

**AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASI TƏHSİL NAZİRLİYİ
BAKİ DÖVLƏT UNİVERSİTETİ**

Əlyazması hüququnda

MƏRDANOVA SAMİRƏ RAFİQ QIZI

**QALAY (II) VƏ GERMANIUM (IV)-UN PIROQALLOL ƏSASLI
AZO BİRLƏŞMƏLƏRLƏ MÜXTƏLİF LIQANDLI KOMPLEKS
BİRLƏŞMƏLƏRİNİN TƏDQIQI VƏ ANALİTİK TƏTBİQI**

2301.01 – analitik kimya

Kimya üzrə fəlsəfə doktoru elmi dərəcəsi almaq
üçün təqdim edilmiş dissertasiyanın

A V T O R E F E R A T I

B a k ı – 2016

İş Bakı Dövlət Universitetinin «Analitik kimya» kafedrasında və Gəncə Dövlət Universitetində yerinə yetirilmişdir

Elmi rəhbərlər:

- akademik R.Ə.Əliyeva
- kimya elmləri doktoru, professor E.İ.Məmmədov

Rəsmi opponətlər:

- kimya elmləri doktoru, professor Verdizadə Nailə Allahverdi qızı
- kimya üzrə fəlsəfə doktoru Bayramov Şahin Məhəmməd oğlu

Aparıcı təşkilat: Azərbaycan Tibb Universiteti.

Müdafiə «_____»_____2016-cı il saat «_____» da Bakı Dövlət Universitetinin nəzdindəki D 02.011 Dissertasiya Şurasının iclasında keçiriləcəkdir.

Ünvan: Az1148, Bakı, Z.Xəlilov küçəsi, 23.

Dissertasiya ilə Bakı Dövlət Universitetinin kitabxanasında tanış olmaq olar.

Avtoreferat «_____» 2016-cı ildə göndərilmişdir.

**D 02.011 Dissertasiya Şurasının
elmi katibi, k.e.d., professor**

M.Ə.Allahverdiyev

İŞİN ÜMUMİ XARAKTERİSTİKASI

Mövzunun aktuallığı. Ətraf mühitin kimyəvi tullantılarla çirklənməsi, digər tərəfdən, texnika və texnologiyanın yeni istiqamətlərinin inkişafı, istehsalın müasir səviyyəsi, sənaye obyektlərində və eləcə də ətraf mühit obyektlərində də maddələrin miqdarı təyini tələb edir. Ədəbiyyat məlumatlarının analizinə əsasən qeyd etmək lazımdır ki, bir çox elementlərin effektiv analitik nəzarətinə və tələblərinə cavab verən təyini metodları hələ də yoxdur. Bu məqsədlə yüksək analitik parametrləri ilə seçilən metodikaların işlənilib hazırlanması həmişə aktual məsələ kimi qalır.

Məlumdur ki, qalay(II) və germanium(IV) sənayenin müxtəlif sahələrində geniş tətbiq edilir. Qalay korrozion örtük kimi təmiz halda və yaxud başqa metallarla ərintilər şəklində istifadə edilir. Qalay titanın konstruksion ərintilərinin hazırlanmasında əsas legirləyici komponentdir. Ondan həm də anod material kimi cərəyanın kimyəvi mənbələrində və eyni zamanda akkumulyator istehsalında istifadə olunur. Nadir metal sayılan germaniumdan yarımkeçiricilər sənayesində tranzistorlar və diodların hazırlanmasında, onun telluridbirləşməsindən stabil termo elektrik material kimi tətbiq edilir. GeO_2 yüksək işıqsındırma qabiliyyətinə və aşağı optiki dispersiya xassəsinə malik olduğuna görə geniş bucaqlı kamera obyektlərin, mikroskopların və optiki liftlərin hazırlanmasında istifadə edilir.

Son illər böyük seçicilik, yüksək həssaslıq və ekspresliyi ilə fərqlənən, analizi nümunənin parçalamadan aparılması imkanlarını yaradan fiziki analiz üsulları böyük əhəmiyyət kəsb edir. Lakin praktiki iş göstərir ki, yalnız fiziki analiz üsulları ilə təcrübənin bütün məsələsini həll etmək olmur. Ədəbiyyat məlumatlarının təhlili göstərir ki, bu elementlərin təyini üçün iqtisadi səmərəliliyi və sadə cihaz təminatına malik fotometrik analiz metodu geniş tətbiq edilir. Fotometrik metodun əsasında rəngli birləşmə alındığında, metal ionlarının təyini üçün yeni analitik reagentlərin axtarışı və ya mövcud reagentlərin analitik imkanlarının genişləndirilməsi həmişə aktual olmuşdur.

Müxtəlifliqandlı kompleks birləşmələrin tədqiqi və bu birləşmələr əsasında fotometrik üsulların işlənməsi bu elementlərin analitik kimyasının bir çox suallarına cavab vermək imkanı yaradır. Müxtəlifliqandlı komplekslər arasında metal ionlarının hidrofob aminlərlə, səthi-aktiv

maddələrlə və xromofor üzvi reagentlərlə əmələ gətirdiyi komplekslər xüsusi yer tutur.

Ona görə də piroqallolun azotörəmələri ilə hidrofob aminlər və səthi-aktiv maddələrlə müxtəlifliqandlı komplekslərinin tədqiqi əsasında qalay(II) və germaniumun(IV) həssas, yüksək dəqiqlik və seçiciliyə malik fotometrik təyinat üsullarının işlənməsi aktual məsələdir.

Dissertasiya işi Bakı Dövlət Universitetinin kimya fakültəsinin «Analitik kimya» kafedrasının apardığı elmi işlərinə müvafiq olaraq (Dövlət qeydiyyatı № 01870009955) yerinə yetirilmişdir.

İşin məqsədi. Piroqallol əsasında sintez edilmiş üzvi reagentlərin Sn(II) və Ge(IV) ionu ilə əmələ gətirdiyi binar və müxtəlifliqandlı kompleks birləşmələrin tədqiqi və bu ionların təyini üçün yeni həssas və seçici metodikalar hazırlayıb təbii və sənaye obyektlərində tətbiq etməkdən ibarətdir.

Qarşıya qoyulmuş məqsədə çatmaq üçün aşağıdakı məsələlər həll edilmişdir:

- Spektrofotometrik metodla qalay(II) və germanium ionunun tədqiq edilən üzvi reagentlərlə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələrin tədqiqi və onlara hidrofob aminlərin və bəzi səthi aktiv maddələrin təsirinə öyrənilməsi, davamlılıq sabitinin təyini, xüsusi elektrik keçiriciliyinin öyrənilməsi, bərk halda komplekslərin sintezi və onların quruluş və xassələrinin öyrənilməsi;

- Yüksək analitik və metroloji xassələrə malik binar və müxtəlifliqandlı komplekslərin seçilməsi; hidrofob aminlərlə və səthi-aktiv maddələrlə modifikasiya olunmuş reagentlərin analitik imkanlarının öyrənilməsi; qalay(II) və germaniumun(IV) təyininə kənar ionların və pərdəlayicilərin təsirinə öyrənilməsi;

- Qalay(II) və germanium(IV) ionunun təyini üçün yeni fotometrik metodikalarının işlənməsi, metroloji qiymətləndirilməsi və bu elementlərin analitik kimyasına yeni, həssas, seçici metodlar əlavə edib və mürəkkəb obyektlərdə bu metal ionlarının təyini üçün tətbiq edilməsi.

