

UOT 543.420.62: 546.712

**MANQANIN(II) 1,10 FENANTROLİN VƏ
m-NİTROBENZOLAZOSALİSİL TURŞUSU İLƏ EKSTRAKSİYALI
FOTOMETRİK TƏYİNİ**

N.X.RÜSTƏMOV, G.Q.ABBASOVA, N.M.MUSTAFAYEV
Azərbaycan Milli EA akad. M.F.Nağıyev adına Kimya Problemləri İnstitutu
veliyeva_g@mail.ru

Spektrofotometrik üsulla manqanın (II) 1,10-fenantrolin və m-nitrobenzola-zosalisil turşusu ilə müxtəlifliqandlı kompleksi tədqiq edilmişdir. Kompleksin əmələgəlmə və ekstraksiya şəraiti, tərkibi, fiziki-kimyəvi, analitik xassələri tapılmışdır. Manqanın ekstaksiyalı-fotometrik təyini metodikası işlənmiş və təyinatə kənar ionların təsiri öyrənilmişdir.

Açar sözlər: ekstraksiya, fotometriya, kompleksəmələgəlmə, manqan.

Müxtəlif təbii və sənaye obyektlərində manqanın (II) fotometrik təyini üçün istifadə olunan klassik metodikalar üstünlüyə malik olsalar da müəyyən qüsurlara da malikdirlər. Məs., permanqanat ionunun rənginə görə manqanın təyini üsulu seçici olsa da həssaslığı aşağıdır [1]. Manqanın formaldoksimlə təyini üsulu kifayət qədər həssasdır, lakin seçiciliyi aşağıdır [2]. Buna görə də bu obyektlərdə manqanın mikromiqdarının təyini üçün yeni fotometrik metodikaların hazırlanması hələ də aktual məsələdir.

Dərman preparatlarında manqanın (II) mikromiqdarının metiltimol göyü ilə təyini metodikası işlənmişdir. Bu metodika $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 - \text{NaOH}$ mühitində metiltimol göyünün H_2O_2 ilə oksidləşməsi reaksiyasına əsaslanır. Dərəcəli qrafik 0,2-40,0 mkq/l intervalında xəttidir [3].

Bitkilərdə və digər təbii materiallarda manqanın (VII) təyini üçün yeni fotometrik metodika işlənmişdir. Bu metodika trifenilmetan boyası olan toluidin mavisinin MnO_4^- ionu ilə ion-assosiatı əmələ gətirməsinə və onun ekstraksiyasına əsaslanır [4].

Mn(II)-in aromatik diaminlərdən – 1,10-fenantrolin (FEN) və xromogen üzvi reagentlərdən – 3-nitrobenzol-1-azo-1'-(3'-karboksi-4'-hidroksibenzol) – alizarin sarısı J (AIJJ) ilə müxtəlifliqandlı kompleksi (MLK) tədqiq edilmiş və bu birləşmə əsasında manqanın təyininin yeni sadə, həssas və iqtisadi cəhətdən səmərəli ekstraksiyalı-fotometrik metodikası işlənmişdir.

TƏCRÜBİ HİSSƏ

Məhlul və reagentlər: $1,52 \cdot 10^{-2}$ M qatılıqlı standart Mn(II) ionu məhlulu “ч.д.а.” təsnifatlı $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ duzundan hazırlanmış və manqanın miqdarı qravimetrik üsulla dəqiqləşdirilmişdir [5].

Mn(II)-in $4,5 \cdot 10^{-4}$ M işçi məhlulu ilkin məhlulu distillə suyu ilə durulaşdırmaqla alınmışdır. $5 \cdot 10^{-3}$ M AIJJ məhlulu pH-ı əvvəlcədən 12-yə çətdirilmiş suda hazırlanmışdır. $1 \cdot 10^{-2}$ M FEN məhlulu Çexoslovakiyanın “Chemapol” firmasının istehsalı olan preparatın hesablanmış miqdarını 50%-li (həcmcə) etəndə həll etməklə hazırlanmışdır.

