

ირინე უგრეხელიძე

**Fe(III)-ის კოორდინაციული ნაერთები აზოტ და
ჟანგბადშემცველ ორგანულ რეაგენტებთან: სინთეზი,
აღნაგობა, თვისებები და ანალიტიკური გამოყენება**

წარმოდგენილია დოქტორის აკადემიური ხარისხის
მოსაპოვებლად

სადოქტორო პროგრამა - ქიმია
შიფრი - 0503

საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტი
თბილისი
2018 წელი

საავტოროუფლება©2018 წელი უგრეხელიძე ირინე

საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტი

ქიმიური ტექნოლოგიისა და მეტალურგიის ფაკულტეტი

ქიმიის დეპარტამენტი

ჩვენ, ქვემოთ ხელისმომწერნი ვადასტურებთ, რომ გავეცანით ირინე უგრეხელიძის მიერ შესრულებულ სადისერტაციო ნაშრომს დასახელებით: Fe(III)-ის კოორდინაციული ნაერთები აზოტ და ქანგბადშემცველ ორგანულ რეაგენტებთან: სინთეზი, აღნაგობა, თვისებები და ანალიტიკური გამოყენება და ვაძლევთ რეკომენდაციას საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტის ქიმიური ტექნოლოგიისა და მეტალურგიის ფაკულტეტის სადისერტაციო საბჭოში მის განხილვას დოქტორის აკადემიური ხარისხის მოსაპოვებლად

2018

თანახელმძღვანელები:

პროფ.

მ. ცინცაძე

აკადემ.

ა. მაჰჰერამოვი

რეცენზენტი:

პროფ.

თ. წიფიჭაძე

რეცენზენტი:

პროფ.

შ. ჯაფარიძე

რეცენზენტი:

საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტი

2018

ავტორი: ირინე უგრეხელიძე

დასახელება: Fe(III)-ის კოორდინაციული ნაერთები აზოტ და ქანგბად შემცველ ორგანულ რეაგენტებთან: სინთეზი, აღნაგობა, თვისებები და ანალიტიკური გამოყენება

ფაკულტეტი: ქიმიური ტექნოლოგიისა და მეტალურგიის

ხარისხი: დოქტორი

სხდომა ჩატარდა: 2018

ინდივიდუალური პიროვნებების ან ინსტიტუტების მიერ შემოქმედებული დასახელების დისერტაციის გაცნობის მიზნით მოთხოვნის შემთხვევაში მისი არაკომერციული მიზნებით კოპირებისა და გავრცელების უფლება მინიჭებული აქვს საქართველოს ტექნიკურ უნივერსიტეტს.

ავტორის ხელმოწერა

ავტორი ინარჩუნებს დანარჩენ საგამომცემლო უფლებებს და არც მთლიანი ნაშრომის და არც მისი ცალკეული კომპონენტების გადაბეჭდვა ან სხვა რაიმე მეთოდით რეპროდუქცია დაუშვებელია ავტორის წერილობითი ნებართვის გარეშე.

ავტორი ირწმუნება, რომ ნაშრომში გამოყენებული საავტორო უფლებებით დაცული მასალებზე მიღებულია შესაბამისი ნებართვა (გარდა ის მცირე ზომის ციტატებისა, რომლებიც მოითხოვენ მხოლოდ სპეციფიურ მიმართებას ლიტერატურის ციტირებაში, როგორც ეს მიღებულია სამეცნიერო ნაშრომების შესრულებისას) და ყველა მათგანზე იღებს პასუხისმგებლობას

რეზიუმე

რეაგენტი სინთეზირებულია, პიროგალლის საფუძველზე 2, 3, 4-გრიჰიდროქსიამობენზინი, 2, 3, 4-გრიოქსი - 4'-ფტორამობენზინი; 2, 3, 4-გრიოქსი-4' ქლორამობენზინი; 3, 3, 4 - გრიოქსი - 4 -ბრომამობენზინი და 2, 3, 4 გრიოქსი - 4' იოდამობენზინი. სინთეზირებული რეაგენტის შედგენილობა და აღნაგობა დადგენილია ანალიზის სხვადასხვა ფიზიურ-ქიმიური მეთოდებით.

