

**2,2',3,4 – ТЕТРАОКСИ – 3' – СУЛЬФО – 5' – НИТРОАЗОБЕНЗОЛ  
КАК АНАЛИТИЧЕСКИЙ РЕАГЕНТ ДЛЯ ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА (III)****Р.А.АЛИЕВА, М.Ф.МАМЕДОВА, Ф.М.ЧЫРАГОВ**

*Фотометрическим методом изучено комплексообразование железа (III) с азосоединением на основе пирогаллола 2,2',3,4-тетраокси-3'-сульфо-5'-нитроазобензолом. Установлены оптимальные условия комплексообразования и определен состав комплекса. Разработана высокоселективная методика фотометрического определения железа в вулканизированной горной породе из Кельбаджарского района.*

Для фотометрического определения железа (III) широко применяются органические реагенты, содержащие донорные атомы кислорода и азота [1]. Азосоединения на основе пирогаллола, содержащие донорные атомы O и N, являются перспективными реагентами в аналитической химии для фотометрического и экстракционно – фотометрического определения ионов ряда металлов [2]. Цель настоящей работы заключается в изучении комплексообразования железа (III) с азосоединением на основе пирогаллола - 2,2',3,4 – тетраокси – 3' – сульфо - 5'– нитроазобензолом и в разработке селективной методики фотометрического определения его в сложных объектах.

**Экспериментальная часть**

**Аппаратура.** Оптическую плотность 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. Значение pH анализируемых растворов контролировали pH – метром марки pH-121 со стеклянным электродом.

**Реагенты и растворы.** В работе использовали  $1 \cdot 10^{-3}$  М водный раствор 2,2',3,4-тетраокси-3'-сульфо-5'-нитроазобензола (R). Исходный раствор железа (III) с концентрацией  $1 \cdot 10^{-1}$  М готовили растворением рассчитанной навески металлического железа в HCl с последующим добавлением  $\text{HNO}_3$  по методике [3]. Рабочий  $2 \cdot 10^{-3}$  М раствор железа (III) готовили разбавлением исходного дистиллированной воды.

Для создания необходимых значений рН использовали фиксанал HCl (рН 0-2) и аммиачно-ацетатные буферные растворы (рН 3 - 11). Все использованные реагенты имели квалификацию ч.д.а.

### Результаты и их обсуждение

При взаимодействии ионов Fe(III) с реагентом образуется окрашенное комплексное соединение с максимальным светопоглощением при  $\lambda = 432$  нм, сам реагент поглощает при  $\lambda = 405$  нм.

Изучена зависимость комплексообразования Fe(III) от величины рН раствора. Установлено, что комплексообразование наблюдается в кислой среде при рН = 0-5. Максимальный выход комплекса наблюдается при рН=0(1,0М HCl). Для полного связывания ионов железа в комплекс необходима  $1,2 \cdot 10^{-4}$ М концентрация реагента.

Изучение влияния времени и температуры на образование и устойчивость комплекса показало, что комплекс образуется сразу после смешивания растворов и не меняются оптические плотности по крайней мере в течение суток и при прогревании до 70<sup>0</sup>С.

Методами изомолярных серий, относительного выхода Старика–Барбанеля и сдвига равновесия установлено молярное соотношение образующегося окрашенного соединения [4]. Найдено, что соотношение Fe:R равно 1:2. Методом Астахова определены числа протонов, выделяющихся в результате комплексообразования и подтверждены указанные соотношения компонентов в комплексе [5].

Молярный коэффициент светопоглощения комплекса при  $\lambda_{\text{опт}}$  составляет 8500. Закон Бера соблюдается в интервале 0,9 – 4,48 мкг Fe(III) мл.

Изучено влияние посторонних ионов на фотометрическое определение железа (III). Определению железа (III) не мешают (кратные количества): Ва(II) (1835);  $\text{HPO}_4^{2-}$  (1598); трилон Б (1107); лимонная кислота (2000); Cd (II) (1500);  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  (923); Sr(II) (906) (табл. 1).

Таблица 1

#### Допустимые соотношения посторонних и маскирующих веществ к железу при ее определении в виде бинарного комплекса

Посторонние ионы и вещества	Fe-R <sub>1</sub>	Бисацетилацетон этилендиимин[6]	О-фенантролин [7]
1	2	3	4
Na(I)	1: 342		
K(I)	1:580		
Ca(II)	1 :535	1:200	1:10
Ba(II)	1 :1835	1:200	1:50
Sr(II)	1:906	1:200	1:500
Mg(II)	1:250		