Lazımı pH-ı yaratmaq üçün 0,1 M CH_3COOH və NaOH, yaxud universal və ya borat bufer məhlullarından istifadə edilmişdir.

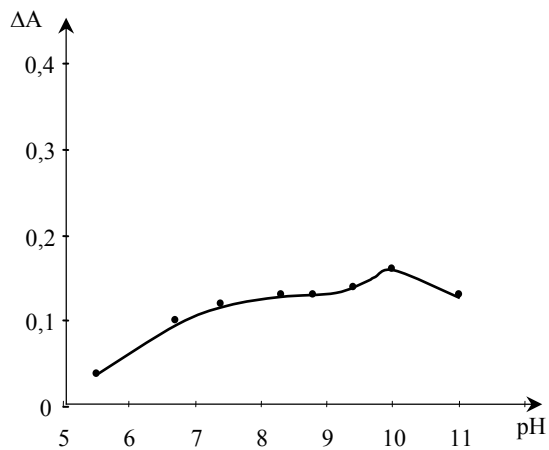
Cihazlar: Rəngli ekstraktların optiki sıxlığı CФ-46 spektrofotometri və ya КФК-2 fotoelektrokolorimetrində, $l=0,5-1,0$ sm qalınlıqlı küvetdə ölçülmüşdür. Tədqiq olunan məhlulların pH-ına EB-74 universal ionomeri ilə nəzarət edilmişdir.

Təcrübənin metodikası: Şlifli tıxaclı dərəcələnməmiş sınaq şüşəsində və ya ayırıcı qıfda müəyyən miqdarda Mn(II) məhlulu üzərinə müvafiq miqdarda FEN və AIJJ məhlulları əlavə edilir. Sonra bufer məhlul əlavə edilərək ümumi həcm 10 ml-ə çətdirilir. Qarışıq üzərinə 5 ml üzvi həlledici əlavə edilərək 1 dəqiqə çalxalanır. Fazalar ayrıldıqda rəngli ekstrakt küvetə keçirilir və suya nəzərən optiki sıxlığı ölçülür. Analoji olaraq manqansız təcrübə aparılır və reagent ekstraktının optiki sıxlığı da suya nəzərən ölçülür.

Nəticələrin müzakirəsi: Mn(II)-in FEN və AIJJ ilə kompleksinin və reagentlərin pH-ın müxtəlif qiymətlərində və dalğa uzunluğunun geniş intervallında udma spektrləri çıxarılmışdır. Məlum olmuşdur ki, pH-ın $5,0 \div 11,0$ qiymətlərində bir tərkibli kompleks əmələ gəlir. Kompleksin maksimal çıxımı pH-ın 10 qiymətində (şək.1) və maksimum işıqudması isə 370 nm dalğa uzunluğunda müşahidə olunmuşdur (şək.2).

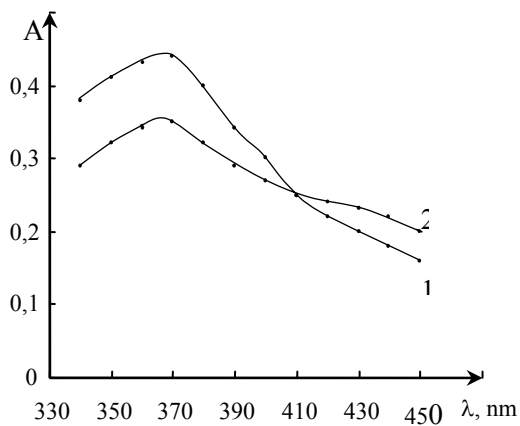
Kompleksin əmələgəlməsinə və onun ekstraksiyasına FEN və AIJJ-in qatılıqlarının təsiri öyrənilmişdir. Mn(II)-in diaminat kompleksinin maksimal əmələgəlməsi üçün FEN-in optimal qatılığı $5 \cdot 10^{-4}$ M, diaminat kompleksinin müxtəlifliqandlı kompleksə maksimal keçməsi və onun ekstraksiyası üçün AIJJ-in optimal qatılığı isə $3 \cdot 10^{-4}$ M olmuşdur. FEN və AIJJ-in artıq miqdarı kompleksin əmələgəlmə və ekstraksiyasına təsir etmir. Belə ki, kompleksin əmələgəlmə şəraitində xromogen üzvi reagentin karboksil qrupu ionlaşmış və yüklü vəziyyətdə, əsasən, ekstraksiya olunmur.