შესწავლილია რკინა(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა 2, 3, 4-გრიოქსიამობენზინთან, 2, 3, 4 - გრიოქსი-4' ფტორბენზინთან, 2, 3, 4-გრიოქსი-4' ბრომამობენზინთან. მონახულია კომპლექსების წარმოქმნის ოპტიმალური პირობები. განსაზღვრულია რკინა (III)-ის კომპლექსების შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტები და მფერადობის კონსტანტები. დადგენილია მორეაგირე კომპონენტების თანაფარდობა. დადგენილია ბერის კანონზე დაქვემდებარების ინტერვალი.

შესწავლილ იქნა გარე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გემოქმედება რკინა (III)-ის ჰალოგენჩანაცვლებულ კომპლექსწარმოქმნაზე, რომელიც სინთეზირებულ იქნა პიროგალლის საფუძველზე.

სინთეზირებული მონომონაერთები რკინა (III)-ის იონებთან იძლევა შეფერილ კომპლექსურ ნაერთებს. რკინის სრული კომპლექსწარმოქმნა მიიღწევა რეაგენტის ორმაგი სიჭარბისას. კომპლექსწარმოქმნის რეაქციის წონასწორობა მყარდება მყისიერად, ხოლო ხსნართა ოპტიკური სიმკვრივე ხანგრძლივად უცვლელია. მიღებული კომპლექსების შგანთქმის სპექტრები შესწავლილ იქნა pH-ის სხვადასხვა მნიშვნელობის დროს და ტალღის სიგრძის ფართო ინტერვალში.

რეაგენტი სინთეზირებულია პიროგალლის და 2-ოქსი-5 ნიგროამინის საფუძველზე. სპექტროფოტომეტრული მეთოდით შესწავლილია რკინა (III)-ის კომპლექსწარმოქმნა ამონაერთებთან. შესწავლილ იქნა მეთოდების კვლევის გაუმჯობესების მიზნით კომპლექსწარმოქმნაზე მესამე კომპონენტის დიფენილგუანიდის (დსგ), ტრიფენილგუანიდინის (ტფგ) და ფენანტროლინის (ფენ) გავლენა. დადგენილ იქნა კომპლექსების სპექტროფოტომეტრული მახასიათებლები.

დადგინდა, რომ მესამე კომპონენტის არსებობისას (ფენ; დფგ; ტფჰ) წარმოიქმნება სხვადასხვა ლიგანდიანი კომპლექსები. მათი მიღებისას შეინიშნება ბაგაქრომული გადანაცვლება ბინარული კომპლექსებთან შედარებით. ხოლო კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური pH გადანაცვლებს უფრო მეტადა გარემოსკენ

ამრიგად, თუ ბინარული კომპლექსი მდგრადია ერთი დღის განმავლობაში და 60°C-მდე გაცხელებისას; სხვადასხვა ლიგანდიანი კომპლექსები მდგრადია 80°C-მდე გაცხელებისას, ერთ დღეზე უფრო ხანგრძლივად. შერეულილიგანდიანი კომპლექსები წარმოიქმნება უფრო მეტადა გარემოში, ვიდრე ბინარული. ამიგომ შესაძლებელია წინასწარ ვივარაუდოთ, რომ მესამე კომპონენტის არსებობისას საგრძნობლად მაგულობს რეაქციის შერჩევითობა. როგორც ჩანს სხვადასხვა ლიგანდიანი კომპლექსების წარმოქმნისას მაგულობს სინათლის შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტი და მცირდება რკინა (III)-ის აღმოჩენის ქვედა ზღვარი.

გარე იონების გავლენის შესწავლამ რკინის განსაზღვრაზე ბინარული და სხვადასხვალიგანდიანი კომპლექსების სახით აჩვენა, რომ მესამე კომპონენტების თანაობისას საგრძნობლად მაგულობს რეაქციის შერჩევითობა.

