

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ГЕРМАНІЮ (IV) З БРОМІДОМ 6,7-ДИГІДРОКСИ-2,4-ДИМЕТИЛБЕНЗОПІРИЛІЮ

Жуковецька О.М., Гузенко О.М., Снігур Д.В.

Одеський національний університет імені І.І. Мечникова, 270892denis@gmail.com

Одним із перспективних напрямків розвитку методів контролю за вмістом рідкісних елементів у промисловій продукції, сировині та відходах виробництва є створення комбінованих екстракційно-(сорбційно)-спектроскопічних методик їх визначення. Серед широкого спектру органічних аналітичних реагентів уваги заслуговують похідні 6,7- та 7,8-дигідроксибензопірилію, які зарекомендували себе для спектрофотометричного визначення ряду полівалентних елементів, проте їх взаємодія з Германієм(IV) детально не досліджена.

Метою даної роботи є дослідження умов взаємодії Германію(IV) з бромідом 6,7-дигідрокси-2,4-диметилбензопірилію (ДМДОХ) для подальшого застосування у спектрофотометричному аналізі.

Реагент ДМДОХ одержували конденсацією еквімолярних кількостей ацетилацетону з пірогалолом А в оцтовокислому середовищі в присутності бромідної кислоти. Чистоту та індивідуальність реагенту підтверджено методом вискоєфективної рідинної хроматографії з мас-спектральним детектором, а структуру – методами ЯМР, ІЧ та КР спектроскопії.

Комплексоутворення досліджували класичними методами (ізомолярних серій, молярних відношень та зсуву рівноваги), а молярний коефіцієнт світлопоглинання визначали методом Комаря. Встановлено, що комплексоутворення Германію(IV) з ДМДОХ супроводжується батахромним зсувом смуги поглинання на 60-70 нм, а комплексна сполука характеризується максимумом світлопоглинання при 420 нм. При рН 2,5 утворюється комплекс складу 1:2 із молярним коефіцієнтом світлопоглинання 11000. Методом В.А. Назаренко встановлений ймовірний хімізм взаємодії Германію(IV) з похідними 6,7-дигідроксибензопірилію: координуючими частинками є катіони $\text{Ge}(\text{OH})_2^{2+}$, а ліганд вступає в реакцію у формі ангідрооснови. В оптимальних умовах закон Бера виконується в інтервалі концентрацій Германію(IV) 0,2-4 мкг/мл.

Для визначення Германію(IV) в стандартних зразках мулу, наважки мулу розчиняють при нагріванні в суміші фторидної та нітратної кислоти, потім екстрагують Германій(IV) у вигляді тетрахлориду в тетрахлорид карбону та реекстрагують водою. В реекстракті визначають Германій(IV) з ДМДОХ. Результати визначення узагальнені в таблиці.

Таблиця

Результати визначення Германію(IV) у стандартному зразку мулу ($n = 8$; $P = 0,95$)

Об'єкт аналізу	Сертифікований вміст, %	Знайдено, %	R, %	RSD, %
СГХ-5	$(1,4 \pm 0,2) \cdot 10^{-4}$	$(1,5 \pm 0,13) \cdot 10^{-4}$	107	10

Як видно з таблиці, одержані результати добре узгоджуються з сертифікованим вмістом Германію(IV), що свідчить про придатність пропонованої методики для визначення Германію(IV) в зразках мулу.

Таким чином, у даній роботі, досліджено комплексоутворення Германію(IV) з бромідом 6,7-дигідрокси-2,4-диметилбензопірилію, встановлені основні хіміко-аналітичні характеристики, склад та умови утворення забарвленого комплексу. Зроблено припущення, про хімізм утворення аналітичної форми, яку використано для визначення Германію(IV) в стандартному зразку мулу.