Mn(II)-in FEN və AIJJ ilə MLK-i müxtəlif üzvi həlledicilərlə ekstraksiya olunur. Ən yaxşı nəticələr xloroform və dixloretandan istifadə edildikdə alınmışdır. Su fazasının optimal həcmi 10-25 ml, üzvi fazanın optimal həcmi isə 5 ml olduğu müəyyən edilmişdir.



Şəkil.1. Mn(II)-in FEN və AIJJ ilə kompleksinin əmələgəlmə və ekstraksiyasına pH-ın təsiri:

$C_{Mn(II)}=2,23 \cdot 10^{-5}M$, $C_{FEN}=2 \cdot 10^{-4}M$, $C_{AIJJ}=1,5 \cdot 10^{-4}M$.
KФК 2, $l=0,5$ sm, $\lambda=400$ nm.



Şəkil.2. Kompleksin (1) və reagentin (2) xloroform ekstraktlarının işıqudma spektrləri:

$(C_{Mn}=2,23 \cdot 10^{-5}M$, $C_{FEN}=2 \cdot 10^{-4}M$, $C_{AIJJ}=1,5 \cdot 10^{-4}M$,
CФ-46, $l=1,0$ sm).

Mn-FEN-AIJJ kompleksi reagentlər əlavə edilib, çalxalandığı zaman əmələ gəlir, ekstraksiya zamanı 1 dəqiqə çalxalandıqda tarazlıq yaranır. Reagentlərin əlavə olunma ardıcılığı kompleksin əmələgəlmə və ekstraksiyasına təsir etmir. Kompleksin rəng intensivliyi vaxtdan asılı dəyişmir və gün ərzində sabit qalır.

Kompleksin və xromogen reagentin maksimal işıqudması 370 nm dalğa uzunluğunda müşahidə olunur. Kompleksin əmələgəlmə və ekstraksiya şəraitində reagentin ekstraksiyası o qədər də böyük olmadığından, kompleksin işıqudma spektrində hiperxrom sürüşmə müşahidə olunur.

Kompleksin tərkibi: Kompleksin tərkibi tarazlığın yerdəyişməsi, düzxətt və xətlərin kəsişməsi metodları ilə təyin edilmişdir [6]. Müəyyən edilmişdir ki, Mn-FEN-AIJJ kompleksində komponentlərin molyar nisbəti Mn:FEN:AIJJ=1:2:2 kimidir. V.A.Nazarenko [7] metodu ilə müəyyən edilmişdir ki, manqanın kompleksəmələgətirən forması Mn^{2+} ionudur.

Polimerləşmə dərəcəsi hesablanmaqla [8] müəyyən olunmuşdur ki, kompleks üzvi fazada monomerdir ($\gamma=0,80$).

Kompleksin eyni miqdarı ardıcıl olaraq iki dəfə ekstraksiya olunmaqla ekstraksiya faizi tapılmışdır: $E\%=94,09$ [9].

Komar metodu ilə kompleksin molyar udma əmsalı [6] $\epsilon=(1,3\pm 0,1)\cdot 10^3$ olduğu müəyyən edilmişdir.

Manqanın təyininin ekstraksiyalı-fotometrik üsulu işlənmişdir. Bu məqsədlə optimal şəraitdə Mn(II)-in ekstraksiyalı fotometrik təyininin dərəcəli qrafiki qurulmuşdur. Müəyyən olunmuşdur ki, dərəcəli qrafik manqanın 1,0-20,0 mkq/ml qatılıq intervalında Ber qanununa tabe olur.

