BAKI UNİVERSİTETİNİN XƏBƏRLƏRİ

№3 Təbiət elmləri seriyası 2009

TRİTON X-114 İŞTİRAKINDA VƏ İŞTİRAKI OLMADAN U(VI)-LA *BIS*-[2,3,4-TRİHİDROKSİFENİLAZO] BENZİDİNİN KOMPLEKSƏMƏLƏGƏTİRMƏSİNİN SPEKTROFOTOMETRİK TƏDQİQİ

S.R.HACIYEVA, F.M.ÇIRAQOV, F.N.BƏHMƏNOVA

Bakı Dövlət Universiteti

fidancem-82@rambler.ru

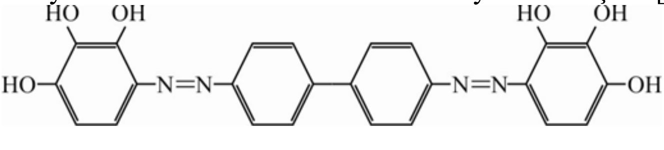
Piroqallol əsasında bis-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidin (R) sintez edilmişdir. Uranın (VI) sintez olunmuş reaktivlə Triton X-114(Tri) iştirakında və iştirakı olmadan kompleksəmələgətirməsi öyrənilmişdir. Eyniliqandlı (UR) və müxtəlifliqandlı (UR-Tri) komplekslər uyğun olaraq pH 6 və pH 4-də əmələ gəlir. Eyniliqandlı kompleksin tərkibi 1:2, müxtəlifliqandlı kompleksin tərkibi isə 1:2:1 kimidir. Ber qanununa tabeçilik Uranın(VI) uyğun olaraq 0,952-3,808 mkq/ml (U-R) və 0,238-2,856 mkq/ml (UR-Tri) qatılıq intervalında ödənilir. Ən kiçik kvadratlar metodu ilə dərəcəli qrafikin tənliyi çıxarılmışdır. Komplekslərin molyar udma əmsalları uyğun olaraq 21000 və 17500–dür. Təyinata kənar ionların və pərdələyicilərin təsiri öyrənilmişdir. Komplekslərin davamlılıq sabitləri təyin edilmişdir: lgβ=4,50±0,04 (UR); lgβ=11,90±0,02 (UR-Tri) təyin edilmiş:

Uranın (VI) mikromiqdarlarını təyin etmək üçün fotometrik metodlar daha perspektivdir [1-3]. Uranın (VI) fotometrik təyini üçün ədəbiyyatda bir sıra reaqentlər təsvir olunub. Ən yaxşı öyrənilən üzvi reaqentlər arsenazo I, arsenazo III, BrPADAF-dır [4]. Uranın (VI) spektrofotometrik təyinində, həmçinin l-askorbin turşusu, kakotelin, xromotrop turşusu, S alizarin qırmızısı istifadə olunur [5]. Lakin bütün bu sadalanan reaqentlər yüksək analitik parametrlərlə seçilmirlər. Buna görə uranın (VI) təyini üçün yeni fotometrik metodların işlənib hazırlanması aktual məsələdir. Tədqiqat obyekti kimi piroqallol əsaslı azobirləşmələr götürülmüşdür.

Təqdim olunan işdə uranın (VI) *bis*-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidinlə (R) əmələ gətirdiyi eyniliqandlı və Triton X-114 (Tri) təsiri ilə əmələ gətirdiyi müxtəlifliqandlı kompleksi spektrofotometrik metodla tədqiq edilmişdir.

Təcrübi hissə

Reaktiv məlum metodika [6] üzrə piroqallol əsasında sintez edilmiş və müxtəlif fiziki-kimyəvi analiz metodları ilə identifikasiya olunmuşdur [7].



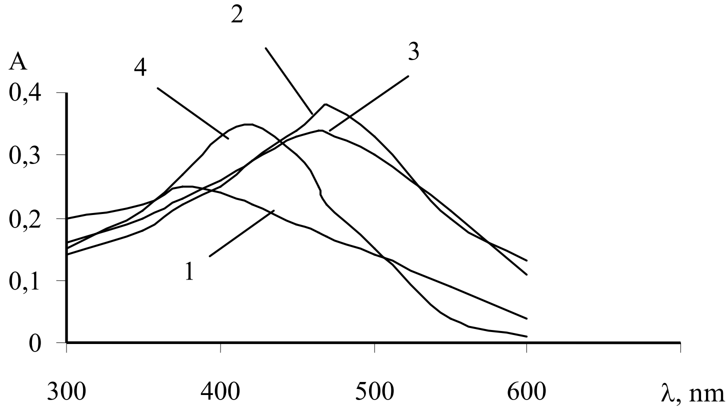
İK- spektrləri (sm^{-1}) 1440 (-N=N-), 3600-4000 (Ar-OH)

Uranın (VI) ilkin məhlulu ($1\cdot10^{-2}$M) kimyəvi təmiz $UO_2SO_4\cdot3H_2O$ duzunun distillə suyunda həll edilməsindən alınır [8]. Uranın kiçik qatılıqlı məhlulları ilkin məhlulun distillə suyu ilə durulaşdırılmasından alınır. Tədqiqat zamanı reaktivin və Triton X-114-ün $1\cdot10^{-3}$M etanolda məhlulundan istifadə edilib.

