

**AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASI TƏHSİL NAZİRLİYİ  
BAKİ DÖVLƏT UNİVERSİTETİ**

Əlyazması hüququnda

**MƏTANƏT TARİYEL QIZI AXUNDOVA**

**CE(III) VƏ LU(III)-UN TƏRKİBİNDƏ O, N OLAN ÜZVİ  
REAKTİVLƏRLƏ QARIŞIQLIQANDLI KOMPLEKS  
BİRLƏŞMƏLƏRİNİN ANALİTİK TƏTBİQİ**

2301.01 – analitik kimya

Kimya elmi üzrə fəlsəfə doktoru alimlik dərəcəsi almaq üçün  
təqdim edilmiş dissertasiyanın

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

**Bakı – 2015**

İş Bakı Dövlət Universitetinin Analitik kimya kafedrasında yerinə yetirilmişdir

**Elmi rəhbər:**

– akademik **R.Ə.Əliyeva**

**Rəsmi opponetlər:**

- kimya elmləri doktoru, professor **Ə.N.Qurbanov**
- kimya elmləri namizədi **Ş.M.Bayramov**

**Aparıcı təşkilat:** Azərbaycan Dövlət Neft və Sənaye Universiteti – Fiziki və analitik kimya kafedrası.

Müdafiə « 30 » \_\_\_\_\_ 12 \_\_\_\_\_ 2015-ci 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 « \_\_\_\_\_ » 2015-ci ildə göndərilmişdir.

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

**M.Ə.Allahverdiyev**

## İŞİN ÜMUMİ XARAKTERİSTİKASI

**Mövzunun aktuallığı.** Nadir torpaq elementləri texnikanın müxtəlif sahələrində – radioelektronika, cihazqayırma, atom texnikasında, maşınqayırmada, kimya sənayesində, metallurğiyada geniş tətbiq olunur. Lantan, serium, neodim və prazeodium oksidlər şəklində şüşə sənayesində istifadə olunur. Bundan başqa nadir torpaq elementləri və onların birləşmələri kimya sənayesində piqmentlərin, lakların və boyaların istehsalında, neft sənayesində katalizator kimi geniş tətbiq sahəsinə malikdirlər. Qara və əlvan metallurğiyada nadir torpaq elementləri polada, çuquna və ərintilərə əlavə edilərək onların mexaniki xassələrini, korroziyaya qarşı davamlılığını və s. artırır.

Qeyd olunan materiallarda və təbii obyektlərində nadir torpaq elementlərinin mikromiqdarlarının dəqiq təyin edilməsi mühüm analitik məsələdir.

NTE-yə artan tələbat onların təyini üçün yeni metodikaların işlənilməsini və məlum metodikaların təkmilləşdirilməsini tələb edir. Məlumdur ki, NTE-nin mikromiqdarlarının təyini üçün müxtəlif sinif üzvi reagentlərdən istifadə etməklə fotometrik analiz metodu geniş tətbiq olunur. Bu reagentlər içərisində azobirləşmələr xüsusi yer tutur. Reaksiyaların analitik parametrlərini artırmaq üçün binar sistemlərə müxtəlif aminlər və kation tip səthi aktiv maddələrlə təsir edirlər. Buna görə də azobirləşmələrin – piroqallol və xromotrop turşusunun azotörəmələrinin və onların modifikasiya olunmuş formalarının tətbiqi ilə serium və lütesiumun təyini üçün, həssas, seçici, yüksək dəqiqlik və təkrarlıqə malik metodikaların işlənilməsi aktual məsələdir.

Dissertasiya işi Bakı Dövlət Universitetinin kimya fakültəsinin “Analitik kimya” kafedrasının apardığı elmi işlərə müvafiq olaraq (Dövlət qeydiyyatı № 01870009955) yerinə yetirilmişdir.

**İşin məqsədi.** Serium və lütesiumun fotometrik metodla təyini üçün yüksək analitik parametrlərə malik təyinat metodikalarının işlənilməsidir. Bu məqsədlə piroqallolun və xromotrop turşusunun azotörəmələri və onların modifikasiya olunmuş formaları serium və lütesiumun fotometrik metodla təyini üçün tətbiq edilmişdir.

Bu məqsədə nail olmaq üçün aşağıdakı məsələlər həll edilməlidir:

- piroqallol və xromotrop turşusunun azotörəmələrinin sintezi; reagentlərin dissosiasiya sabitlərinin təyini; məhlulda reagentin tautomer tarazılığının tədqiqi;
- sintez edilmiş reagentlərin serium və lütesium ilə komp-

leksəmələgətirməsinin tədqiqi; komplekslərin davamlılıq sabitinin təyini; xüsusi elektrik keçiriciliyinin öyrənilməsi; bərk halda komplekslərin sintezi və termiki davamlılıqlarının öyrənilməsi; reagentlərin monokristalının alınması və quruluşunun tədqiqi:

- piroqallol və xromotrop turşusunun azotörəmələrinin serum və lütesium ilə kompleksəmələgətirməsinin qanunauyğunluqları; komplekslərin molyar udma əmsalının, davamlılıq sabitinin, tərkibinin təyini; kompleksəmələgəlmə zamanı ayrılan protonların sayının təyini; reagentlərin pH-dan asılı olaraq məhlulda paylanma diaqramının qurulması;
- serum və lütesiumla reagentlərlə kompleksəmələgətirməsinə kənar ionların və pərdəleyici maddələrin təsirinin öyrənilməsi; serum və lütesiumun təbii və sənaye obyektlərində fotometrik təyini metodikalarının işlənməsi.

Bu məsələləri həll etmək üçün rentgenquruluş analiz, nüvə maqnit rezonansı, infraqırmızı spektroskopiya, spektrofotometriya, potensiometriya, konduktometriya, derivatoqrafik analiz metodlarından istifadə edilmişdir.

**Elmi yenilik.** Serum və lütesiumun fotometrik metodla təyini üçün analitik reagentlər – piroqallolun və xromotrop turşusunun azotörəmələri və onların modifikasiya olunmuş formaları tətbiq edilmişdir. Spektrofotometrik metodla reagentlərin tautomer formalarının tarazlıq qatılıqları və işıqudma əmsalları müəyyən edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, serum və lütesium reagentlərin xinoxhidrazon formaları ilə reaksiyaya daxil olurlar. Asetilaseton əsasında sintez edilmiş reagentin monokristalı alınmış və rentgen quruluş analiz metodu ilə quruluşu müəyyən edilmişdir.

**Praktik əhəmiyyəti.** Piroqallolun və xromotrop turşusunun azotörəmələrindən və onların üçüncü komponentlərlə müxtəlifliqandlı komplekslərindən istifadə etməklə monasitdə serumun, süni qarışıqda serumun və lütesiumun, standart torpaq nümunələrində serumun təyini üçün təyini metodikaları işlənilmişdir. İşlənilmiş metodikaları digər təbii və sənaye obyektlərinə də tətbiq etmək olar.