Bu məsələləri həll etmək üçün spektrofotometriya, potensiometriya, konduktometriya, derivatoqrafiya, NMR, İQ-spektroskopiya metodlarından istifadə edilmişdir.

Elmi yenilik. İlk dəfə olaraq germaniumun(IV) analitik praktikasına piroqallolun azotörəmələri və onların hidrofob aminlər və səthi-aktiv maddələrlə modifikasiya olunmuş formaları daxil edilmişdir. Qalayın(II)

yeni qarışıqlıqandlı kompleksləri tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, kation səthi-aktiv maddələr və hidrofob aminlər iştirakında davamlı assosiatlar əmələ gəlir ki, nəticədə qalay və germaniumun alınmış müxtəlifliqandlı komplekslərinin analitik parametrləri uyğun eyniliqandlı komplekslərə nisbətən yüksək olur. Müxtəlifliqandlı komplekslərin əmələgəlməsi ilə əlaqədar olaraq kompleksəmələgəlmənin optimal şəraiti turş mühitə doğru sürüşür və reaksiyalar yüksək seçiciliklə xarakterizə olunur.

Sn(II) və Ge(IV)-un mürəkkəb tərkibli təbii və sənaye obyektlərində fotometrik təyini üçün yeni metodikalar işlənilib hazırlanmışdır. Təklif olunan metodikalar kifayət qədər sadə, ekspress və yüksək seçicilikləri ilə xarakterizə olunduğundan bu elementlərin mikromiqdarını birbaşa təyin etməyə imkan verir və əlavə əməliyyat aparmağa ehtiyac qalmır.

İşin aprobasiyası. Dissertasiya işinin materialları aşağıdakı konfranslarda məruzə və müzakirə edilmişdir. Görkəmli Azərbaycan alimi, əməkdar elm xadimi, akademik Həsən Əliyevin 105 illik yubileyinə həsr olunmuş “Ekologiya: Təbiət və cəmiyyət problemləri” mövzusunda II beynəlxalq elmi konfransın materialları (Bakı, 2012), «Koordinasion birləşmələr kimyası» V respublika elmi konfransı (Bakı, 2012), “Kimyanın aktual problemləri” VI Respublika Elmi konfransı (Bakı, 2012), Y.Məmmədəliyevin 95-illiyinə həsr edilmiş beynəlxalq elmi konfransı (Bakı, 2012), Ümumrusiya elmi «Sintez və kompleksəmələgəlmənin uğurları» konferensiyasının materialları (Moskva, 2012), Azərbaycan xalqının Ümummilli lideri Heydər Əliyevin anadan olmasının 90-cı ildönümünə həsr olunmuş I Beynəlxalq Kimya və Kimya Mühəndisliyi Konfransı (Bakı, 2013), Ümumrusiya elmi «Sintez və kompleksəmələgəlmənin uğurları» konferensiyasının materialları (Moskva, 2014), Professor A.Ə.Verdzadənin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş “Üzvi reagentlər analitik kimyada” II Respublika konfransı (Bakı, 2014).

Nəşr edilmə. Dissertasiyanın mövzusunə aid 9 məqalə, 9 tezis nəşr edilmişdir.

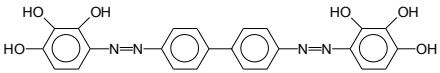
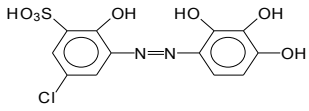
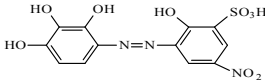
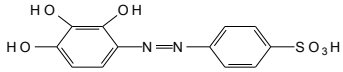
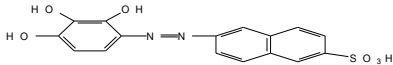
Dissertasiyanın həcmi və quruluşu. Dissertasiya giriş, I-III fəsil, nəticə və istifadə edilmiş ədəbiyyat siyahısından (233) ibarət olmaqla 148 kompüter səhifəsindən ibarətdir. Aparılmış tədqiqatların nəticələri 19 şəkil və 23 cədvəldə verilmişdir.

İşin qısa məzmunu İstifadə olunan reagentlər

İşdə identifikasiya olunmuş bis-(2,3,4-trihidroksifenilazo) benzidin (R_1), 2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-xlorazobenzol (R_2), 2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-nitrozobenzol (R_3), 2,3,4-trihidroksi-4'-sulfoazobenzol (R_4), 2,3,4-trihidroksi-5'-sulfonaftilamin (R_5) reagentlərindən istifadə edilmişdir (cədvəl 1.).

Cədvəl 1.

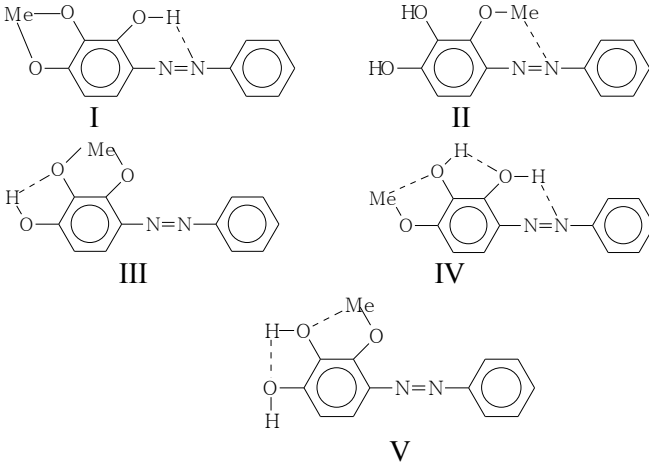
Reaktivlərin quruluş formulu, adları və digər xarakteristikaları

Formulu	Adı
	bis-(2,3,4-trihidroksifenilazo) benzidin(R_1)
	2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-xlorazobenzol(R_2)
	2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-nitrozobenzol(R_3)
	2,3,4-trihidroksi-4'-sulfoazobenzol(R_4)
	2,3,4-trihidroksi-5'-sulfonaftilamin(R_5)

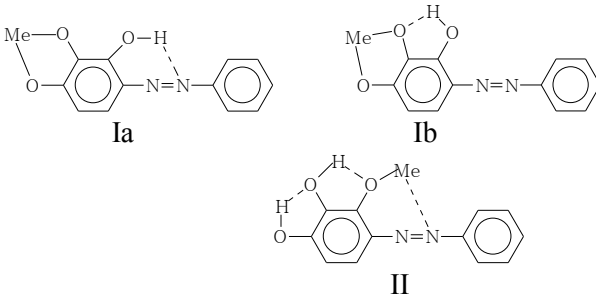
Üçüncü komponent kimi kation tip səthi-aktiv maddələr - setiltrimetilammoniumbromid, setilpiridin bromid, setilpiridin xlorid; qeyri-ionogen səthi-aktiv maddə - triton X-114, dekametoksin; aromatik aminlər - 1,10-fenantrolin, 2,2'-dipiridil, papaverin, dibazol, urotropin istifadə edilmişdir.