Sistemdə lazımi turşuluq yaratmaq üçün 0,1 M NH_4OH və 0,1M CH_3COOH məhlullarından (pH 3-11) və HCl fiksanalından (pH 1-2) istifadə edilib. Rəngli məhlulların optiki sıxlıqları KFK-2 fotoelektrokalorimetrində və Lambda-40 (Perkin Elmer) spektrofotometrində 1 sm qalınlıqlı küvetlərdə ölçülmüşdür.

Nəticələr və onların müzakirəsi

Əmələ gəlmiş rəngli komplekslərin pH-dan asılı olaraq udma spektri çıxarılmış və müəyyən edilmişdir ki, U-R üçün optimal şərait pH 6, λ=470 nm (pH 6-də R λ=365nm), UR-Tri üçun isə pH 4 λ=464 nm-dir (pH 4-də R λ=365 nm, R-Tri λ=421 nm) (şəkil 1).



Şək. 1. Uranın (VI) *bis*-[2,3,4-trihidroksifenilazo] benzidinlə triton X-114 iştirakında və iştirakı olmadan komplekslərin udma spektrləri: 1 – R; 2 – R-Me; 3 – R-Me-Tri; 4 – R-Tri

Təcrübə göstərir ki, UR, UR-Tri kompleksləri məhlulda onu əmələ gətirən komponentləri qarşılıqlı təsirdə olduqda dərhal əmələ gəlir. Kompleksəmələgəlməyə reaktivin və Triton X-114-ün qatılığının təsiri öyrənilmişdir. UR kompleksinin əmələ gəlməsi zamanı uran (VI) ionunu kompleksin tərkibinə keçirmək üçün $1\cdot10^{-4}$ M R tələb olunur. UR-Tri kompleksinin əmələ gəlməsi zamanı isə uran (VI) ionunu kompleksin tərkibinə keçirmək üçün $8\cdot10^{-5}$ M R və $1,6\cdot10^{-6}$ M Triton X-114 tələb olunur.

Əmələ gəlmiş rəngli kompleks birləşmələrin tərkibi izomolyar seriyalar və Starik-Barbanelin nisbi çıxım, tarazlığın sürüşməsi metodları ilə təyin edilmişdir. UR kompleksində komponentlər nisbəti 1:2, UR-Tri sistemində isə 1:2:1 kimidir. Əmələ gəlmiş komplekslərin molyar udma əmsalları hesablanmışdır [9]. UR və UR-Tri komplekslərinin molyar udma əmsalı müvafiq olaraq 21000 və 17500-dür. Uranın (VI) reaktivlə fotometrik təyini zamanı Ber qanununa tabeçilik uranın (VI) 0,952-3,808 mkq/ml (UR)və 0,238-2,856 mkq/ml (UR-Tri) qatılıq intervalında ödənilir.

Uranın (VI) üçüncü komponentin iştirakı ilə və iştirakı olmadan *A=f(c)* asılılığı aşağıdakı xətti tənliklərlə ifadə olunur:

UR $A=(0,80\pm0,05)\cdot10^{-1}c+(1,00\pm0,02)\cdot10^{-2}$

UR- Tri $A=(1,10\pm0,01)\cdot10^{-1}c-(1,40\pm0,05)\cdot10^{-2}$

Spektrofotometrik metodla komplekslərin davamlılıq sabitləri hesablanmışdır [9].

$$K_1=\frac{C_k}{(C_{Me}-C_k)(C_R-C_k)^n};\ Me : R = 1:2; n=1; C_k=C_{Me}(\frac{\Delta A}{\Delta A_{max}});$$

lgβ=4,50±0,04 (UR);

$$K_1=\frac{C_k}{(C_{U-R}-C_k)(C_{Tri}-C_k)^n},\ U:R:Tri=1:2:1;\ n=1.\ C_k=C_{U-R}(\frac{\Delta A}{\Delta A_{max}});$$

lgβ=11,90±0,02 (UR-Tri).

Uran (VI) ionunun təyininə kənar ionların və pərdələyicilərin təsiri öyrənilmişdir (cədvəl 1).