**İşin aprobasiyası.** Dissertasiya işinin materialları aşağıdakı konfranslarda məruzə və müzakirə edilmişdir. Akademik M.F.Nağıyevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş elmi konfrans ( Bakı 2008), “Analitika və analitiklər” İkinci Beynəlxalq forum (Voronej, 2008), Heydər Əliyev 85 Respublika elmi konfransı (Bakı 2008), Prof. A.Ə.Verdizadənin 95 illik yubileyinə həsr olunmuş «Üzvi reagentlər analitik kimyada» respublika elmi konfransı (Bakı 2009), Heydər Əliyev 87 IV Respublika elmi

konfransı (Bakı 2010), Ümummilli lider H.Əliyevin 88 illik yubileyinə həsr olunmuş “Kimyanın aktual problemləri” V Respublika elmi konfransı (Bakı, 2011), V.V.Kormaçevin 75 illik yubileyinə həsr olunmuş “Kimya elminin və təhsilinin müasir problemləri” elmi konfransı (Çeboksara, 2012) **Nəşr edilmə.** Dissertasiyanın mövzusunə aid 5 məqalə, 9 tezis nəşr edilmişdir.

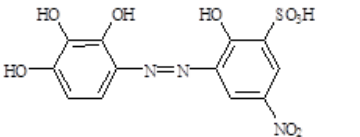
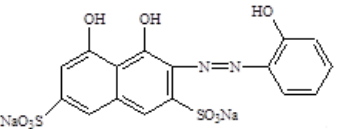
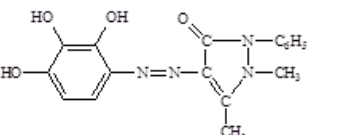
**Dissertasiyanın həcmi və quruluşu.** Dissertasiya giriş, I–IV fəsil, nəticə və istifadə edilmiş ədəbiyyat siyahısından ibarət olmaqla 121 kompüter səhifəsindən ibarətdir. Aparılmış tədqiqatların nəticələri 26 şəkil və 25 cədvəldə verilmişdir.

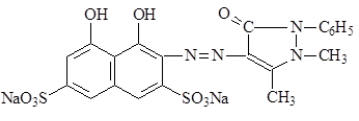
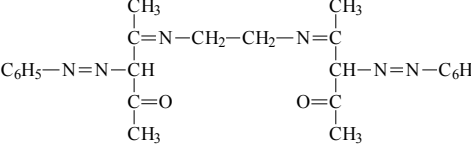
## REAGENTLƏRİN FİZİKİ-KİMYƏVİ XASSƏLƏRİ

İşdə istifadə olunmuş reagentlərin formulları cədvəl 1-də verilmişdir. Reagentlərin identifikasiyası NMR, İQ-spektroskopiya və spektrofotometrik metodla aparılmış, təmizliyi isə kağız xromatoqrafiyası metodu ilə yoxlanılmışdır.

Cədvəl 1

Reagentlərin quruluş formulları və adları

Quruluş formulu	Adı
	2,2',3,4-tetrahidroksi-3'-sulfo-5'-nitro-azobenzol (R <sub>1</sub> )
	2-(2-hidroksifenilazo) naftalin-1,8-dihidroksi-3,6-disulfonat-ium (R <sub>2</sub> )
	1-fenil-2,3-dimetilpirazol-5-azo-4 piroqallol (R <sub>3</sub> )

	<p>2-(1-fenil-2,3-dimetilpirozolon-5-azo-4)naftalin-1,8-dihidroksi 3,6-disulfonatium (R<sub>4</sub>)</p>
	<p>bis(3-fenilazopentadion-2,4) (R<sub>5</sub>)</p>

**Reagentlərin dissosiasiya sabitlərinin təyini.** Tədqiq olunan reagentlərin dissosiasiya sabitləri potensiomtrik titrləmə metodu ilə təyin edilmişdir. Reagentlərin dissosiasiya sabitləri Şvarsenbaxın riyazi metoduna əsasən hesablanmış və nəticələr cədvəl 2-də verilmişdir.

Cədvəl 2

Reagentlərin dissosiasiya sabitləri

R \ pK	pK <sub>1</sub>	pK <sub>2</sub>	pK <sub>3</sub>	pK <sub>4</sub>
R <sub>1</sub>	4,51±0,07	6,49±0,09	7,38±0,06	8,29±0,05
R <sub>2</sub>	4,62±0,02	6,27±0,03	7,92±0,05	–
R <sub>3</sub>	6,71±0,02	7,85±0,04	8,83±0,08	–
R <sub>4</sub>	3,83±0,01	9,58±0,03	–	–

Cədvəl 2-dən göründüyü kimi reagentlər zəif turşular olub, tərkibindəki qruplardan asılı olaraq müxtəlif pK-la xarakterizə olunurlar.

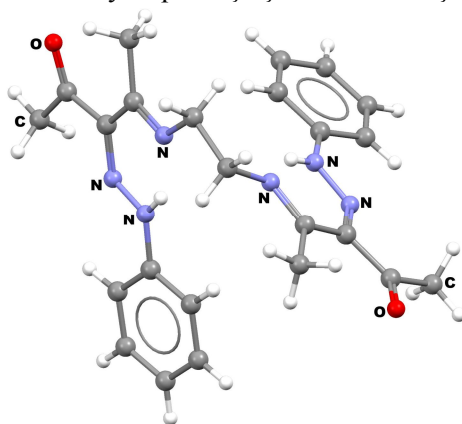
Asetilaseton əsasında sintez edilmiş bis(3-fenilazopentadion-2,4) – R<sub>5</sub> reagentinin monokristalı alınmışdır. Monokristal reagenti dəfələrlə yenidənkrystallaşdırılmasından və sonda spirt məhlulunda bir neçə gün saxlandıqdan sonra alınmışdır. Kristallar parlaq narıncı rəngli iynəvari formadadır.

Alınan kristalların elementar qəfəslərinin parametrləri və fəza qrupları T=100 K-də Bruker SMART APEX II CCD avtomatik difraktometrində (MoK<sub>α</sub> şüalanması ilə λ=0.71073 φ/2ω scan metodu, qrafit monoxromator) təyin olunmuşdur. Reagentlərin rentgenstruktur analizinin nəticələri cədvəldə verilmişdir.

Reagentin strukturu avtomatik rejimdə SHELXTL-2001 proqramına əsasən birbaşa metodla təyin edilmiş və anizotrop yaxınlaşma ilə ən kiçik kvadratlar metodu ilə qeyri-hidrogen atomları üçün təsdiq edilmişdir.  $C_{24}H_{28}N_6O_2$  molekuluğunun əsas kristalloqrafik parametrləri və rentgen struktur analizinin bəzi xarakteristikaları aşağıda verilmişdir.

Empirik formula	$C_{24}H_{28}N_6O_2$
Molekul kütləsi	432
Kristalın tipi	Monoklinik
Temperatur, K	100(2)
Fəza qrupu	P2/n
a, b, c, Å	11.6758; 6.6468; 15.6407
$\alpha, \beta, \gamma$	$\beta=100,866^\circ$
$V, \text{Å}^3$	1192,6
Z	2
Kristalın ölçüsü, mm	0,30×0,20×0.20

Reagentin molekulyar quruluşu şəkildə verilmişdir.