Mn(II)-in ekstraksiyalı-fotometrik təyininə kənar ionların təsiri öyrənilmişdir. Təyinatə qələvi və qələvi-torpaq metal ionları, həmçinin Al(III), Ti(IV), Zr(IV), V(V), Cr(III), Mo(VI), Pb(II), As(V), Mg(II), Bi(III), İn(III), Ge(IV) ionları mane olmur; Co(II), Zn(II), Cu(II), Fe(III), Ni(II), Ag(I) ionları isə mane olur.

İşlənilmiş metodika alüminium əsaslı (AK5M7) standart ərinti nümunəsinə tətbiq edilmişdir və alınmış nəticələrin düzgünlüyü pasport göstəricilərinə uyğundur. Pasport göstəricisinə əsasən ərintidə $0,45\pm 0,02$, FEN və AIJJ ilə təyini metodikasına əsasən isə $0,448\pm 0,03\%$ manqan var.

ƏDƏBİYYAT

1. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. М.: Химия, 1965, 706 с.
2. Зейналова С.А. Разнолигандные комплексы марганца(II) с гетероциклическими диаминами и нитробензолазопирокатехинами, применение их в анализе. Автореф. дис. к.х.н. Баку, ИНФХ, 1982, 14 с.
3. Wu Y., Li J. Определение следовых количеств марганца в фармацевтических препаратах в каталитической системе метилтимоловый синий – Mn (+2) – H₂O₂ // Spectrosc. and Spectral Anal. 2004, т. 24, №12, с. 1652-1654.

4. D.Kostova. Determination of manganese by a new spectrophotometric method using toluidine blue // ЖАХ. 2010, т. 65, № 2, с. 163-167.
5. Лаврухина А.К., Юкина Л.В. Аналитическая химия марганца. М.: Наука, 1974, 315 с.
6. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа. Л.: Химия, 1976, 386 с.
7. Назаренко В.А. Труды комиссии по аналитической химии. М.: Наука, 1969, т.17, с.12.
8. Ахмедли М.К., Клыгин А.Е., Иванова А.Е. и др. О химизме взаимодействия галлия с некоторыми сульфоталеинами // Журн. неорганической химии. 1974, т.19, №8, с. 2007.
9. Козина Г.Б. Дифенилантипирилметановые красители как реагенты на бор // Автореф. дис.к.х.н. М.: 1968, 25 с.

ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАРГАНЦА С 1,10-ФЕНАНТРОЛИНОМ И АЛИЗАРИНОВЫМ ЖЕЛТЫМ Ж

Н.Х.РУСТАМОВ, Г.Г.АББАСОВА, Н.М.МУСТАФАЕВ

РЕЗЮМЕ

Спектрофотометрическим методом исследован разнолигандный комплекс марганца с 1,10-фенантролином и ализариновым желтым Ж. Установлены условия образования и экстракции, состав, физико-химические и аналитические свойства комплекса. Разработана методика экстракционно-фотометрического определения марганца и изучено влияние посторонних ионов на определение марганца (II).

Ключевые слова: экстракция, фотометрия, комплексообразования, марганец.

THE EXTRACTIONAL-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF MANGANESE BY 1,10-PHENANTROLINE AND ALYZARINE YELLOW J

N.Kh.RUSTAMOV, G.G.ABBASOVA, N.M.MUSTAFAYEV

SUMMARY

The heteroligand complex of manganese with 1, 10-phenantroline and alyzarine yellow J has been investigated by the spectrophotometric method. The condition of complexing and extraction, physical-chemical and analytical characteristics of this complex have been determined. The extractional-photometric methods of manganese determination have been worked out. The influence of strange ions on the determination of manganese (II) has been studied.

Key words: extraction, photometry, complexing, manganese.

Redaksiyaya daxil oldu: 09.03.2011-ci il

Çapa imzalandı: 02.11.2011-ci il