Germaniumun(IV) piroqallolun azobirləşmələri ilə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələrin sintezi, quruluşu və xassələri. Ədəbiyyatda piroqallol əsasında sintez edilmiş azobirləşmələrin metallarla

bir neçə kompleksmələgətmə mexanizmi məlumdur. Bunlar aşağıdakılardır:



Müəyyən edilmişdir ki, bu quruluşlar içərisində daha çox piroqallol əsaslı azobirləşmələrin xarakteristikalarını əks etdirən aşağıdakı quruluşlardır:



Ia və Ib quruluşları pirokatexin əsaslı azobirləşmələrin kompleksmələgətmə mexanizmi üzrə gedir. Kompleksmələgəlmənin bu mexanizmi üzrə getməsi şərti olaraq dioksimekanizmi adlandırılır. II quruluşda isə kompleksmələgəlmədə 2 vəziyyətdə olan oksid qrupunun və azot atomunun iştirak etməsi fərz edilir. Şərti olaraq bu kompleksmələgəlmə mexanizmi oksiazomexanizm adlandırılır.

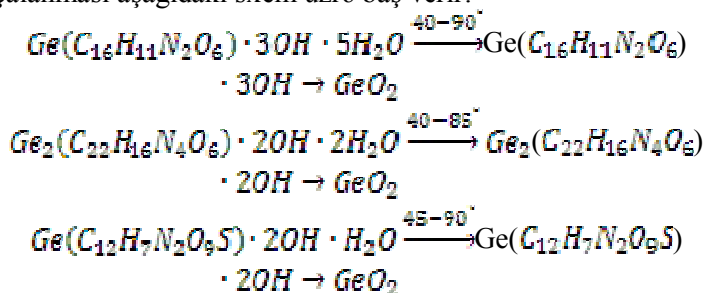
Kvant kimyəvi hesablamalara əsasən müəyyən edilmişdir ki, piroqallol həlqəsindən sonra diazoqrupdakı 2-ci azot atomunda elektron sıxlığı birinci azot atomundakı elektron sıxlığından çoxdur. Bu onu göstərir

ki, kompleksməhləgəlmə reaksiyalarında ikinci azot atomu metallarla koordinasiya iştirak edir.

Germaniumun tədqiq olunan reagentlərlə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələrin quruluşu haqqında müəyyən mülahizə yürütmək üçün geyd olunan metalın R_1 , R_2 və R_4 reagentləri ilə əmələgətirdiyi kompleks birləşmələr bərk halda sintez edilərək onların quruluş və xassələri müəyyən edilmişdir.

Rentgenoqrafik analiz metodu vasitəsi ilə reagentlər tədqiq edilmişdir. Kompleks birləşmələrin rentgenoqrafik təhlili göstərir ki, liqandlardan fərqli olaraq bu birləşmələr kristallik maddələr deyil, amorf quruluşa malikdirlər.

Termoqravimetrik analiz metodu vasitəsi ilə sintez edilmiş kompleks birləşmələrin termiki xassələri öyrənilmişdir. Komplekslərin termiki parçalanması aşağıdakı sxem üzrə baş verir:



Göründüyü kimi kompleksin termiki parçalanması 2 mərhələdə baş verir. I mərhələ $40-90^\circ\text{S}$ intervalında kompleksin tərkibindən su molekulunun çıxması, II mərhələ kompleksin tərkibindəki üzvi hissənin yanması və metalın oksidləşməsi.

İQ, NMR spektroskopik analiz metodları vasitəsi ilə sintez edilmiş kompleks birləşmələrdən bəziləri tədqiq edilmişdir. Bu analiz metodlarından çıxan nəticəyə əsasən kompleks birləşmələrin quruluşları haqqında müəyyən mülahizə irəli sürülmüşdür.

Qalay və germanium ionunun eyniliqanlı və müxtəlifliqanlı sistemlərdə kompleksməhləgətirməsinin tədqiqi. Təklif olunan reaktivlərin hər birinin qalay və germanium ionlarının hər biri ilə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələr spektrofotometrik tədqiq edilmişdir.

Müəyyən edilmişdir ki, bu metal ionları təklif olunan reaktivlərlə intensiv rəngli kompleks birləşmələr əmələ gətirir.

Ədəbiyyat məlumatlarının təhlili göstərir ki, son zamanlar kompleks birləşmələrin analitik parametrlərini artırmaq üçün qarışıqlıqandlı kompleks birləşmələr geniş istifadə edilir. Bu tip kompleks birləşmələrin alınmasında üçüncü komponent kimi əsasən səthi aktiv maddələrdən və tərkibində azot olan üzvi birləşmələrdən istifadə edilir. İşdə tədqiq edilən binar komplekslə səthi aktiv maddələrin (setil piridin xlorid (SPCl), setil piridin bromid (SPBr), setil trimetil ammonium bromid (STMABr), dekametoksin (Dek), polibenzolpiridin xlorid və yüksüz - Triton X 114) və hidrofob aminlərin (papaverin (Pap), dibazol (Dib), urotropin (Ur), fenantrolin (Fen), 2,2'-dipiridil təsiri öyrənilmiş və müəyyən edilmişdir ki, qeyd edilən birləşmələrin təsirindən qalayın tədqiq edilən reaktivlər ilə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələrin udma spektrlərində və optimal pH-da müəyyən dəyişikliklər baş verir. Belə ki, kompleksəmələgəlmənin optimal pH-ı turş mühitə doğru sürüşür, optimal pH-da optiki sıxlığın qiyməti artır, maksimum işıq udmasında qıpsoxrom və ya batoxrom yerdəyişmə baş verir.

Tədqiq olunan reagentlərdən istifadə etməklə qalay(II) və germaniumun(IV) təyində molyar udma əmsalının, analiz üçün əhəmiyyətli olan Ber qanununa tabeçilik intervalı, kompleksəmələgəlmənin optimal pH-nı, kompleksin maksimum işıq udması, tərkibini, komplekslərin davamlılıq sabitini müəyyən etmişik. Aşağıdakı cədvəllərdə tədqiq olunan qalay (II) və germanium (IV) komplekslərinin əsas spektrofotometrik xarakteristikaları verilmişdir. Qalayın(II) bu reagentlər ilə kompleks birləşmələri tədqiq edilmişdir. Biz üçüncü komponentlərlə müqayisə üçün bu kompleks birləşmələrin cədvəl 2-də spektrofotometrik xarakteristikalarını göstərmişik.