**Reagentlərin spektrofotometrik xarakteristikaları.** Piroqallol və xromotrop turşusu əsasında sintez olunmuş reagentlərin işıqudması bir-birindən fərqlənir. Müəyyən edilmişdir ki, işdə istifadə olunmuş piroqallol əsaslı reagentlərin işıq udmasında maksimumlar 250-490 nm, xromotrop turşusu əsaslı reagentlərin işıqudmasında maksimumlar 230-580 nm intervalında müşahidə olunur. Ədəbiyyat məlumatlarına əsasən demək olar ki, tədqiq olunan üzvi reagentlər iki tautomer formada – azo və xinoxhidrazon formada olurlar.

Tədqiq olunan reagentlərin geniş pH intervalında (pH 1–14) işıqudma spektrləri çıxarılmışdır. Spektrlərin analizi göstərir ki, reagentin hər birinin

dissosiasiya mərhələsi işıqudma spektrində gipsoxrom, batoxrom və giperxrom sürüşmələrlə müşahidə olunur.

İşdə istifadə olunan reagentlərin mühitin müxtəlif turşuluğunda, yəni molekulyar və dissosiasiya etmiş formalarında iki maksimum müşahidə olunur. Cədvəl 3-də işıq dmaları yüksək olan formaların  $\lambda_{\text{maks-1}}$  verilmişdir.

Cədvəl 3

Reagentlərin müxtəlif pH-da bir sıra xarakteristikaları

Reagent	pH	Reagentin forması	$\lambda$ , nm	$\varepsilon \cdot 10^{-4}$	$pK_1, pK_2, pK_3, pK_4$
R <sub>1</sub>	4	H <sub>4</sub> R	400	0,50±0,02	4,51±0,07 6,49±0,09 7,38±0,06 8,40±0,05
	5	H <sub>3</sub> R <sup>-</sup>	409	0,90±0,02	
	7	H <sub>2</sub> R <sup>2-</sup>	421	1,20±0,01	
	8	HR <sup>3-</sup>	414	1,23±0,01	
	9	R <sup>4-</sup>	411	1,25±0,02	
R <sub>2</sub>	3	H <sub>3</sub> R	514	0,40±0,01	4,62±0,02 6,27±0,03 7,92±0,05
	4	H <sub>2</sub> R <sup>-</sup>	532	0,65±0,03	
	7	HR <sup>2-</sup>	573	0,90±0,03	
	9	R <sup>3-</sup>	558	0,95±0,02	
R <sub>3</sub>	5	H <sub>3</sub> R	374	0,75±0,02	6,71±0,02 7,85±0,04 8,83±0,08
	7	H <sub>2</sub> R <sup>-</sup>	374	1,33±0,02	
	8	HR <sup>2-</sup>	431	0,65±0,03	
	9	R <sup>3-</sup>	378	0,65±0,01	
R <sub>4</sub>	3	H <sub>2</sub> R	569	0,88±0,02	3,83±0,01 9,58±0,03
	6	HR <sup>-</sup>	569	1,63±0,01	
	10	R <sup>2-</sup>	486	0,73±0,03	

Piroqallol və xromotrop turşusu əsasında sintez edilmiş reagentlərdə diazolaşdırılan aminin təbiətindən asılı olaraq işıq udma spektrlərində müəyyən sürüşmələr müşahidə olunur.

Təcrübə göstərir ki, 4-aminoantipirinin piroqallol və xromotrop turşusu ilə alınmış azotөрәмələrinin (R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>) işıqudmalarının müqayisəsi göstərir ki, molekulun aromatik hissəsi (piroqallol və xromotrop həlqələri) onların molekulyar və ion formalarının işıq udmasına kəskin təsir göstərir. Məsələn, r<sub>4</sub>-ün müxtəlif formalarının işıq udmasında R<sub>3</sub>-ə nisbətən batoxrom sürüşmələr müşahidə olunur.

Bütün reagentlər molekulyar formadan ilkin mərhələlər üzrə ion

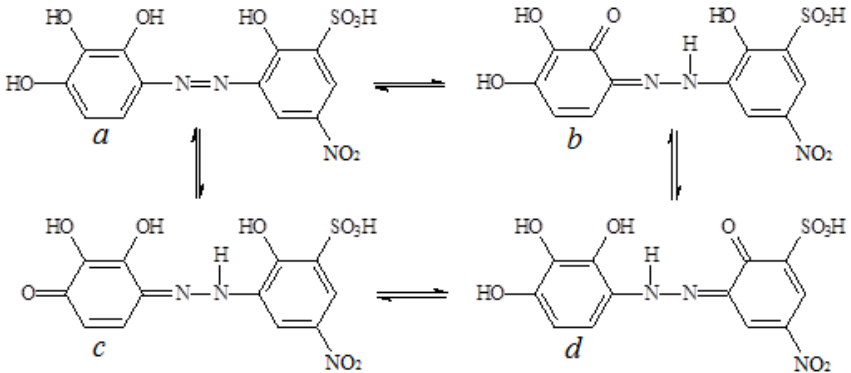


formalara keçdikdə batoxrom, sonra isə gipsoxrom effekt müşahidə olunur. Reagentlərdə sonrakı mərhələlər üzrə ion formaya keçdikdə baş verən gipsoxrom effekt ehtimal ki, azoqrupun yükünün azalması ilə əlaqədardır.

Reagentlərin işıqdumalarının müqayisəsi göstərir ki, ilkin mərhələlər üzrə molekulyar formadan ion formaya keçdikcə onların işıq udması artır, sonrakı mərhələlərdə isə azalır. Reagentlərdə sonrakı mərhələlərdə işıqdumaların azalması ehtimal ki, dissosiasiya etmiş hidrosil qruplarındakı oksigenin və azo qrupdakı azotların yüklərinin mezomer effekt nəticəsində nüvələrə (benzol və naftalin nüvələri) paylanması, delokallaşması ilə əlaqədardır.

### Reagentlərdə tautomer tarazlığın spektrofotometrik metodla tədqiqi.

Məlumdur ki, azobirləşmələr məhlulda müxtəlif tautomer formada ola bilərlər. Tədqiq olunan reagentlər iki tautomer formada – azo və xionhidrazon formada olurlar. Reagentlərin geniş turşuluq intervalında işıq udma spektrləri çıxarılmışdır. Təcrübə göstərir ki, reagentlərin udma spektrində iki maksimum müşahidə olunur. Ədəbiyyat məlumatlarına əsasən hesab edirik ki, piroqallolun azotörəmələrində dalğa uzunluğunun kiçik qiymətləri xionhidrazon formanı, böyük qiymətləri isə azo formanın maksimum işıq udmasını xarakterizə edir. Xromotrop turşusunun azotörəmələrində isə əksinə olaraq aşağı dalğa uzunluğunda müşahidə olunan maksimum azo formanı, yuxarı dalğa uzunluğunda müşahidə olunan maksimum isə xionhidrazon formanı xarakterizə edir.



Göründüyü kimi piroqallolun o,o'-hidroksiazotörəməsində dinamik tarazlıqda olan izomerlərin sayı ehtimal olunan a – d variantlarına uyğun gəlir. Kvantkimyəvi hesablamaların nəticələrinə əsasən c variantının reallaşmadığını ehtimal etmək olar.