არჩევითობის მონაცემები საშუალებას გვაძლევს შემუშავებული მეთოდი გამოყენებულ იქნას რკინა (III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისათვის სხვადასხვა ლიგანდიანი კომპლექსების სახით როგორც თბილისში, ისე გარეუბანში.

დადგინდა, რომ ბინარული და შერეული ლიგანდიანი კომპლექსები წარმოიქმნა მაშინვე ხსნარში არსებული კომპონენტების შერევის შედეგად. თუ ბინარული კომპლექსები მდგრადია სამი საათის მანძილზე უძლებენ 60°C -ზე გახურებას, შერეული ლიგანდიანი კომპლექსები მდგრადია ორ ღვედზე და უძლებენ 80°C -მდე გახურებას.

დადგენილია კომპლექსებში შემავალი კომპონენტების თანაფარდობა 1:2 არის ბინარული კომპლექსებისათვის, ხოლო 1 : 2 : 1 შერეული ლიგანდიანი კომპლექსებისათვის.

კომპლექსები გამოკვლეულ იქნა აგრეთვე კონდუქტომეტრული გიგერის მეთოდითაც. სვედრიითი ელ.გამტარობასთან Fe(III) -ის ბინარული და მრავალლიგანდიანი კომპლექსების შედარებამ აჩვენა რომ, როცა $\text{pH}=3$ კომპლექსები: $\text{Fe(III)}-\text{R-პაპ}$; $\text{Fe(III)}-\text{R-დიბ}$; $\text{Fe(III)}-\text{R-ურ}$ არიან მდგრადები. ასევე შესწავლილ იქნა გარეშე იონების გავლენა კომპლექსწარმოქმნაზე.

დადგინდა, რომ აღნიშნულ რეაგენტებზე მესამე კომპონენტის გავლენა მნიშვნელოვნად გვაძლევს მის შერევის უნარიანობას. რაც საშუალებას გვაძლევს გამოვიყენოთ შემუშავებული მეთოდიკა რკინის ფოტომეტრული განსაზღვრისათვის მრავალლიგანდიან კომპლექსებში. აღნიშნული მეთოდიკა გამოყენებულია რკინის განსაზღვრისათვის მდინარის წყალში.

Abstract

Cplexes of iron(III) with 2,3,4-trioxy-4'-chlorobenzyl in the presence of third components of papaverin, dibazole, neurotropin were investigated by spectrophotometric method. Optimal conditions of their formation are established. Their spectrophotometric characteristics determined. It is found that binary and mixligand complexes are formed at $\text{pH}=3$, and have maximum absorbance at 412, 437, 434 and 433 nm respectively. Stability constants are calculated by spectrophotometric method. Complexes compound is 1:2 for monoligand and 1:2:1 for mixligand complexes. Influence of foreign ions complexation is studied. Methods of determination of iron in tea water have been established.

Determination of microamounts of iron, complex formation, spectrophotometric method of analysis, tea water.

Examined spectrophotometrically complexing iron (III) with an azo compound synthesized by pyrogallol and 2-hydroxy-5-amine derivatives. The effect of the third component in the complex formation of a binary complex. Studied spectrophotometric characteristics of the complexes, the compositions of the various methods defined. The effect of foreign ions and masking substances on the complexation.