Cədvəl 2

Tədqiq olunan qalay ionunun(II) komplekslərinin spektrofotometrik xarakteristikaları.

Komplekslər	pH	λ_{mak}	ϵ	Sn:R:X	Ber qanununa tabeçilik intervalı
Sn-R ₁	3	474	$29,0 \cdot 10^3$	1:1	0,12-4,76
Sn-R ₁ -Fen	2	479	$32,6 \cdot 10^3$	1:1:1	0,12-2,38

Sn-R ₁ -2,2'-dip	2	482	33,5·10 ³	1:1:1	0,12-3,81
Sn-R ₂	1	470	16,0·10 ³	1:2	0,48-4,76
Sn-R ₂ -STMABr	0	483	23,5·10 ³	1:2:1	0,24-2,38
Sn-R ₂ -Triton X-114	0	497	21,0·10 ³	1:2:1	0,24-2,38
Sn-R ₃	3	460	1,67·10 ³	1:2	0,24-4,28
Sn-R ₃ -Pap	1	475	1,76·10 ³	1:2:1	0,24-4,28
Sn-R ₃ -Dib	1	477	2,40·10 ³	1:2:1	0,48-4,76
Sn-R ₃ -Ur	1	471	1,92·10 ³	1:2:1	0,24-4,28
Sn-R ₅	3	425	30,0·10 ³	1:2	0,24-2,38
Sn-R ₅ -Tri -X-114	1	490	42,0·10 ³	1:2:1	0,12-2,14

Cədvəl. 3
Tədqiq olunan germaniumun(IV) komplekslərinin
spektrofotometrik xarakteristikaları.

Komplekslər	pH	λ_{mak}	ϵ	Ge:R:X	Ber qanununa tabeçilik intervalı
Ge-R ₁	4	458	4,5·10 ⁴	1:2	0,12-2,92
Ge -R ₁ -SPCl	1	476	5,7·10 ⁴	1:1:2	0,04-1,46
Ge -R ₁ -SPBr	1	477	5,9·10 ⁴	1:1:2	0,04-1,0
Ge -R ₁ -STMABr	0,2N HCl	482	6,0·10 ⁴	1:1:2	0,04-1,0
Ge -R ₁ -Pap	2	453	5,12·10 ⁴	1:1:2	0,08-2,19
Ge -R ₁ -Dib	2	466	5,03·10 ⁴	1:1:2	0,08-2,19
Ge -R ₁ -Ur	2	469	5,10·10 ⁴	1:1:2	0,08-2,19
Ge -R ₁ -Fen	1	461	5,31·10 ⁴	1:1:2	0,04-1,46
Ge -R ₁ -2,2'-dip	1	477	5,53·10 ⁴	1:1:2	0,04-1,46
Ge -R ₂	4	459	2,11·10 ⁴	1:2	0,29-2,92
Ge -R ₂ -SPCl	2	470	2,62·10 ⁴	1:2:2	0,14-2,92
Ge -R ₂ -SPBr	1	476	2,84·10 ⁴	1:2:2	0,14-2,73
Ge -R ₂ -STMABr	2	479	3,24·10 ⁴	1:2:2	0,14-2,73
Ge -R ₂ -Dek	1	481	3,08·10 ⁴	1:2:2	0,14-2,73
Ge -R ₃	4	434	2,32·10 ⁴	1:2	0,292-2,92
Ge -R ₃ -SPCl	1	473	2,90·10 ⁴	1:2:2	0,292-2,92
Ge -R ₃ -STMABr	1	478	3,40·10 ⁴	1:2:2	0,144-2,73

Ge -R ₃ -SPBr	1	475	$3,20 \cdot 10^4$	1:2:2	0,144-2,73
Ge -R ₃ -Dek	1	483	$3,16 \cdot 10^4$	1:2:2	0,144-2,73
Ge -R ₄	4	437	$1,72 \cdot 10^4$	1:2	0,29-2,92
Ge -R ₄ -SPCl	2	462	$1,91 \cdot 10^4$	1:2:1	0,29-2,92
Ge -R ₄ -SPBr	1	467	$2,06 \cdot 10^4$	1:2:1	0,29-2,92
Ge -R ₄ -STMABr	1	470	$2,14 \cdot 10^4$	1:2:1	0,29-2,92
Ge -R ₅	3	442	$1,94 \cdot 10^4$	1:2	0,29-2,92
Ge -R ₅ -SPCl	2	465	$2,48 \cdot 10^4$	1:2:1	0,29-2,92
Ge -R ₅ -SPBr	2	468	$2,66 \cdot 10^4$	1:2:1	0,144-2,73
Ge -R ₅ -STMABr	1	472	$2,83 \cdot 10^4$	1:2:1	0,144-2,73

Qalay (II) və germaniumun (IV) eyniliqandlı və müxtəlifliqandlı komplekslərinin müqayisəsi göstərir ki, müxtəlifliqandlı komplekslər daha davamlıdır. Komplekslərin davamlılığı artdıqca molyar udma əmsalları artır və kompleksəmələgəlmənin optimal şəraiti də turş mühitə doğru sürüşür. Qalay(II) və germaniumun(IV) reagentlərlə əmələ gətirdiyi eyniliqandlı və müxtəlifliqandlı komplekslərin tərkibi izomolyar seriyalar, Starik-Barbanel və tarazlıqın sürüşməsi metodları ilə təyin edilmişdir.

Qalayın (II) reagentlərlə kompleksəmələgəltirmə reaksiyalarının seçicilikləri və təyinat metodikalarının işlənilməsi. Müxtəlif təbii və sənaye obyektlərinin tərkibində elementlərin çoxlu sayda və müxtəlif miqdarlarda olması təyin edilən elementin müəyyənləşdirilməsində çətinlik törədir. Bu da təyinat reaksiyalarına verilən tələbatların həmişə yüksək olmaması ilə əlaqədardır. Bu bir növ tətbiq olunan reagentdən və obyektin tərkibindən asılıdır. Qeyd etmək lazımdır ki, nümunə çəkisinin götürülməsindən təyinat reaksiyasının aparmasınadək həyata keçirilən bütün mərhələlər mürəkkəb və diqqət tələb edən bir işdir. Məlumdur ki, analitik reaksiyaların əsas xarakteristikaları həssaslıq, seçicilik və dəqiqlikdir. Göstərilən hər üç parametri yüksək olan metodikalar işləyib hazırlamaq mürəkkəb məsələdir. Bu təyin olunan elementlə və tətbiq olunan üzvi reagentlə məhdudlanır. Lakin bu və ya digər parametrin artırılması, işlənilmiş metodikaların analitik xarakteristikalarının yaxşılaşdırılması mühüm əhəmiyyət kəsb edir.