Daxil edilmiş elektroakseptor qruplar (–SO<sub>3</sub>H, –NO<sub>2</sub>) molekulun aromatik hissəsində (piroqallol fraqmenti olmayan) orto- vəziyyətdə

yerləşən –OH-da hidrogen ionunun mütəhərrikliliyini artırır. Ona görə də d variantı b variantından daha ehtimallıdır. Beləliklə, R<sub>1</sub>-in maksimum işıqudmasında aşağı dalğa uzunluğunda müşahidə olunan maksimum d formanın, yuxarı dalğa uzunluğunda müşahidə olunan maksimum a formanın işıqudmasını xarakterizə edir.

Beləliklə, bu reagentlərin kompleksmələğətiricinin –N=N–, =N–NH– qruplarına hərisliyi ilə əlaqədar olaraq tautomer tarazlığı məqsədyönlü dəyişməklə analitik effekt almaq olar.

Başqa sözlə =N–NH– qrupuna hərisliyi çox olan metalların kompleksmələğətməsinin daha turş mühitdə gedəcəyini və reaksiyanın yüksək seçiciliklə xarakterizə olunacağını proqnozlaşdırmaq olar.

Xromotrop turşusunun o,o'-hidroksiazotörəməsində (R<sub>2</sub>) reallaşa bilən tautomer formaların sayı dördür. Təcrübə göstərir ki, xromotrop turşusunun azotörəmələrinin işıq udma spektrlərində də iki maksimum müşahidə olunur. Aşağı dalğa uzunluğunda müşahidə olunan maksimum azo formanın, yuxarı dalğa uzunluğunda müşahidə olunan maksimum isə xinoxhidrazon formanın işıqudmasını xarakterizə edir.

Kompleksmələğəlmənin optimal şəraitində (pH<sub>opt</sub>) reagentin tautomer formalarının miqdarının təyin edilməsi onların iştirakında baş verən reaksiya haqqında məlumat almağa imkan verir. Tautomerlərin tarazlıq qatılıqlarını təyin etmək üçün müxtəlif spektroskopik metodlardan istifadə edilir.

Spektrofotometrik metodla tautomerlərin müxtəlif mühitlərdə qatılıqlarını təyin etmək üçün Firordt tənliyindən istifadə etməklə kompleksmələğəlmənin optimal pH-da reagentlərin tautomer formalarının tarazlıq qatılıqları və tautomer formaların molyar işıqudma əmsalları təyin edilmişdir (cədvəl 4, 5).

Cədvəl 4

Reagentlərin (R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>) tautomer formalarının miqdarı

Reagent	pH	Azo, mol/l	Xinoxhidrazon, mol/l
R <sub>1</sub>	4	$1,60 \cdot 10^{-11}$	$6,00 \cdot 10^{-5}$
R <sub>3</sub>	6	$3,10 \cdot 10^{-9}$	$5,81 \cdot 10^{-5}$
R <sub>4</sub>	11	$4,00 \cdot 10^{-9}$	$5,99 \cdot 10^{-5}$

Cədvəl 4-dən göründüyü kimi mühitin turşuluğu tautomerlərin miqdarına ciddi təsir göstərir. Göstərilən reagentlərlə kompleksmələğəlmə reaksiyalarının optimal şəraitində xinoxhidroazon forma demək olar ki, üstünlük təşkil edir. Buradan belə nəticə çıxarmaq olar ki, nadir torpaq elementləri –N=N– qrupuna yox, =N–NH– qrupuna qarşı daha hərisdir.

Reagentlərin (R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>) tautomer formalarının molyar udma əmsalları

Reagent	pH	Azo	Xinonhidrazon
R <sub>1</sub>	4	8333	8833
R <sub>3</sub>	6	9500	11075
R <sub>4</sub>	11	8333	9167

Ədəbiyyat məlumatlarına əsasən belə bir nəticəyə gəlmək olar ki, fotometrik analizdə istifadə edilən reagentin elə formasından istifadə etmək əlverişlidir ki, onun işıqudması minimum olsun. Bu müqayisə məhlulunun işıqudmasının az olmasına və reaksiyaya reagentin kiçik miqdarının sərf edilməsinə səbəb olur. Təcrübə göstərir ki, reagentlərin azo formasının işıq udması xinonhidrazon formaya nisbətən azdır. Alınmış nəticələrə (cədvəl 5) əsasən qeyd etmək olar ki, piroqallolun azotörəmələrindən xinonhidrazon forma ilə gedən kompleksmələgəlmə reaksiyalarını turş mühitdə, xromotrop turşusunun azotörəmələrində isə qələvi mühitdə aparmaq əlverişlidir, başqa sözlə kompleksmələgəlmə reaksiyasını uyğun olaraq turş və qələvi mühitdə aparmaqla yüksək analitik effekt alınacağını proqnozlaşdırmaq olar.

#### REAGENTLƏRİN NADİR TORPAQ ELEMENTLƏRİ İLƏ KOMPLEKSƏMƏLƏGƏTİRMƏSİNİN MÜXTƏLİF FİZİKİ-KİMYƏVİ ANALİZ METODLARI İLƏ TƏDQIQI

Analitik təyinatlarda istifadə olunan rəngli reaksiyaların əsas məhsulları daxili kompleks birləşmələrdir. Hazırda istifadə olunan üzvi reagentlərin əsas xüsusiyyətlərindən biri onların metallarla daxili kompleks birləşmələrində tsikl əmələ gətirməsidir. Bu zaman əmələ gələn tsikl davamlı olub, metalların fotometrik təyini üçün əlverişli olur.

Məlum olduğu kimi daxili kompleks birləşmələrin vacib xarakteristikalarından biri onların davamlılıq sabitidir. Komplekslərin davamlılığı kompleksmələgətiricinin və liqandların təbiətindən, temperaturdan, həlledicinin təbiətindən, məhlulun ion qüvvəsindən, məhlulun tərkibindən və s. asılıdır.

Kompleks birləşmələrin məhlulda davamlılıq sabitini müəyyən etməklə, digər ionlar iştirakında kompleksmələgəlmə reaksiyasının nə dərəcədə seçici olması haqqında fikir yürütmək olar.

Tədqiqat zamanı  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_4$  reagentlərinin suda və  $R_3$ -ün su-spirət qarışığında (3:7) məhlullarından istifadə edilmişdir.  $R_3$ -ün reagentinin serium və lütesiumla əmələ gətirdikləri komplekslərin davamlılıq sabitləri Martel və Çaberakin riyazi metodu ilə təyin edilmişdir.  $R_1$ ,  $R_2$  reagentlərinin komplekslərinin davamlılıq sabitləri Byerrum metoduna əsasən hesablanmışdır.