Cədvəl 1

Uranın(VI) kompleksəmələgəlməsinə kənar ion və pərdələyicilərin təsiri

Kənar ion və pərdələyicilər	U:R	U:R: Tri	[1] görə
Na^{+}	2415	3403	
K^{+}	4096	5019	
Ca^{+2}	420	533	Mane olur
Ba^{+2}	1439	1488	
Cd^{+2}	1176	1227	
Cu	40	43	
Zn^{+2}	683	727	
Ni^{+2}	372	493	
Mn^{+2}	462	495	
Mg^{+2}	227	329	
Cr^{+3}	328	369	
Al^{+3}	57	67	Mane olur
Fe^{+3}	13	20	Mane olur
Co^{+4}	37,2	28	
Pb^{+4}	435	435	
V^{+5}	0,1	4	
Sm^{+3}	14	19	
Se^{+3}	0,3	5	
Nd^{+3}	21	23	
EDTA	23	35	
NH_4F	3	6	
Tiokarbamid	96	110	
Çaxır turşusu	10	29	
Limon turşusu	3	5	
$Na_2HPO_4\cdot12H_2O$	14	17	

Cədvəldən görünür ki, sintez olunan reaktiv üçüncü komponentin iştirakında daha seçicidir.

ƏDƏBİYYAT

1. Lin Chun. Спектрофотометрическое определение следовых количеств урана в летучей золе с применением 5-Br-PADAP // Spektrosc. Lab, 2006, v. 23, №3, c. 513-515.

2. Юсов.А.Б., Федосеев А.М. Спектрофотометрическое исследование взаимодействия уранила с ортокремниевой кислотой и полимерными кремневыми кислотами в водных растворах.// Радиохимия. 2005, v. 47, №4, с. 315-321.
3. Lin Yia-yuang //Yankuang ceshi=Rock and Mineral. Anal. 2004. v. 23, №3, с. 187-190.
4. Упор Э., Мохаи М., Новак Д. Фотометрические методы определения следов неорганических соединений. М.: Мир, 1985. 359 с.
5. Казакова В.М. Аналитическая химия урана и тория. М.: Иностранная литература, 1956, 367 с.
6. Гамбаров Д.Г. Новый класс фотометрических реагентов-азосоединения на основе пирогаллола. / Дисс. на соиск. учен. степ. док. хим. наук. М.: МГУ, 1984. 295 с.
7. Алиева Р.А, Гаджиева С.Р., Валиев В.Н., Чырагов Ф.М. Исследование взаимодействия в системе молибден(VI)–бис[2,3,4тригидроксифенилазо] бензидин – Катионные поверхностно–активные вещества // Завод.лабор. Диагностика матер. 2007, т.73, №8, с.20-23.
8. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. М.: Наука, 1964, 261 с.
9. Булатов М.И, Калинкин И. П. Практическое руководство по фотометрическим и спектрофотометрическим методам анализа. Л.: Химия, 1986, 432 с.
10. Шевченко Ф.Д. // Укр.хим.журн. 1965, т. 31, №1, с. 229.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ УРАНА (VI) с *БИС*-[2,3,4-ТРИГИДРОКСИФЕНИЛАЗО] БЕНЗИДИНОМ В ПРИСУТСТВИИ И ОТСУТСТВИИ ТРИТОН Х-114

С.Р.ГАДЖИЕВА, Ф.М.ЧЫРАГОВ, Ф.Н.БАХМАНОВА

РЕЗЮМЕ

На основе пирогаллола был синтезирован *бис*-[2,3,4-тригидроксифенилазо] бензидин. Было изучено комплексообразование урана(VI) с синтезированным реактивом в присутствии и отсутствии тритона. Однородно (UR) и смешаннолигандные (UR-Tri) комплексы образуются, соответственно, при pH 6 и 4 . Состав однородного комплекса 1:2 и смешаннолигандного 1:2:1. Интервал подчиняемости закону Бера для урана установлен в концентрациях 1,904-7,61 мкг/мл (UR), 0,476-5,712 мкг/мл (UR-Tri). Молярные коэффициенты поглощения комплексов 21000 и 17500. Было изучено влияние посторонних ионов и маскирующих веществ на определение. Константы устойчивости комплексов: lgβ=4,50±0,04 (UR); lgβ=11,90±0,02 (UR-Tri)

PHOTOMETRIC STUDY OF COMPLEX FORMATION OF URANIUM (VI) WITH BIS [2,3,4-TRIHIDROKSIPHENILAZO]BENZIDINE IN THE PRESENCE OF TRITONIUM

S.R.HAJIYEVA, F.M.CHIRAQOV, F.N.BAHMANOVA

SUMMARY

Bis [2,3,4-trihidroksiphenilazo] benzidine has been synthesized based on pirohallol. Complex formation of uranium (VI) with synthesized reagent has been investigated in the presence and absence of tritonium. Binary (U-R) and triple (UR-Tri) complexes form at pH 6 and pH 4, respectively. The composition proportion of binary system is 1:2 and the composition proportion of triple complex is 1:2:1. The concentration interval of uranium obeying Beer low in the UR is 1,904-7,61 mkq/ml, and in the UR-Tri is 0,476-5,712 mkq/ml. Molar absobtivities of complexes are 21000 and 17500 respectively. The effect of interfering ions and masking agents has been studied. Stability constants of complexes have been determined: лэβ=4,50±0,04 (УР); лэβ=11,90±0,02 (УР-Три).