

УДК 54.386;546:542.61;543.62

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗНОЛИГАНДНЫХ КОМПЛЕКСОВ ГЕРМАНИЯ (IV) С п-СУЛЬФОБЕНЗОЛАЗОПИРОКАТЕХИНОМ И ЦЕТИЛТРИМЕТИЛАММОНИЙ БРОМИДОМ

Н.Х.Рустамов, Ш.М.Байрамов

*Институт химических проблем им. акад. М.Ф.Нагиева
Национальной АН Азербайджана
AZ 1143 Баку, пр.Г.Джавида, 29; e-mail: itpcht@lan.ab.az*

Спектрофотометрическим методом исследовано комплексообразование Ge(IV) с сульфобензолазопирокатехином и катионо-активным веществом – цетилтриметиламмоний бромидом. Установлены условия образования, состав, физические, химические и аналитические характеристики разнолигандного комплекса. Разработан фотометрический метод определения германия.

Ключевые слова: спектрофотометрия, фотометрия, германий, цетилтриметиламмоний бромид, сульфобензолазопирокатехин.

Известно, что модификация органических лигандов катионными поверхностно-активными веществами приводит к изменению физико-химических свойств образующихся комплексов с их ионами металлов [1-4].

Такие лиганды широко используются в практике аналитической химии [5]. Наряду с изменением кислотности взаимодействия, оптических и других характеристик таких комплексов, поверхностно-активные вещества оказывают активное влияние и на растворимость продуктов реакции [6].

Исследования показали, что при взаимодействии Ti(IV), Fe(III), Ni(III),

Hf(IV), Nb(III), Mo(VI), W(VI), Zr(IV), Ge(IV) с пирокатехиновым фиолетовым, модифицированным хлоридом цетилпиридиния, только германий (IV) в сильно-кислых средах образует труднорастворимое соединение [7].

Поскольку этот факт представляет интерес для анализа, в настоящей работе были изучены условия синтеза и некоторые физико-химические свойства комплекса германия(IV) с п-сульфобензолазопирокатехином (п-СБАП) и катионным поверхностно-активным веществом (кПАВ) цетилтриметиламмоний бромидом (ЦТМА).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Реактивы и аппаратура. Стандартный раствор $1 \cdot 10^{-2}$ моль/л соли германия(IV) готовили из соответствующей навески GeO_2 «ос.ч.» в 0.1 М NaOH [8].

п-Сульфобензолазопирокатехин синтезирован в методике [9]. Использован $5 \cdot 10^{-2}$ М раствор п-СБАП в этаноле. Раствор $1 \cdot 10^{-3}$ М цетилтриметиламмоний бромида был приготовлен из препаратов квалификации «ч.д.а.» растворением в воде.

Необходимые условия создавали конц. H_2SO_4 . Спектры поглощения записывали на спектрофотометре СФ-26, $l=1\text{ см}$.

При разработке фотометрического метода оптическую плотность раствора измеряли на КФК-2М. Величину pH измеряли на pH-метре pH-673.

Методика эксперимента. В мерные колбы емкостью 25мл вводили 1мл ($1.38 \cdot 10^{-4}$ М) раствора германия, необходимую кислотность создавали соляной или серными кислотами, к смеси прибавляли соответствующие количества растворов п-СБАП и ЦТМА.

Раствор разбавляли водой до метки, перемешивали несколько раз для полного

реагирования компонентов. Потом измеряли светопоглощение окрашенного

раствора комплекса относительно раствора контрольного опыта.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Установлено, что германий (IV) с п-СБАП и ЦТМА в интервале pH 1.0÷8.0M H_2SO_4 , что является оптимальным условием, образует разнолигандный комплекс в водных растворах. В присутствии ЦТМА заметно улучшаются спектрофотометрические характеристики комплекса. В спектре поглощения разнолигандного комплекса наблюдается bathochromный сдвиг. Рабочими областями спектра являются 500÷520нм, где светопоглощение комплекса значительно превосходит светопоглощение реагента. Оптимальной концентрацией п-СБАП является 5÷6 кратный молярный избыток реагента. Дальнейшее увеличение концентрации п-СБАП приводит к незначительному увеличению светопоглощения реагента. Светопоглощение комплекса при этом остается постоянным.

Комплекс германия с п-СБАП и ЦТМА образуется мгновенно после прибавления реагирующих компонентов и окраска его устойчива со временем. При

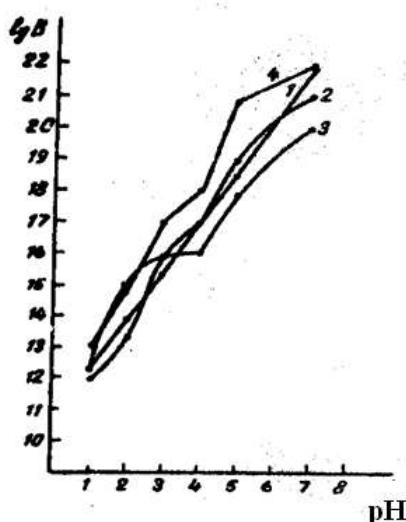
нагревании до 70°C оптическая плотность разнолигандного комплекса изменяется.