Müəyyən edilmişdir ki, reagentlərin komplekslərinin potensiomətrik titrləmə əyrisi reagentin potensiomətrik titrləmə əyrisinə nisbətən turş mühitə sürüşür. Bu məhlulda kompleksin əmələ gəldiyini, yəni qarşılıqlı təsir zamanı proton ayrıldığını göstərir. Titrləmə əyrilərinin forması və komplekslərin davamlılıq sabitlərinin müqayisəsi göstərir ki, kompleksin titrləmə əyrisi reagentin titrləmə əyrisindən nə qədər aşağıda yerləşərsə, həmin kompleks daha davamlıdır. Reagentlərin serium və lütesiumla əmələ gətirdikləri komplekslərin davamlılıq sabitləri cədvəl 6-da verilmişdir.

Cədvəl 6

Serium(III) və lütesiumun(III) reagentlərlə əmələ gətirdikləri komplekslərin davamlılıq sabitləri

Reagent		$R_1$	$R_2$	$R_3$	$R_4$
Metal					
Ce	$\lg K_1$	$7,32 \pm 0,03$	$6,87 \pm 0,04$	$7,09 \pm 0,05$	$7,70 \pm 0,02$
	$\lg \beta_2$	$11,81 \pm 0,05$	$11,47 \pm 0,04$	$11,62 \pm 0,07$	$11,92 \pm 0,03$
Lu	$\lg K_1$	$7,81 \pm 0,02$	$7,60 \pm 0,06$	$7,73 \pm 0,07$	$7,93 \pm 0,05$
	$\lg \beta_2$	$12,06 \pm 0,05$	$11,57 \pm 0,04$	$11,83 \pm 0,07$	$12,56 \pm 0,03$

Potensiomətrik titrləmənin nəticələrindən (cədvəl 6) göründüyü kimi reagentlərin komplekslərinin davamlılığı aşağıdakı sıra üzrə dəyişir:  $R_4 > R_1 > R_3 > R_2$ .

Komplekslərin davamlılıqlarının göstərilən sıralar üzrə dəyişməsi reagentlərin təbiəti ilə bağlıdır. Bu ilk növbədə donör atomun hansı atom və ya qruplarla əhatə olunmasından asılıdır.

Bununla əlaqədar olaraq komplekslərin davamlılığının dəyişmə ardıcılığını təhlil edərkən aşağıdakı prinsiplər əsas götürülmüşdür: piroqallol və xromotrop turşusu fraqmentini sabit saxlamaqla molekulun digər aromatik hissəsinə funksional qrupların daxil edilməsini; eyni aromatik amin əsasında piroqallol və xromotrop turşusunun azotörəmələri.

4-Aminoantipirinin azotörəmələrinin ( $R_3$ ,  $R_4$ ) komplekslərinin davamlılığı eyni sıra üzrə dəyişir. Ona görə də belə nəticə çıxarmaq olar ki,

komplekslərin davamlılığının dəyişmə ardıcılığı əsasən 4-aminoantipirin fraqmentindən asılıdır, digər fraqmentlər – piroqallol və xromotrop turşusu onların davamlılığının dəyişmə ardıcılığına təsir göstərmir. Təcrübə göstərir ki, R<sub>3</sub>-ün kompleksləri R<sub>4</sub>-ün komplekslərindən davamlıdır, ehtimal ki, bu da yuxarıda göstərilən səbəblə (R<sub>3</sub> – pK<sub>1</sub>=6,71 > R<sub>4</sub> – pK<sub>1</sub>=3,83) əlaqədardır.

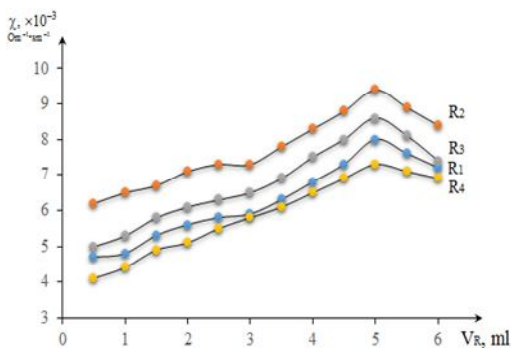
Konduktometrik titrləmənin nəticələri komplekslərin davamlılığının müqayisəsi üçün əlverişlidir. Təcrübə göstərir ki, konduktometrik titrləməni bufer sistemdə apardıqda sistemin xüsusi elektrik keçiriciliyi azalır, bu daxili kompleks birləşmənin əmələ gəlməsi zamanı ayrılan daha mütəhərrik H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> ionlarının bufer sistem tərəfindən tutulması və mütəhərrik metal ionlarının kompleksin tərkibinə keçməsi ilə izah edilir. Lakin su mühitində kompleks-əmələgəlmə zamanı ayrılan H<sup>+</sup> ionları hesabına xüsusi elektrik keçiriciliyi artır.

Su mühitində kompleksəmələgəlmə zamanı xüsusi elektrik keçiriciliyinin azalması mütəhərrik metal ionlarının kompleksin tərkibinə keçməsi ilə əlaqədardır. Lakin eyni zamanda daha mütəhərrik H<sup>+</sup> ionlarının ayrılması sistemin xüsusi elektrik keçiriciliyini artırır.

Alınmış nəticələr (şəkil 1) göstərir ki, konduktometrik titrləmə zamanı sistemin xüsusi elektrik keçiriciliyi artır və ekvivalent nöqtəsindən sonra azalır.

Konduktometrik titrləmənin nəticələrinin potensiomətrik titrləmənin nəticələri ilə müqayisəsi göstərir ki, kompleks birləşmə nə qədər davamlı olarsa, su (su-spirit) mühitində konduktometrik titrləmə zamanı sistemin xüsusi elektrik keçiriciliyi bir o qədər yüksək olur. Beləliklə, konduktometrik titrləmə zamanı yüksək xüsusi elektrik keçiriciliyi ilə xarakterizə olunan kompleksəmələgəlmə reaksiyasının daha geniş analitik imkanlara malik olacağını proqnozlaşdırmaq olar.

Seriumun(III) R<sub>1</sub> və R<sub>3</sub> ilə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələr termoqravimətrik analiz metodu ilə tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, komplekslərin termiki parçalanması iki mərhələ üzrə baş verir: əvvəlcə komplekslər su itirir, ikinci mərhələdə isə kompleks birləşmənin bütövlükdə parçalanması baş verir və metaloksidi alınır.



Şək. 1. Serium(III) məhlulunun reagentlərlə konduktometrik titrləmə ayrılırları

## REAGENTLƏRİN SERIUM(III) VƏ LÜTESIUMUN(III) TƏYİNİNDƏ ANALİTİK TƏTBİQİ

Tədqiq olunan reagentlər serium və lütesiumla ilə intensiv rəngli kompleks birləşmələr əmələ gətirir. Kompleksəmələgəlmənin optimal şəraiti müəyyən edilmiş, həmçinin komplekslərin bir sıra spektrofotometrik xarakteristikaları hesablanmışdır.