Organic reagents have been synthesized on the basis of pyrogallol. Their composition and structure were studied with help of elemental analysis method, IR and NMR spectroscopy. Dissociation constants were determined by pH-metric method in water-ethanol solution (3:7). Complex formation of iron (III) with R_2 in the presence of phenantroline, a,a' -dipyridine. Has been studied. The optimal conditions of complex formation were established. The main spectrophotometric characteristics of the complexes were calculated. Influence of interfering ions and masking agents to the complex formation of binary and mixed ligand complexes has been studied. The method was also applied for the photometric determination of micro amounts iron in strawberries. Determination of iron, complex formation, spectrophotometric

Spectrophotometric studies have studied the Fe (II) complexation of 2,3,4, -triox-4-fluorbenzyl diaantriplmethane (R1), diantipropylmethane (R2), and dianthipralfenaldemen (R3). Used reagent 2,3,4, -triox-4-fluorbenzyl is synthesized by pyrogallol and p-fogrenaline based on the known method. Composition and structure Synthesized compounds are determined by elemental analysis with the use of IR and NMR spectroscopy. The synthesized reagent generates a complex compound with iron. It has been established that the maximal solution is observed when $P_n = 4$ ($\lambda_{max} = 414$). And the maximum absorption of reagent is observed when $P_n = 4$ ($\lambda_{max} = 367\text{nm}$). Full connectivity of metal ions can be achieved by double replication of reagents. In the case of the third component (R1; R2; R3), there are multi-stroke compilers, which are characterized by bacterial breaks compared to binary complexation spectra. The optimum iron complexation is achieved in the acidic acid environments of the $R_{in} = 2$ (R1) $pH = 3$ (R2R3) maximal absorption complex achieved by 448 nm Fe (II) -R-R1 442 nm . Fe (II) -R-R2 444 nm . Fe (II) -R-R3 is the quick formation of complexes with different stability compounds after mixing all the components of the solar system. Various ligand complexes are suitable for two days-a-night and can withstand 80 degrees to Celsius. Comparisons of the reconstituted components are determined by the method of approximation of the Stark-barbanc method, the methods used to measure the equilibrium of the equilibrium, which is expressed in the following equations: $Fe-R = 1: 2$ and $Fe-R-$ (R1, R2, R3) are molecular absorption coefficients. These are: $Fe-R = 7200$ $Fe-R-R1 =$

12000 Fe-R-R2 = 12500 Fe-R-R3 = 14200 is defined as the concentration interval that shows the berry law of 0.45–3,58 mcg / ml Fe-R) 0,22–2,74 mg / mL Fe-R-R1 (R1; R2) is studied without ions and masking substances Grandmother's influence on the process of formation Resort Fe (|||) - He ions. It was found that the existence of the other component is significantly increases the reaction of the reaction.

The complex formation of iron (III) with 2,3,4-trioxy-4-fluorobenzene in the presence of diantipyrylmethane (DAM), diantipyrylpropylmethane (DAPM) and diantipyrylphenylmethane (DAPM) was studied by spectrophotometric method. The optimal conditions for their formation were determined and spectrophotometric characteristics calculated. The effect of some ions and masking agents on the formation of binary and mixed ligands of iron (III) complexes was studied. The developed method was applied for determination of trace iron in cherries. Determination of iron, complex formation, mixed ligand, spectrophotometric method.

The complexation of iron (III) with 2,3,4-trihydroxybenzophenone, 2,3,4-trihydroxy-4-fluorobenzophenone, 2,3,4-trihydroxy-4-bromobenzophenone, 2,3,4-trihydroxy-4-iodobenzophenone. The optimal conditions for the formation of complexes. The molar absorption coefficients and the stability constants of complexes of nickel (II). The relations of the reacting components in homogeneous compounds. Installed interval subordination Beer law.