Kompleksəmələgəlmə reaksiyalarında həssaslığın kriteriyası kimi molyar udma əmsalı nəzərdə tutulur. Daha dəqiq isə həssaslıq təyin olunan komponentlərin qatılığının vahid qədər dəyişdikdə analitik siqnalın dəyişməsidir, yəni analitik siqnalla təyin olunan komponentin miqdarı

arasında qurulmuş xətti asılılığın bucaq əmsalına bərabərdir. Bir sıra reagentlərin modifikasiya imkanları öyrənilərək onların iştirakında baş verən reaksiyaların əsas analitik xarakteristikalarının yüksəlməsi göstərilmişdir.

Analiz olunan obyektlərin tərkibində komponentlərin miqdarının müxtəlif olması tətbiq olunan metodikaların yüksək tələbatlara cavab verməsini tələb edir. Tədqiq olunan obyektlərdə çoxlu sayda elementlərin olması seçici metodikaların işlənilib hazırlanmasına tələb edir. Seçicilik təyinatə kənar komponentlərin maneçilik təsirinin dərəcəsidir.

Seçici reagentlər dedikdə elə reagentlər nəzərdə tutulur ki, optimal şəraitdə az miqdar elementlə qarşılıqlı təsirdə olsun. Üzvi reagentin seçiciliyi ilk növbədə funksional-analitik qrupun təbiəti ilə təyin edilir. Ədəbiyyat məlumatlarına əsasən qeyd etmək olar ki, reagentin seçiciliyinin ən ümumi artırılma üsulu molekulun xelatəmələgətirici mərkəzi yaxınlığında sterik mane olan qrupun əvəzedicisinin daxil edilməsidir. Bu halda uyğun həndəsi formaya və ya uyğun ion radiuslu ion verilmiş reagentlə davamlı birləşmə əmələ gətirir. Davamlı kompleks birləşmənin seçiciliyi də yüksək olur.

Reagentin seçiciliyinin artırılma üsullarından biri də əsas funksional analitik qruplardan əlavə molekula məhlulda iştirak edən elementlərlə qarşılıqlı təsirdə olan digər kompleksəmələgətirici qrupların daxil edilməsidir.

Qalayın (II) reagentlərlə kompleksəmələgətirmə reaksiyalarına müxtəlif kənar ionların və mane olan ionların maneçiliyini aradan qaldırmaq məqsədilə pərdəliyi maddələrin təsiri öyrənilmişdir (cədvəl 4).

Cədvəl 4.

Qalayın 2,3,4-trihidroksifenilazo-4'-sulfoazobenzolla səthi aktiv maddələr iştirakında kompleksəmələgəlməsinə kənar ion və pərdəliyi maddələrin təsiri (5% səhvlə)

kənar ion və pərdəliyi maddələrin	R	R- Triton X-114	R-dek	R-Polibenz	Pirokatexin bənövşəyi
Na ⁺ K ⁺ Ca ²⁺ Ba ²⁺					

Zn ²⁺	450	1100	1050	1070	100
Cd ²⁺	362	2200	2000	1980	
Mn ²⁺	231	1020	870	850	100
Ni ²⁺	5	920	900	880	400
Co ²⁺	150	710	700	670	400
Al ³⁺	2	365	300	300	
Ga ³⁺	350	1100	1100	1050	
In ³⁺	400	1520	1210	1200	
Hf ³⁺	0,15	270	180	150	
Zr ⁴⁺	0,1	48	20	20	
Mo ⁶⁺	0,1	76	15	17	
W ⁶⁺	0,2	62	30	35	
C ₂ O ₄ ²⁻	110	130	100	110	
EDTA	0,25	350	350	320	50
Limon	50	207	120	150	200
turşusu	120	180	180	150	
Çaxır turşusu	100	170	35	30	
F ⁻					

Germaniumun (IV) tədqiq olunan reagentlərlə kompleksmələgətmə reaksiyalarının seçicilikləri və təyinat metodikalarının işlənilməsi. Analiz olunan obyektlərin tərkibində komponentlərin miqdarının müxtəlif olması ilə əlaqədar olaraq işlənmiş metodikalarının potensial imkanını əvvəlcədən öyrənmək tələb olunur. Ona görə də germaniumun piroqalol əsasında sintez olunmuş mono və bis-azotörəmələrlə binar və qarışıqlıqandlı kompleks əmələ gətirməsinə kənar ion və pərdələyicilərin təsiri öyrənilmişdir. Tədqiqat zamanı təyinatda çoxlu sayda kənar ion və pərdələyici maddələrin təsiri öyrənilmişdir. Bunun üçün optimal kompleksmələgəlmə şəraitində germaniumun (IV) miqdarı sabit saxlanılmaqla eyniliqandlı və müxtəlifliqandlı komplekslərinin üzərinə kənar maddənin müxtəlif miqdarının əlavə edilmiş və optiki sıxlıqları “kor təcrübə” fonunda ölçülmücdür. Təyinatda kənar maddənin mane olmayan miqdarı olaraq elə miqdarı qəbul edilmişdir ki, kənar maddə əlavə edilməmiş kompleks məhlulu ilə təyinat aparılan məhlulun optiki sıxlıqları fərqi $\pm 5\%$ -dən çox olmasın. Cədvəllərdə germaniumun(IV) eyniliqandlı və müxtəlif liqandlı şəklində təyininə kənar ion və pərdələyicilərin mane olmayan miqdar nisbətləri verilmişdir. Təyinatın seçiciliyini artırmaq məqsədilə kompleksmələgəlmə reaksiyasına pərdələyici maddələrin də

təsiri öyrənilmişdir. Germaniumun təyini üçün işlənmiş metodikaların seçicilikləri bu metal ionunun təyini üçün ən çox istifadə olunan fenilflüoran ilə müqayisə edilmişdir. Məlum olmuşdur ki, işlənmiş metodikaların seçicilikləri ədəbiyyatda ən çox istifadə olunan metodikaların seçiciliklərindən yüksəkdir.

Cədvəl 5

Germaniumun bis (2,3,4-trihidroksifenilazo) benzidinlə kation səthi aktiv maddələr iştirakında kompleksəmələgəlməsinə kənar ion və pərdələyici maddələrin təsiri (5% səhvlə)

kənar ion və pərdələyici maddələr	GeR	GeR-SPCl	GeR-SPBr	GeR-STMABr
Qələvi metallar	850	1500	1500	2000
Ca (II)	150	800	800	1000
Mg(II)	140	900	900	1100
Ba(II)	420	920	900	1100
Cu(II)	20	380	390	440
Co(II)	11	900	920	1120
Ni(II)	16	600	618	760
Zn(II)	50	950	1000	1105
Pb(II)	25	70	65	130
Mn(II)	25	48	50	130
Ti(IV)	30	60	68	90
Th(IV)	20	500	580	710
W(VI)	mane olur	570	590	670
Mo(VI)	mane olur	200	180	240
Cd(II)	28	980	960	1180
Al(III)	40	600	610	835
Bi(III)	8	105	120	184
Fe(III)	2	100	100	128
Cr(III)	38	305	300	370
Ga(III)	8	460	440	490
In(III)	mane olur	100	100	125
NTE	60	220	220	267
Trilon B	10	610	600	620
Tiomoçevina	10	100	100	118