Cədvəl 7

Serium(III) və lütesiumun(III) reagentlərlə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələrin əsas spektrofotometrik xarakteristikaları

Reagent	$\lambda_{\max}$ , nm	pH <sub>opt</sub>	Me:reagent nisbəti	$\epsilon \cdot 10^3$	lgK	Ber qanununa təbəçilik intervalı, mkq/ml
CeR <sub>2</sub>	515	6	1:2	4,5	4,65±0,17	0,56 – 3,36
CeR <sub>2</sub> + SPX	569	4	1:2:2	10	5,15±0,03	0,56 – 4,48
CeR <sub>2</sub> + STAB	532	6	1:2:2	9,5	5,06±0,03	0,56 – 5,60
CeR <sub>3</sub>	420	6	1:2	9,25	5,15±0,02	1,12 – 11,2
CeR <sub>3</sub> + SPX	432	6	1:2:2	12,25	7,98±0,03	1,12 – 11,2
CeR <sub>3</sub> + Ox	447	5,5	1 : 2 : 2	12,5	8,02±0,01	0,56 – 5,60
CeR <sub>4</sub>	541	6	1:2	8,5	4,74±0,05	1,12 – 11,2
CeR <sub>4</sub> + STAB	502	5	1:2:2	9,2	5,48±0,02	0,56 – 5,60
CeR <sub>5</sub>	418	6	1:2	11,0	4,38±0,08	1,12 – 11,2
LuR <sub>1</sub>	424	6	1 : 2	3,25	5,20±0,04	2,8 – 14,0
LuR <sub>1</sub> + Tx	430	5	1 : 2 : 2	7,20	6,74±0,03	1,4 – 16,8
CeR <sub>1</sub>	430	6	1 : 2	5,0	4,82±0,11	0,56 – 3,36
CeR <sub>1</sub> - SPX	454	5	1 : 2 : 2	11	5,44±0,05	0,56 – 4,48
CeR <sub>1</sub> - STAB	448	5	1:2:2	9,2	5,20±0,02	0,56 – 4,48

Məlumdur ki, məhlulda reagentin forması mühitin turşuluğundan asılıdır. Seriumla(III) reagentin hansı formasının reaksiyaya daxil olduğunu müəyyənləşdirmək üçün reagentin dissosiasiya sabitlərindən istifadə etməklə reagentin molekulyar və ion formalarının mol payı hesablanmış və məhlulda reagentin paylanma diaqramı qurulmuşdur.

Binar və müxtəlifliqandlı kompleks birləşmələr optimal pH mühitində konduktometrik titrlənmişdir. Konduktometrik titrləmə zamanı sistemlərin xüsusi elektrik keçiriciliyi azalır. Bu sistemdə mütəhərrik hissəciklərin sayının azalmasını göstərir. Konduktometrik titrləmənin nəticələrinin müqayisəsi göstərir ki, binar kompleks birləşməyə nisbətən müxtəlifliqandlı kompleksin xüsusi elektrik keçiriciliyi daha kiçikdir.

R<sub>1</sub>-Tx sisteminin lütesiumla qarşılıqlı təsiri zamanı assosiatların davamlılığının onun təyin olunma sərhəddinə təsirini müəyyən etmək üçün ən kiçik kvadratlar metodundan istifadə etməklə dərəcəli qrafik əyrlərinin əmsalları müəyyən edilmişdir.

Lütesiumun(III) R-Tx ilə kompleksmələgətirməsi zamanı  $A=f(c)$  asılılıqları aşağıdakı xətti tənliklərlə müəyyən olunur.

$$A = (3,90 \pm 0,01) \cdot 10^{-2}c + (2,70 \pm 0,036) \cdot 10^{-2} \quad \text{Lu(III)-R}_1$$

$$A = (4,13 \pm 0,02) \cdot 10^{-2}c + (9,13 \pm 0,03) \cdot 10^{-4} \quad \text{Lu(III)-R}_1\text{-Tx}$$

Göründüyü kimi xətti tənliyin bucaq əmsalı artdıqca komplekslərin molyar işıqudma əmsalları artır. Uyğun olaraq ordinat oxundan ayrılan parçanın uzunluğu artır və lütesiumun reagentlə kompleksmələgətirməsinin təyinat sərhəddi azalır.

Təbii və sənaye obyektlərinin tərkibinin mürəkkəb olması təyin edilən elementin müəyyənləşdirilməsində çətinlik törədir. Bu da təyinat reaksiyalarına verilən tələbatların həmişə yüksək olmaması ilə əlaqədardır.

Serium və lütesiumun reagentlərlə kompleksmələgətirmə reaksiyalarına müxtəlif kənar ionların və mane olan ionların maneçiliyini aradan qaldırmaq məqsədilə pərdələyici maddələrin təsiri öyrənilmişdir (cədvəl 8 ).

Cədvəl 8

Seriumun(III) binar və SPX iştirakında  $R_2$  ilə kompleksəmələgətirməsinə kənar ionların və pərdələyici maddələrin təsiri (5 % səhvlə)

Kənar ion və pərdələyici maddələr	$CeR_2$	$CeR_2 + SPX$	2,6-dibrom-4-xlorokarboksiarsena zo
Na(I)	Mane olmur	Mane olmur	
K(I)	Mane olmur	Mane olmur	
Zn(II)	84	139	
Mn(II)	4	196	50
Ni(II)	125	211	10
Co(II)	10	21	
Cu(II)	46	46	10
Sr(II)	58	188	
Al(III)	4	1.2	100
Cr(III)	37	111	
Bi(III)	3	7.5	
Pb(IV)	2	4.4	
V(V)	11	18	30
Mo(VI)	19	69	12
EDTA	7	58	
Tiokarbamid	146	324	
Limon turşusu	32	60	
$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$	8	72	

Seriumun monasit mineralında, standart nümunələrdə, süni qarışıqda, lütesiumun isə süni qarışıqda yüksək dəqiqlik, təkrarlıq və düzgünlüyə malik təyini metodikaları işlənmişdir (cədvəl 9).

Cədvəl 9

Nümunələrdə serium(III) və lütesiumun(III) fotometrik metodla təyini ( $n=3, P=0,95$ )

Nümunələr	Pasporta görə, %	Fotometrik metodla tapılıb, %-lə
SQXM-1	0,0027 (Ce)	$0,0025 \pm 0,0002$
SQXM-2	0,0030 (Ce)	$0,0027 \pm 0,0001$



Monasit	3,61 (Ce)	3,58±0,02	
Süni qarışıq	Götürülmüşdür, mkq	Tapılmışdır, mkq	Sr
(1·10 <sup>-1</sup> mol//Ni <sup>2+</sup> , Cr <sup>3+</sup> , Mn <sup>2+</sup> , Mo <sup>6+</sup> , Zn <sup>2+</sup> )	28,0	28,5	0,02
	56,0	55,6	0,02
	84,0	83,5	0,01
	112,0	110,8	0,02
(1·10 <sup>-1</sup> mol//Mg <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Cd <sup>2+</sup> , Co <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup> )	35,0 (Lu)	35,4 (Lu)	0,02
	70,0 (Lu)	68,4 (Lu)	0,02
	140,0 (Lu)	138,5 (Lu)	0,01
	420,0 (Lu)	418,8 (Lu)	0,02

## NƏTİCƏLƏR

1. Piroqallol, xromotrop turşusu və asetilaseton əsasında reagentlər sintez edilmişdir. Reagentlərin identifikasiyası nüvə maqnit rezonansı (NMR), infraqırmızı spektroskopiya (IQ), spektrofotometrik analiz və rentgenstruktur analiz metodu metodları ilə həyata keçirilmiş, təmizliyi isə kağız xromatoqrafiyası metodu ilə yoxlanmışdır.

