. 475-480
6. В.Ф. Бородкин. Химия красителей. М.: Изд.«Химия», 1981. 248 с.
7. А.И. Бусев. Синтез новых органических реагентов для неорганического анализа. М.: Изд. МГУ, 1972. 245 с.
8. М.И.Булатов, И.П. Калинин. Практическое руководство по фотометрическим методом анализа. М.: Химия, 1986, 432 с
9. S. Ganēhe, A. Prodhan, M. Dave Gamtom. 5-(2-метил-4N-цианоэтил-N-бензилсульфонил-аминобензилидин)-роданин как селективный реагент для быстрого спектрофотометрического определения меди, серебра и никеля. *Orental J Chem*-1999 V.15, № 1, С.189-190
10. Ensafi Ali. A, T.Ahayamian, B. Hemmateenijad. Проточно-инжекционное спектрофотометрическое определение никеля посредством комплексообразования с применением оптимизации методом факторного планирования. *Lett*-1999, V. 32, №1, С.111-122

### СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ НИКЕЛЯ(II) С 2,7-ДИСУЛФО-3,6-ДИХЛОР-4,5-ДИГИДРОКСИ-[2-ГИДРОКСИФЕНИЛАЗО] НАФТАЛИНОМ В ПРИСУТСТВИИ ЭТИЛЕНДИАМИНА

Р.А.АЛИЕВА, Ф.М.ЧЫРАГОВ, В.И. МЕЛИКОВА

#### АННОТАЦИЯ

На основе хромотроповой кислоты был синтезирован 2,7-дисулко-3,6-дихлор-4,5-дигидрокси-[2-гидроксифенилазо] нафталин. Было изучено комплексообразование никеля(II) с синтезированным реактивом в присутствии и отсутствии этилендиамина. Однородно (NiR) и смешаннолигандные (NiR-Ed) комплексы образуются соответственно при рН 4 и 2. Состав однородного комплекса 1:1 и

смешаннолигандного 1:1:1. Интервал подчиняемости закону Бера для никеля установлен в концентрациях 0,23-2,78 мкг/мл (NiR), 0,46-1,86 мкг/мл (NiR-Ed). Молярные коэффициенты поглощения комплексов 16250 и 22000. Было изучено влияние посторонних ионов и маскирующих веществ на определение. Константы устойчивости комплексов:  $\lg K_1=4,52\pm 0,24$  (NiR);  $\lg K_1=5,28\pm 0,22$  (NiR-Ed). Полученные комплексы никеля были исследованы методом кондуктометрического титрования.

**PHOTOMETRIC STUDY OF COMPLEX FORMATION OF NICKEL(II) 2,7-DISULPHO-3,6-DICHLORINE-4,5-DIHYDROXY-[2-HYDROXYPHENYLAZO] NAPHTALENE IN THE PRESENCE OF ETHYLENDIAMINE**

**R.A.ALIEVA, F.M.CHIRAQOV, V.I.MELIKOVA**

**ABSTRACT**

2,7-disulpho-3,6-dichlorine-4,5-dihydroxy-[2-hydroxyphenylazo] naphthalene has been synthesized that based on chromotropic acid. Complex formation of nickel with synthesized reagent has been investigated in the presence and absence of ethylenediamine. Binary (Ni-R) and triple (NiR-Ed) complex form at pH 4 and pH 2, respectively. The composition proportion of binary system is 1:1 and the composition proportion triple complex is 1:1:1. the concentration interval of nickel which obeying Beer law in the NiR 0,23-2,78 мкг/мл, and in the NiR-Ed is 0,46-1,86 мкг/мл. Molar absorptivities of complexes are 16250 and 22000, respectively. The effect of interfering ions and masking agents has been learned. Stability constants of complexes have been determined:  $\lg K_1=4,52\pm 0,24$  and  $\lg K_1=5,28\pm 0,22$ . Obtained complexes of nickel have been investigated with conductometric titration method.