Çaxır turşusu	9	100	100	115
Askorbin turşusu	48	315	330	360
Limon turşusu	105	405	400	420
S_2O_3	320	510	480	528
HPO_4^{-2}	18	120	110	115
F^-	15	12	10	18

GERMANIUM(IV) VƏ QALAYIN(II) TƏBİİ VƏ SƏNAYE OBYEKTlərİNDƏ FOTOMETRİK TƏYİNİ

Elm və texnikanın sürətlə inkişaf etdiyi bir vaxtda materialların standartlaşdırılması, müxtəlif sənaye məhsullarının tədqiq edilməsi və ətraf mühitin mühafizəsinə nəzarət edilməsi üçün onların tərkibində qalay(II) və germaniumun(IV) təyin edilməsi vacib və aktual məsələlərdən biridir. Bizim işlədiyimiz qalay(II) və germaniumun(IV) fotometrik təyini metodikaları yüksək seçiciliyə və ekspressliyə malik olduğu üçün müxtəlif mürəkkəb obyektlərdə bu elementin asanlıqla təyininə imkan yaradır. Təyinat metodikalarının düzgünlüyü pasport göstəricilərinə, əlavə etmə, atom-absorbsion analiz metoduna görə dəqiqləşdirilmişdir (cədvəl 6, 7).

Cədvəl 6.

Germaniumun(IV) təbii və sənaye obyektlərində təyininin
nəticələri (n=3-5; P=0,95)

№	Obyektlər	R	Fotometrik metod, %	Atom- absorbsion metod, %
1	Neft koksu	R ₁ - STMABr	2,07±0,03	2,15±0,04
2			2,04±0,05	1,98±0,03
3			2,03±0,06	2,21±0,07
№	Obyektlər	R	Fotometrik	əlavə etmə

			metod, %	metod, %
1	Neft koksu	R ₂ -SPBr	2,01±0,03	2,11±0,03
2			2,05±0,05	2,09±0,04
3			2,06±0,07	2,07±0,06
№	Obyektlər	R	Fotometrik metod, %	Fenilflüoron, %
1	Buruq suyu	R ₂ -SPCl	2,05±0,07	1,94±0,09
2			2,10±0,06	2,02±0,05
3			2,14±0,09	2,05±0,07

Cədvəl 7.

Qalayın(IV) mis və alüminium əsaslı ərintilərdə təyininin nəticələri (n=3-5; P=0,95)

Obyektlər	R	Fotometrik metod, %	Pasprota görə tərkibi, %
M 145	R ₁ -2,2'-dip	2,68±0,06	2,6
M 192-5	R ₃ -Pap	0,382±0,032	0,4
A 332-4		0,641±0,051	0,66
M 156-6		2,734±0,043	2,8
M 192-5	R ₃ -Dib	0,384±0,038	0,4
A 332-4		0,682±0,064	0,66
M 156-6		2,744±0,036	2,8
M 192-5	R ₃ -Ur	0,378±0,042	0,4
A 332-4		0,653±0,042	0,66
M 156-6		2,749±0,054	2,8
M 192-5	R ₄ - Tri X-114	0,408±0,009	0,4
M 190-5	R ₅ - Tri X-114	0,65±0,02	0,63

Kiçik qatılıqlarda germaniumun qatılışdırılaraq təyini metodlarının işlənməsi

Germaniumun mikromiqdarlarının fotometrik təyinat metodlarının əsas çatışmayan cəhəti həssaslığının, seçiciliyinin aşağı olması, toksiki üzvi ekstragentlərin istifadəsidir. Standart təyinat metodlarının (atom-absorbsion, mass spektroskopiya və s.) mənfə cəhəti isə nümunənin çətin hazırlanması, bahalı avadanlığın istifadəsi və s.

Sorbsiyalı qatılaşırdırmadan sonra fotometrik təyinatə əsaslanan kombinə olunmuş analitik metodların istifadəsi çox effektivdir. Germaniumun müxtəlif reagentlərlə modifikasiyasından alınan sorbentlər vasitəsilə effektiv sorbsion-fotometrik təyini metodikaları mövcuddur. Bu metodlardan istifadə zamanı qatılaşırdırmanın dərəcəsi artır. Təqdim olunan işdə germaniumun yeni xelatəmələgətirici sorbentlə sorbsiya və desorbsiya şəraiti tədqiq edilmişdir.

Analizin aparılması və nəticələrin düzgünlüyü. İşlənmiş metodika Neft Emalı zavodunun axıntı sularında germanium(IV) ionunun qatılaşırdırılaraq təyini üçün tətbiq edilmişdir.

Neft Emalı zavodundan götürülmüş axıntı suyundan 0,1 litr götürüb mikroqarışıqlardan təmizləmək üçün filtr kağızından keçirilir. 100,000 mq sorbent çəkilərək diametri 0,5 sm olan minikalonkaya əlavə edilir. Filtrlənmiş analiz olunan su nümunəsinin turşuluğu nitrat turşusunun köməyi ilə pH 5-ə çatdırılır və içərisində sorbent olan minikalonkadan optimal sürətlə (1,5 ml/dəq) keçirilir. Sorbsiya prosesindən sonra 5 ml 3,0 M HCl məhlulu ilə yuyulur. Alınmış elyuatda germanium(IV) ionunun miqdarı identifikasiya edilmiş bis (2,3,4-trihidroksifenilazo) benzidin məhlulundan istifadə edərək fotometrik metodla qurulmuş dərəcəli qrafikə əsasən, hesablanılır. Nəticələr təyin edilən elementin 100% ayrılması ehtimalı ilə hesablanmışdır. Analizin nəticələrinin düzgünlüyü əlavəetmə metodu ilə təsdiq edilmişdir. Analizin nəticələri cədvəl 8-də verilmişdir.

Cədvəl 8.

Neft Emalı zavodundan götürülmüş su nümunəsində germaniumun(IV) təyini (nümunənin həcmi 100 ml; elyuentin həcmi 5 ml; $m_{\text{sorb.}}=100$ mq; $R=0,95$; $n=5$)

Daxil edilmişdir, mkq/l	Tapılmışdır $\bar{X} \pm \frac{t_{pS}}{\sqrt{n}}$, mkq/l
-	8,3±0,4
10	18,1±0,6
20	27,9±0,7
30	37,5±0,8