2. Potensiometrik titrləmə metodu ilə reagentlərin dissosiasiya sabitləri təyin edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, istifadə edilmiş reagentlər zəif üzvi turşulardır. Mühitin pH-dan asılı olaraq reaktivlərin hansı formada olduğunu müəyyənləşdirmək məqsədilə onların paylanma diaqramı qurulmuşdur. Reagentlərin geniş turşuluq intervalında işıqudma spektrləri çıxarılmış və müəyyən edilmişdir ki, reagentlər məhlulda iki tautomer formada – azo və xinoxhidrazon formada olurlar.

3. Serium(III və lütesiumun(III) reagentlərlə əmələ gətirdiyi binar və qarışıqlıqandlı kompleksmələgətirməsi potensiometrik analiz, konduktometrik titrləmə və termoqravimetrik analiz metodları ilə tədqiq edilmişdir. Reagentlərin metallarla əmələ gətirdikləri kompleks birləşmələrin davamlılıq sabitləri potensiometrik titrləmə metodu ilə təyin edilmişdir. Potensiometrik titrləmənin nəticələrinə əsasən müəyyən edilmişdir ki, reagentlərin komplekslərinin davamlılığı aşağıdakı sıra üzrə dəyişir:  $R_4 > R_1 > R_3 > R_2$

4. Seriumun reagentlərlə əmələ gətirdiyi bir sıra kompleks birləşmələrin element analizi aparılmış, Ce- $R_1$  və Ce- $R_3$  kompleksləri sintez edilərək termoqravimetrik analiz metodu ilə tədqiq edilmişdir. Termoqravimetrik analizin nəticələrinə əsasən müəyyən edilmişdir ki, kompleks birləşmələr iki mərhələ üzrə parçalanır: birinci mərhələdə parçalanma zamanı komplekslər su molekulu itirir, sonrakı mərhələdə isə müxtəlif temperaturlarda üzvi faza ayrılır və serium(III) oksid əmələ gəlir.

5. Reagentlərin serium(III) və lütesiumla(III) əmələ gətirdikləri rəngli kompleks birləşmələr spektrofotometrik metodla tədqiq edilmişdir. Kompleksmələgəlməyə reagentin qatılığının, mühitin turşuluğunun təsiri öyrənilmişdir. Binar və müxtəlifliqandlı komplekslərin tərkibində komponentlər nisbəti izomolyar seriyalar, Starik-Barbanel və tarazlığın sürüşməsi metodları ilə təyin edilmişdir.

6. Metalların reagentlərlə əmələ gətirdiyi kompleks birləşmələrə kation səthi aktiv maddələr – setilpiridin xlorid, setiltrimetilammonium bromidin və müxtəlif aminlərin təsiri öyrənilmişdir. Ən kiçik kvadratlar metodu ilə dərəcəli qrafiklərin tənliklərinin əmsalları tapılmışdır. Astaxov metodu ilə

eyniliqandlı və müxtəlifliqandlı kompleksin əmələ gəlməsi zamanı ayrılan protonların sayı təyin edilmişdir.

7. Serium(III) və lütesiumun(III) reagentlərlə və onların modifikasiya olunmuş formaları ilə kompleksəmələgətirməsinə kənar ionların və təyinatə mane olan ionların maneçiliyini aradan qaldırmaq üçün pərdələyici maddələrin təsiri öyrənilmişdir. İşlənmiş metodikalar monasitdə seriumun, süni qarışıqda seriumun və lütesiumun, standart torpaq nümunələrində seriumun təyini üçün tətbiq edilmiş, alınmış nəticələrin düzgünlüyü pasport göstəricilərinə və əlavə etmə metodu ilə dəqiqləşdirilmişdir.

### **Dissertasiyanın nəticələri aşağıdakı işlərdə ifadə edilmişdir.**

1. S.R.Насијева, М.Т.Ахундова, F.M.Çıraқов, F.E.Нүсејнов. Seriumun setilpiridin-xlorid іştirакında 2-(2-гидрокси-фенилазо)нафталин-1,8-дигидрокси-3,6-дисульфонатла комплексəmələгəтirməsinin фотометрик тəдқиқи. Академик M.F.Нағијеvin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş elmi konfrans, Bakı 2008, s.232
2. С.Р.Гаджиева, М.Т.Ахундова, Ф.М.Чырагов, Ф.Э.Гусейнов. Спектрофотометрическое определение церия(III) по реакции с 2-[2-гидроксифенилазо] нафталин-1,8-дигидрокси-3,6-дисульфонатом натрия. «Аналитика и аналитики» Второй Международный форум. Воронеж Россия, 2008, 22-26 сентября.с. 407
3. С.Р.Гаджиева, М.Т.Ахундова, Ф.М.Чырагов, Ф.Э.Гусейнов. Изучение цветной реакции церия(III) с реагентом 2-[2-гидроксифенилазо] нафталин-1,8-дигидрокси-3,6-дисульфонатом натрия и бромидом цетилтриметиламмония. Kimya problemləri jurnalı, №2, 2008. s.366-368
4. S.R.Насијева, М.Т.Ахундова, F.M.Çıraқов, F.E.Нүсејнов. Seriumun(III) təyini üçün yeni rəngli reaksiyanın öyrənilməsi. Heydər Əliyev 85. respublika elmi konfransının materialları. Bakı 2008, s. 100-101
5. S.R.Насијева, М.Т.Ахундова, F.M.Çıraқов, F.E.Нүсејнов. Seriumun(III) setilpiridin-xlorid іştirакında 1-фенил-2,3-диметилпиразолон-5-азо-4-пироқаллола комплексəmələгəтirməsinin фотометрик тəдқиқи. Prof. A.Ə.Verdzadənin 95 illik yubileyinə həsr olunmuş «Üzvi reagentlər analitik kimyada» respublika elmi konfransı. Bakı 2009, s.110-111
6. С.Р.Гаджиева, М.Т.Ахундова, И.Г.Ибадов, Ф.М.Чырагов, Ф.Э.Гусейнов. Фотометрическое определение лютеция(III) с 2,3,4-