შინაარსი

შესავალი.....	15
1. ლიგანდების მიმოხილვა.....	22

1.1.	ბუნებრივ წყლებში რკინის განსაზღვრის ექსტრაქციულ ფოტომეტრიული მეთოდი.....	22
1.2.	შენადნობებში რკინის განსაზღვრა.....	32
1.3.	პრეპარატებში რკინის განსაზღვრა.....	43
1.4.	ნიადაგში რკინის განსაზღვრა.....	49
1.5.	საბადოებში რკინის განსაზღვრა.....	52
1.6.	ცხიმში რკინის განსაზღვრა.....	56
1.7.	ხილისა და ბოსტნეულის ნიმუშებში რკინის განსაზღვრა.....	57
1.8.	მყარი მარილების ნიმუშებში რკინის განსაზღვრა.....	60
1.9.	სისხლის ნიმუშებში რკინის განსაზღვრა.....	62
	ლიტერატურის მონაცემების ანალიზი.....	63
2.	ექსპერიმენტილი ნაწილი	65
	ხსნარები, აპარატურა, სინთეზი	
	რეაგენტების იდენტიფიკაცია.....	65
2.1.	ხსნარებისა და რეაგენტების იდენტიფიკაცია.....	65
2.2.	აპარატურა.....	67
2.3.	რეაგენტების სინთეზი.....	68
2.3.1.	2,3,4-ტეტრაოქსი-5'-ქლორაზობენზოლის სინთეზი.....	70
2.4.	გამოყენებული რეაგენტების იდენტიფიკაცია.....	74
2.4.1.	სინთეზირებული რეაგენტების შექმნათქმის სპექტრები.....	74
2.4.2.	სინთეზირებული ნაერთების დისოციაციის მუდმივას განსაზღვრა.....	77
2.4.3.	რეაგენტების იწესპექტრები.....	79
2.4.4.	რეაგენტების ბმრ სპექტრები.....	80
3.	კვლევის შედეგები და მათი განსჯა.....	83
3.1.	პიროგალლის ამოწარმოებულებთან Fe(III)-ის კომპლექსნაერთების კვლევა.....	83
3.1.1.	რეაგენტის 2,3,4-ტრიოქსიაზობენზინის სინთეზი და აღნაგობა.....	83
3.1.2.	სინთეზირებული რეაგენტის 2,3,4-ტრიოქსიაზობენზინის სპექტროფოტომეტრიული კვლევა.....	85
3.1.3.	სინთეზირებულ რეაგენტებთან გარეშე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა.....	89
3.2.1.	პიროგალლის და 2-ოქსი-5-ნიტროამინის საფუძველზე სინთეზირებულ 2,2',3,4-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიტრაზობენზოლთან	90
3.2.1.	Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნის კვლევა.....	92
3.2.2.	Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა პიროგალლის და 2-ოქსი-5-ნიტროამინის საფუძველზე სინთეზირებულ 2,2',3,4-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიტრაზობენზოლთან მესამე კომპონენტის თანაობისას.....	95

3.3. Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნის შესწავლა 2,3,4-ტრიოქსი-4'-ფტორაზობენზოლით, დიანტიპირილმეთანთან და მისი ჰომოლოგების თანაობისას.....	96
3.3.1. დიანტიპირილმეთანის და მისი ჰომოლოგების გავლენა Fe(III)-R სისტემის ქიმიურ-ანალიზურ თვისებებზე.....	98
3.3.2. სისტემების Fe-R, Fe-R-დამ, Fe-R-დაჰმ და Fe-R-დაჰმ სტექიომეტრია და მდგრადობის კონსტანტების შესწავლა.....	101
3.3.3. Fe (III)-ის კომპლექსწარმოქმნაზე რეაგენტ 2, 3, 4-ტრიოქსი-4'-ფტორაზობენზოლის გარეშე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა.....	103
4. რკინა(III)-ის რაოდენობრივი განსაზღვრისთვის შემუშავებული სხვადასხვა მეთოდები.....	105
4.1. მდინარის წყალში რკინა(III)-ის 2,3,-ტრიოქსი-4'-ქლორაზობენზოლით ჰიდროფობური ამინებიტოტოგომეტრული განსაზღვრის მეთოდიკა.....	105
4.2. რკინის შემცველობის განსაზღვრა მარწყეში.....	106
4.3. შემუშავებული მეთოდიკით რკინის რაოდენობის განსაზღვრა თეთრ და შავ ბალში სინთეზირებული რეაგენტით (2,3,4-ტრიოქსი-4-ფტორაზობენზოლით) დიანტიპირილმეთანის თანაობისას.....	107
4.4. ზოგიერთი სამკურნალო პრეპარატის განსაზღვრის მეთოდიკა.....	108
4.5. 0,01 და 0.005 გ აბებში პრედნიზოლონის განსაზღვრა.....	110
დასკვნა.....	111
გამოყენებული ლიტერატურა.....	114