Nəticə

1. Qalay(II) və germaniumun(IV) təbii və sənaye obyektlərində fotometrik təyini üçün piroqallol əsasında olan azobirləşmələrindən tərkibində azot olan üzvi birləşmələr və səthi aktiv maddələrlə əmələ gətirdiyi müxtəlifliqandlı kompleks birləşmələrindən istifadə edilmişdir.
2. Qalay (II) və germaniumun(IV) tədqiq edilən eyni və müxtəlifliqandlı kompleks birləşmələri fiziki-kimyəvi analiz metodları vasitəsilə tədqiq edilmişdir. Komplekslərin spektrofotometrik xarakteristikaları (pH_{opt} , λ_{opt} , molyar işıqudma əmsalı komplekslərin tərkibi Ber qanununa tabeçilik intervalı, ayrılan protonların sayı, davamlılıq sabiti) müəyyən edilmiş və konduktometrik titrləmə metodu ilə xüsusi elektrik keçiricilikləri öyrənilmişdir.
3. Germaniumun R_1 - R_3 reagentləri ilə əmələ gətirdikləri eyniliqandlı kompleks birləşmələrin bərk halda sintezi metodikası işlənib hazırlanmış və 4 yeni kompleks birləşmə sintez edilmişdir. Termoqravimetrik, İQ və NMR spektroskopik analiz metodlarında alınan nəticələrə əsasən kompleks birləşmələrin quruluşu haqqında müəyyən mülahizələr irəli sürülmüşdür.
4. Spektrofotometrik analiz metodu ilə müəyyən edilmişdir ki, qalay(II) və germaniumun(IV) təyini üçün analitik əhəmiyyət kəsb edən piroqallol əsasında sintez edilmiş reagentlərin aminlər və səthi-aktiv maddələrin modifikasiya olunmuş formaları daha geniş analitik imkanlara malikdir. Müəyyən edilmişdir ki, üçüncü komponentin təsirindən kompleks birləşmənin optimal əmələ gəlmə pH-ı turş mühitə doğru sürüşür, molyar udma əmsalının və davamlılıq sabitinin qiyməti artır.
5. Qalay(II) və germaniumun(IV) reagentlərlə və aminlərin modifikasiya olunmuş formaları ilə kompleksəmələgətirməsinə kənar ionların və pərdələyici maddələrin təsiri öyrənilmişdir. Analitik parametrlərinə görə tədqiq olunan kompleks birləşmələr müqayisə edilmiş, yüksək analitik göstəricilərə malik olan metodikalar seçilmişdir.
6. Qalayın təyini üçün işlənmiş metodikalar mis ərintilərində, germaniumun təyini üçün işlənmiş metodikalar neft koksu, buruq suyu, ərintilərdə təyininə tətbiq edilmişdir. Nəticələrin düzgünlüyü pasport göstəricilərinə, əlavə etmə metoduna və atom-absorbsion metoduna əsasən dəqiqləşdirilmişdir.
7. Germanium ionlarının mikromiqdarlarının neftlə birlikdə çıxan suda qatılşdırılaraq yeni, effektiv sorbsion-fotometrik təyini metodikaları işlənmişdir. Təyinat metodikası sadədir, yaxşı təkrarlılıqla xarakterizə

olunur, real obyektlərin analizi zamanı nəticələrin düzgünlüyünü təmin edir (bu əlavə etmə metodu ilə təsdiq edilmişdir).

Dissertasiyanın nəticələri aşağıdakı işlərdə ifadə edilmişdir.

1. Алиева Р.А., Мамедов Э.И., Марданова С.Р., Гюллярли. У.А., Чырагов Ф.М. Спектрофотометрическое исследование комплексообразования олова(II) с 2,2',3,4-тетраокси-3'/сульфо-5'-нитроазобензолом в присутствии папаверина, дибазола и уротропина // Доклады НАНА №2, 2011, с.67-73
2. Тусиашвили Т.Н., Цин-цадзе М.Г., Алиева Р.А., Мамедов Е.И., Марданов С.Р., Чырагов Ф.М. Бис-(2,3,4-тригидроксифенилазо)-бензидин как реагент для фотометрического определения олова(II) // Химический журнал грузии, № 2, 2011 с. 146-148.
3. Марданова С.Р., Алиева Р.А., Чырагов Ф.М., Алиева Т.И. Спектрофотометрическое исследование разнолигандных комплексов олова(II) с 2,3,4-триокси-4-сульфоазобензолом в присутствии третьего компонента. // Журнал научных публикаций аспирантов и докторантов, №10, 2011 с.83-86
4. Алиева Р.А., Мамедов Э.Н., Марданова С.Р., Гюллярли Г.Г.. Изчение комплексообразования олова(II) с реагентом 2,3,4-тригидроксифенилазо-5'-сульфонафталином в присутствии тритона X-114. // Вестник БУ, №1, 2012, с.26-30.
5. Əliyeva R.Ə., Çıraqov F.M., Həmidov S.Z., Bəhmənova F.N., Mərdanova S.R., Nəzərova G.Q. Polimer sorbentlərlə ağır metal ionlarının statik və dinamik şəraitdə sorbsiya tarazlığının tədqiqi / Görkəmli Azərbaycan alimi, əməkdar elm xadimi, akademik Həsən Əliyevin 105 illik yubileyinə həsr olunmuş “Ekologiya: Təbiət və cəmiyyət problemləri” mövzusunda II beynəlxalq elmi konfransın materialları. Bakı, 2012, 7-8 Noyabr, s.30.
6. Əliyeva R.Ə., Mərdanova S.R., Həmidov S.Z. Ge(IV)-un yeni sorbsion fotometrik təyini metodlarının işlənməsi / «Koordinasion birləşmələr kimyası» V respublika elmi konfransı dekabr 2012-ci s.42.
7. Марданова С.Р. Бис –(2,3,4-тригидроксифенилазо) бензидин как реагент для фотометрического определения германия // Вестник МГОУ, 2012 səh.
8. Mahmudov K.T., Aliyeva R.A., Hamidov S.Z., Chyragov F.M., Mardanova S.R., Kopylovich M.N., Pombeiro A.J.L. Preconcentration of

Germanium(IV) on Styrene-Maleic Anhydride Copolymer Modified with Aminobenzoic Acids and Its Spectrophotometric Determination with Bis(2,3,4-trihydroxyphenylazo) benzidine // American Journal of Analytical Chemistry, 2012, 3, 790-799.

9. Əliyeva R.Ə., Mərdanova S.R., Rüstəmovə M.M., Çıraqov F.M. “Setil trimetil ammonium bromid iştirakında Ge (IV)-la 2,3,4-trihidroksi-4'-flüorazobenzolun kompleksmələgətir- məsinin spektrofotometrik tədqiqi” / “Kimyanın aktual problemləri” VI Respublika Elmi konfransı: Bakı 2012, 127 s.

10. Əliyeva R.Ə., Mərdanova S.R., Məmmədov E.İ., Nəzərova G.Q., Həmidov S.Z., Çıraqov F.M. “Xelatmələgətirici polimer sorbentlərlə Ge(IV), U(VI), Fe(III), Cu(II), Ni(II), Zn(II) və Cd(II) ionlarının sorbsiyasının tədqiqi” / Y.Məmmədəliyevin 95-illiyinə həsr edilmiş beynəlxalq elmi konfrans. Bakı 3 oktyabr 2012, səh 66.