Оптимальная концентрация ЦТМА близка к критической концентрации мицеллообразования ПАВ и является 3÷4 кратным молярным избытком его. При увеличении концентрации ЦТМА интенсивность окраски комплекса не меняется, но растворимость улучшается.

Методами прямой линии и пересечения кривых [10] установлено, что в составе комплекса молярное соотношение Ge(IV): п-СБАП:ЦТМА составляет 1:2:2.

Различными спектрофотометрическими методами установлен молярный коэффициент поглощения $\epsilon_k = 3.89 \cdot 10^4$; $\beta_k = 8.8 \cdot 10^4$ [10].

Установлено, что в присутствии ЦТМА в условиях образования комплекса германий не гидролизует и находится в растворе в виде четырехзарядного катиона Ge(IV) (рис.) Закон Бера соблюдается при 1÷20мкг Ge/25мл. Определению мешают ионы F^- , Zr(IV), Sb(III), Sn(IV).



Влияние pH на образование комплекса германия(IV):
1 – Ge^{+4} , 2 – $Ge(OH)_3^{+}$, 3 – $Ge(OH)_2^{+2}$, 4 – $Ge(OH)^{+3}$

ЛИТЕРАТУРА

1. Чернова Р.К. Влияние некоторых коллоидных ПАВ на спектрофотометрические характеристики хелатов металлов с хромофорными органическими реагентами. // Журнал аналитической химии. 1977. т.32. №8. С.1477-1486.
2. Назаренко В.А., Антонович В.П. Триоксифлуороны. М.: «Наука». 1973. С.187.
3. Антонович В.П., Манджгаладзе О.В., Новоселова М.М. Применение поверхностно-активных веществ в фотометрических методах анализа. Тбилиси, Изд-во Тбилис. ун-та. 1983. С.110.
4. Мамедова А.М., Иванов В.М., Ахмедов С.А. Взаимодействие вольфрама(IV) и ванадия(V) с пирогаллоловым красным и бромпирогаллоловым красным в присутствии поверхностно-активных веществ. // Вести Моск. Ун-та, сер. 2. «Химия». 2004. т.45. №2.
5. Саввин С.Б., Чернова Р.К., Штыков С.Н. Поверхностно-активные вещества. Москва. «Наука». 1991. С. 251.
6. Амелин В.Г., Иванов В.М. Тест-метод анализа с применением иммобилизованных на бумаге ассоциатов азопроизводных пирокатехина триоксифлуоронов с цетилпиридином и их хелатов с ионами металлов. // Журнал аналитической химии. 2000. т.55. №4. С.411-418.
7. Саввин С.Б., Чернова Р.К., Белоусова В.В. О механизме действия КПАВ в системах органических реагент-ион металла ПАВ. // Журнал аналитической химии. 1978. т.33. В.8. С. 1473-1480.
8. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. М., «Наука». 1964. С.250.
9. Фирц-Давид Г. Э., Бланже Л. Основные процессы синтеза красителей. М., ИЛ. 1957. С. 110.
10. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотометрическим и спектрофотометрическим методам анализа. Л., Химия. 1976. С. 386.

Ge(IV)-ÜN p-SULFOBENZOLAZOPIROKATEXİN VƏ SETİLTRİMETİLAMMONİUM BROMİD İLƏ MÜXTƏLİFLİQANDLI KOMPLEKSLƏRİNİN SPEKTROFOTOMETRİK TƏDQIQI

N.X.Rüstəmov, Ş.M.Bayramov

Spektrofotometrik metodla germaniumun(IV) p-sulfobenzolazopirokatexin və setiltrimetilammonium bromid ilə müxtəlifliqandlı kompleksləri tədqiq edilmişdir. Komplekslərin əmələgəlmə şəraiti, tərkibi, optiki, fiziki-kimyəvi xassələri tapılmışdır.

Açar sözlər: *spektrofotometriya, fotometriya, germanium, setiltrimetilammonium bromid, sulfobenzolazopirokatexin.*

SPECTROPHOTOMETRIC RESEASRCH INTO DIFFERENT-LIGAND COMPLEXES OF GERMANIUM(IV) WITH p-SULPHOBENZOLAZOPYROCATECHIN AND CETYLTRIMETHYLAMMONIUM BROMID

N.Kh.Rustamov, Sh.M.Bayramov

Different-ligand complex-forming of germanium(IV) with p-sulphobenzolazopirocatechin and cation-active substance – cetyltrimethylammonium has been analyzed by spectrophotometric method. Conditions of complex formation, their compositions, physical, chemical and analytical properties have been determined.

Keywords: *spektrophotometric, photometric, germanium(IV), cetyltrimethylammonium bromid, sulphobenzolazopirocatechin.*

Redaksiyaya daxil olub 08.10.2013.