- тригидрокси-3'-нитро-4'-сульфоазобензолом в присутствии Тритон Х-114. «Заводская лаборатория. Диагностика материалов». 2010 , Т.76 , № 2, с.23-25
7. Р.А.Алиева, А.Э.Насибова, М.Т.Ахундова, Ф.М.Чырагов, Ф.Э.Гусейнов. Изучение комплексообразования церия(III) с 2-(2-гидроксифенилазо) нафталин-1,8-дигидрокси-3,6-дисульфонатом натрия в присутствии ПАВ. Heydər Əliyev 87. IV Respublika elmi konfransının materialları. Bakı 2010, s.9
  8. R.A.Aliyeva, S.R.Hadjiyeva, F.E.Huseynov, M.T.Akhundova, F.M.Chiragov. Spectrophotometric determination of complexformation of cerium(III) with 1-phenyl-2,3-dimethylpyrazolone-5-azo-4-pyrogallole in the presence of cetylpyridine chloride. Journal of Chemistry and Chemical Engineering, USA, October 2010, V.4, №.10, p.62-64
  9. С.Р.Гаджиева, М.Т.Ахундова, Ф.Э.Гусейнов, Ф.М.Чырагов. Спектрофотометрическое исследование комплексообразования церия(III) с 2-(2-гидроксифенилазо) нафталин-1,8-дигидрокси-3,6-дисульфонатом натрия в присутствии хлоридом цетилпиридиния. Bakı Universitetinin Xəbərləri. 2011, № 1, s.42-47
  10. R.Ə.Əliyeva, A.E.Nəsiyeva, F.E.Hüseynov, M.T.Axundova, F.M.Çıraqov Seriumun(III) yeni rəngli reaksiyanın spektrofotometrik tədqiqi. Ümummilli lider H.Əliyevin 88 illik yubileyinə həsr olunmuş “Kimyanın aktual problemləri” V Respublika elmi konfransının materialları. Bakı, 2011, s. 37
  11. S.R.Nəsiyeva, A.Ş.Əfəndiyeva, M.T.Axundova, F.E.Hüseynov, F.M.Çıraqov. Изучение разнолигандное комплексообразования церия(III) с 2-(2-гидроксифенилазо) нафталин-1,8-дигидрокси-3,6-дисульфонатом натрия. Ümummilli lider H.Əliyevin 88 illik yubileyinə həsr olunmuş “Kimyanın aktual problemləri” V Respublika elmi konfransının materialları. Bakı, 2011, s. 64-65
  12. С.Р.Гаджиева, М.Т.Ахундова, Ф.М.Чырагов, Ф.Э.Гусейнов, А.Ш.Эфендиева. Изучение комплексообразования церия(III) с 1-фенил-2,3-диметил-пиразолон-5-азо-4-пиролаллола в присутствии 8-оксихинолина. Современные проблемы химической науки и образования. Всероссийский конференции посв. 75-летию со дня рождения В.В.Кормачева. Чебоксары, 2012, 19-20 апреля, с. 65-66
  13. С.Р.Гаджиева, М.Т.Ахундова, Ф.М.Чырагов, А.Ш.Эфендиева, Ф.Э.Гусейнов. Изучение комплексообразования церия(III) с 1-фенил-2,3-диметил-пиразолон-5-азо-4-пирогаллола в присутствии гидроксилamina. Ümummilli lider H.Əliyevin 89 illik yubileyinə həsr

olunmuş “Kimyanın aktual problemləri” VI Respublika elmi konfransının materialları, Bakı, 2012, s. 18

14. S.R.Gadjiyeva, A.Sh.Efendiyeva, M.T.Akhundova, F.E.Huseynov, F.M.Chiragov. Spectrophotometric investigation of complex formation of cerium(III) with 1-phenyl-2,3-dimethylpyrazolone-5-azo-4-pyrogallole in the presence of 8-hydroxyquinoline. *Azərbaycan Kimya Jurnalı*. 2012, №1, s. 32-34
15. С.Р.Гаджиева, М.Т.Ахундова, Гусейнов Ф.Е. Спектрофотометрическое исследование комплексообразования церия(III) с 2-(2-гидроксифенилазо)нафталин-1,8-дигидрокси-3,6-дисульфонатом натрия в присутствии хлорида цетилпиридиния // *Вестник Современной науки*, 2015, №3, стр. 8-12.

## АННОТАЦИЯ

**диссертационной работы Ахундова Матанат Тариел кызы на тему  
«Аналитическое применение смешанолигандных комплексов  
Ce(III) и Lu(III) с O, N содержащими органическими реактивами»**

Были синтезированы и аналитически применены азопроизводные пирогаллола, хромотроповой кислоты и ацетилацетона для фотометрического определения редкоземельных элементов Ce(III) и Lu(III). Структуры синтезированных реагентов были изучены методами ЯМР, ИК-спектроскопии, спектрофотометрическими и рентгеноструктурными методами анализа.

Методом потенциометрического титрования были определены константы диссоциации реагентов. Спектрофотометрическим методом рассчитаны концентрация и молярные коэффициенты поглощения таутомерных форм реагентов.

Методом потенциометрического титрования определены константы устойчивости комплексов реагентов с церием и лютецием. Методом кондуктометрического титрования исследовано комплексообразование реагентов с церием и лютецием. Были синтезированы комплексы Ce-R<sub>1</sub>, Ce-R<sub>3</sub> и исследованы методом термogrавиметрического анализа.

Установлено, что азопроизводные пирогаллола и хромотроповой кислоты образуют с церием и лютецием окрашенные комплексные соединения. Определены  $pH_{\text{опт}}$ ,  $\lambda_{\text{max}}$ ,  $\epsilon_{\text{max}}$ , удельная электропроводность, состав, константы устойчивости, интервалы подчинения закону Бера этих соединений. Разработаны методики определения церия и лютеция в различных природных и искусственных смесях. Правильность полученных результатов подтверждена паспортными данными и методом добавок.

## AXUNDOVA MATANAT TARYEL

### The analytical application of mixedlygand complexes of Ce(III) and Lu(III) with the organic reagents that contains O ,N

#### A B S T R A C T

Azocompounds based on pyrogallol, chromotropic acid and acetylacetone are synthesized and applied for the photometric determination of rare earth elements such as Ce and La. The structure of synthesized reagents are defined by the following methods: nuclear magnetic rezonance, infrared spectroscopy, X-Ray Structure.

The dissociation constant of reagents is defined by the potentiometric titration method. The concentration and the molar absorptivity of the tautomer forms of the reagents are defined by spectrophotometrically.

The stability constants of the complexes of the reagents with Ce and Lu are determined. The complexformation of the reagents with Ce and Lu are studied by conductometric titrimetry. These complexes are synthesized and are studied by thermogravimetric analysis method.

It is determined that azoderivatives of pyrogallol, chromotropic acid forms colored complex compounds with the following elements: Ce and Lu. Spectrophotometric characteristics of these complexes shown below are determined:  $PH_{\text{optimum}}$ ,  $\lambda_{\text{max}}$ ,  $\epsilon_{\text{max}}$ , special electrical conductivity, content, stability constant. The determination method of the Ce and Lu in the natural and artificial samples is used. The precision of the determination is defined in accordance to passport exponent and Addition method.

Çapa imzalanmışdır:  
Kağızın formatı: 60x90 1/16  
Tiraj: 100 nüsxə

---

Bakı Universiteti nəşriyyatı  
Az 1148, Bakı. Z.Xəlilov 23



**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ  
АЗЕРБАЙДЖАНСКОЙ РЕСПУБЛИКИ  
БАКИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**

*На правах рукописи*

**АХУНДОВА МАТАНАТ ТАРИЕЛ кызы**

**АНАЛИТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ СМЕШАНОЛИГАНДНЫХ  
КОМПЛЕКСОВ Ce(III) И Lu(III) С O, N СОДЕРЖАЩИМИ ОРГА-  
НИЧЕСКИМИ РЕАКТИВАМИ**

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 – 2015**