11. Магерамов А.М., Алиева Р.А., Бахманова Ф.Н., Гамидов С.З., Марданова С.Р., Назарова Г.Г., Алиева З.М., Абдуллаева К.С., Мирзай Дж.И., Чырагов Ф.М. Сорбционное извлечение и концентрирование ионов тяжелых металлов / Azərbaycan xalqının Ümummillî lideri Heydər Əliyevin anadan olmasının 90-cı ildönümünə həsr olunmuş I BEYNƏLXALQ KİMYA VƏ KİMYA MÜHƏNDİSLİYİ KONFRANSI 17-21 aprel 2013-cü il, Bakı, Azərbaycan, səh. 292-295

12. Марданова С.Р., Алиева Р.А., Мамедов Е.И., Чырагов Ф.М. «Изучение комплексообразования Sn(II) с азопроизводными пирогаллола» / Всероссийская научная конференция (с международным участием): “Успехи синтеза и комплексообразования” Москва 2012 г., С.108

13. Алиева Р.А., Марданова С.Р., Алиева Ф.С., Чырагов Ф.М. Изучение комплексообразования германия (IV) с 2,3,4-триокси-4-сульфоазобензолом в присутствии катионных поверхностно-активных веществ // BU Xeberleri, №2, 2014

14. Марданова С.Р., Алиева Р.А., Байрамов Г.И., Мамедов Е.И. Чырагов Ф.М. Изучение комплексообразования германия(IV) с 2,3,4-триокси-4-сульфоазобензолом в присутствии катионных поверхностно-активных веществ / Третья всероссийская научная конференция (с международным участием): “Успехи синтеза и комплексообразования” конференция посвящена 55-летию РУДН, 21-25 апреля 2014 г. часть 2-я, с.127

15. Алиева Р.А., Мирзаи Дж.И., Бахманова Ф.Н., Назарова Г.Г., Алиева З.М., Марданова С.Р., Абдуллаева К.С., Гамидов С.З. Изучение комплексообразования ряда металлов с хелатообразующими сорбентами / Третья всероссийская научная конференция (с международным участием): “Успехи синтеза и комплексообразования” конференция посвящена 55-летию рудн, 21-25 апреля 2014 г. часть 2-я, с. 67
16. Əliyeva R.Ə., Mərdanova S.R., Vəhmənova F.N., Əliyeva F.S., Nəmidov S.Z., Çıraqov F.M. Ge(IV) ionunun yeni xelatəmələgətirici sorbentlə qatılaşdırılaraq təyini / Journal of qafqaz university, 2013, №2, səh. 125
17. Mardanova S.R., Alieva R.A., Bahmanova F.N., Chyragov F.M. Spectrophotometric investigation of complexformation of germanium (IV) with bis (2,3,4-trigidroksifenilazo) benzidine in the presence of cationic surfactants active substances // Journal of chemistry and chemical engineering, 2014, v.8, no 1, p.21.
18. Алиева Р.А., Марданова С.Р., Мамедов Э.И. Изучение комплексообразования олова(II) 2,2',3,4-тетрагидрокси-3'-сульфо-5'-хлоразобензолом в присутствии аминов / “Koordinasion birləşmələr kimyası” VI respublika elmi konfransı, Bakı, 2015, 16-17 dekabr, səh. 91.

АННОТАЦИЯ

Диссертационной работы Мардановой Самиры Рафиг кызы на тему «Исследование и аналитическое применение разнолигандных комплексов Sn(II) и Ge(IV) с азосоединениями на основе пирогаллола»

Для фотометрического определения Sn(II) и Ge(IV) были использованы бинарные и смешанолигандные комплексы, модифицированные с азопроизводными пирогаллола и с их аминами и поверхностно-активными веществами. Состав, строение и чистота использованных в работе реагентов были установлены различными физико-химическими методами. Методом спектрофотометрического анализа установлены спектрофотометрические характеристики комплексов ($pH_{\text{опт}}$, $\lambda_{\text{опт}}$, молярный коэффициент поглощения, состав комплексов, интервал подчинения закону Бера, константы устойчивости). Методом кондуктометрического титрования были установлены удельные электропроводности комплексов. Были синтезированы в твердом виде новые комплексы и различными физико-химическими методами анализа изучены их строение и свойства. Установлено, что под влиянием третьего компонента оптимальная pH образования комплексных соединений смещается в кислую область, увеличивается значение молярного коэффициента поглощения и константа устойчивости. Изучено влияние посторонних ионов и маскирующих веществ на реакции комплексообразования. Исследуемые реакции комплексообразования были сравнены по чувствительности и избирательности и были выбраны методы, обладающие высокими аналитическими показателями. Установлено, что смешанолигандные комплексные соединения характеризуются высокой избирательностью. Разработаны методики

определения Sn(II) и Ge(IV) в нефтяном коксе, сплавах, буровой воде. Правильность результатов уточнена по паспортным показателям, методом добавок и атомно-абсорбционным анализом.

MARDANOVA SAMIRA RAFIG

**Research and analytical use of polyligands complexes Sn(II) и Ge(IV)
with the reagent based pyrohallow**

ABSTRACT

For photometric definition of Sn(II) и Ge(IV) has been used azoderivatives of pyrohallow and its binary and polyligands complexes modified with amines and surface-active substances. It has been established structure, content and cleanliness of the used reagents in work by different physical and chemical methods. By the spectrophotometric method it has been established spectrophotometric characteristics (pH_{opt} , λ_{opt} , molar light absorption factor, structure of complexes, an interval of Beers law, a constant of stability) complexes. By a conductometric titration method it has been established specific electric conductivity of complexes. New complexes has been synthesized in solid state and their structure and properties have been studied by different physical and chemical methods. It has established that from of the influence third component optimum pH complex formation, moves to area of the acid medium, raises values molar light absorption factor and a constant of stability. Influence of extraneous ions and masking substances on reaction complex formation has been studied. The investigated reactions complexformation has been compared on selectivity and sensitivity; also it has been chosen methods with high analytical parameters. It has established that polyligand complex connections are characterized with higher selectivity. It has been developed techniques of definition Sn(II) и Ge(IV) in oil coke, in alloys, boric water. Correctness of the received data has been established on a method of passport parameters, additives and atom-absorption.

Çapainzalanmışdır:
Kağızınformatı: 60x90 1/16
Tiraj: 100 nüsxə

BakıUniversitetinəşriyyatı
Az 1148, Bakı. Z.Xəlilov 23

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ
АЗЕРБАЙДЖАНСКОЙ РЕСПУБЛИКИ
БАКИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**

На правах рукописи

МАРДАНОВА САМИРА РАФИГ ГЫЗЫ

**ИССЛЕДОВАНИЕ И АНАЛИТИЧЕСКОЕ
ПРИМЕНЕНИЕРАЗНОЛИГАНДНЫХ КОМПЛЕКСОВ Sn(II) И
Ge(IV) С АЗО СОЕДИНЕНИЯМИ НА ОСНОВЕ ПИРОГАЛЛОЛА**

2301.01 – аналитическая химия

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

диссертации на соискание ученой степени
доктора философии химических наук

Б а к у – 2016