1	2	3	4
Cu(II)	1:95		1:10
Zn (II)	1:870	1:66	
Cd(II)	1:1500	1:30	1:500
Mn(II)	1:572	1:110	1:10
Pb(II)	1:308	1:105	1:10
Ni(II)	1:614	1:30	
Cr (III)	1:76	1:20	
Al(III)	1:281	1:27	
Zr(IV)	1:14	1:200	
Co(II)	1:614	1:30	1:10
Hf(IV)	1:26		
W(VI)	1:272		
Mo(VI)	1:14	1:50	
Sc(III)	1:15		
$C_2O_4^{2-}$	1:923		
Трилон Б	1:1107	1:1	
Лимонная кис.	1:2000		
Винная кис.	1:1116	1:30	1:1000
Мочевина	1:446		
$Na_2HPO_4$	1:1598	1:200	
$NH_4F$	1:165	1:250	1:5

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 25 мл вводили от 0,1 до 1,0 мл  $5 \cdot 10^{-3}$  М раствора Fe(III), приливали 3,0 мл  $1 \cdot 10^{-3}$  М раствора R, доводили объем до метки с 1,0 М HCl. Затем измеряли оптическую плотность на приборе КФК-2 при  $\lambda=440$  нм.

Для анализа вулканизированной горной породы было взято 3 образца из Кельбаджарского района. 1 г взятого образца растворяется в 3 мл HCl, 1 мл  $HNO_3$  и 4 мл HF. Для полного удаления HF полученную массу обрабатывали 3-4 раза 4 мл  $HNO_3$ . Полученный осадок, растворив в дистиллированной воде, перевели в мерную колбу на 50 мл. Аликвотную часть этого раствора перевели в мерную колбу на 25 мл, сюда же ввели 2 мл  $1 \cdot 10^{-3}$  м R и разбавляли до метки буферным раствором pH 0. Оптическая плотность окрашенного раствора измеряли при 440 нм в кювете с толщиной слоя 1 см.

Таблица 2

**Результаты определения железа (III) в вулканизированной горной породе, взятой из Кельбаджарского района**

Стандартный образец	КФК-2	AAS-N
	найдено железа(III), %	найдено железа(III), %
1	1,40±0,04	1,40±0,01
2	2,80±0,03	2,81±0,02
3	1,19±0,03	1,19±0,01

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ф.Умланд, А.Янсен, Д.Тириг, Г.Вюнш (Пер. с немецкого д.х.н. О.Н.Петрухина) Комплексные соединения в аналитической химии. Изд. Мир: Москва 1975.с.499.
2. Гамбаров Д.Г. Новый класс фотометрических реагентов - азосоединения на основе пирогаллола. Дисс. на соиск. уч. степ. док. хим. наук. –М. 1984. – 295 с.
3. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химическо-аналитических работ. М.: Наука. 1964. – 261 с.
4. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. Л.: Химия, 1986 – 432 с.
5. Астахов К.В., Вериникин В.Б., Зимин В.И., Зверькова. //Журн. неорганической химии. 1961. Т.6. С. 2069.
6. Гамбаров Д.Г., Бабаев А. К., Билалов С.Б. Способ фотометрического определения железа.-Авторское свидетельство СССР № 570820,1977,Бюл. Изобр. и откр.,1977, № 326.
7. Немодрук А.А., Абалкина В.М., Мерейская Л.В., Бурмистров М.Т. Руководство, методы аналитического контроля в цветной металлургии. М. 1983, Т. 9. – 92 с.

### **2,2',3,4-TETRAOKSI-3'-SULFO-5'-NİTROAZOBENZOL DƏMİRİN(III) FOTOMETRİK TƏYİNİNDƏ ANALİTİK REAGENT KİMİ**

**R.Ə.ƏLİEVA, M.F.MƏMMƏDOVA, F.M.ÇİRAQOV**

#### ANNOTASIYA

Fotometrik metodla dəmirin(III) piroqallol əsasında sintez edilmiş azobirləşmə-2,2',3,4-tetraoksi-3'-sulfo-5'-nitroazobenzolla kompleks-əmələgətirməsi öyrənilmişdir. Kompleksəmələgəlmənin optimal şəraiti müəyyən edilmiş və kompleksin tərkibi təyin edilmişdir. Kəlbəcər rayonundan götürülmüş vulkan mənşəli dağ süxurlarında dəmirin təyini üçün yüksək seçicilikli fotometrik metodika işlənilmişdir.

### **THE ANALYTICAL REAGENT 2,2',3,4-TETRAOXY-3' SULPHO-5'-NITROAZOBENZENE FOR PHOTOMETRIC DETERMINATION OF IRON(III)**

**R.A.ALIYEVA, M.F.MAMMADOVA, F.M.CHIRAQOV**

#### ABSTRACT

It has been studied complex formation iron (III) with 2,2',3,4-tetraoxy-3'-sulpho-5'-nitroazobenzene-azocompounds on the basis of pirohallol.

The optimal condition of complex formation has been established and has been determined structure of complex. The high selectivity method of photometric determination iron in vulcanized mountainous rock taking from Kelbedjar region.