ცხრილების ნუსხა

ცხრილი 1. რეაგენტების დისოციაციის მუდმივების მნიშვნელობები----- 78

ცხრილი 2. სინთეზირებულ რეაგენტების (R_1-R_5) ძირითადი
ფოტომეტრული მახასიათებლები-----

ცხრილი 3. რკინა (III)-ის იონებთან გარეშე ნივთიერებების დასაშვები
მნიშვნელობები ბინალურ კომპლექტებში განსაზღვრისას (ცლომილება

5%)-----
. 90

ცხრილი 4. რკინა (III)-ის კომპლექსწარმოქმნის ძირითადი ფოტომეტრული
მახასიათებლები მესამე კომპონენტების თანაობისას -----
94

ცხრილი 5. გარე ნივთიერებათა დასაშვები ჯერადი რაოდენობები რკინის
(III) იონებთან მიმართებაში მისი ბინარული და
შერეული ლიგანდებიანი კომპლექსების სახით განსაზღვრისას
(ცლომილება 5%)
-----96

ცხრილი 6. Fe(III) კომპლექსების ძირითადი ფოტომეტრული მახასიათებ-
ლები მესამე კომპონენტების თანაობისას -----102

ცხრილი 7. გარე ნივთიერებათა დასაშვები ჯერადი რაოდენობები
Fe(III) იონებთან მიმართებაში. მისი ბინარული და შერეულ
ლიგანდებიანი კომპლექსების სახით განსაზღვრისას
(ცლომილება 5%)
-----104

სურათების ნუსხა

სურათი 1. ა) 2,3,4-გრიოქსი-4'-ფტორამობენზოლი; ბ) 2,3,4-გრიოქსი-4'-ბრომამობენზოლი; გ) 2,3,4-გრიოქსი-4'-ქლორამობენზოლი; დ) 2,3,4-გრიოქსი-4'-იოდამობენზოლი; ე) 2,3,4-გრიოქსი-4'-ამობენზოლი; ვ) 2,2',3,4'-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიტროამობენ

მოლი-----
----- 66

სურათი 2. ა) ფენანტროლინი (ფენ), ბ) დიფენილგუანინი (დფგ),
გ) გრიფენილგუანიდი (გფგ), დ) ეთილენდიაზინი (ედ),
ე) დიანტიპირილმეთანი (დამ), ვ) დიანტიპირილპროპილმეთანი
(დაპპმ), ზ) დიანტიპირილფენილმეთანი (დაფმ),
თ) დიბამოლი (დიბ), ი) უროტროპინი (ურ), კ) პაპავერინი (პაპ)-74

სურათი 3. პიროგალოლისა და არომატული ანინების ამოშეუღლების
რეაქციით. მიღებული რეაგენტის ორი შესაძლო სტრუქტურა--80

სურათი 4. 2,3,4-გრიჰიდროქსი-4-ფტორამობენზოლის ბმრ
სპექტრი (R)
(H)-----
82

სურათი 5. რეაგენტი 2,3,4-გრიოქსიამობენზინის სტრუქტურა,
აღნაგობა
----- 83

სურათი 6. რეაგენტების 2,3,4-გრიოქსი-4-ქლორამობენზინთან (R₁), 2,3,4-
გრიოქსი-4-ფტორამობენზინთან (R₂), 2,3,4-გრიოქსი-4-
ბრომამობენზინთან (R₃) და 2,3,4-4-იოდამობენზინთან (R₄)
სტრუქტურა, აღნაგობა
----- 85

სურათი 7. რეაგენტების ხსნარების შთანთქმის სპექტრები შესაბამისი
სისტემების pH-ის ოპტიმალური მნიშვნელობისას 1. R₁; 2. R₂ 3. R₃;
4. R₄; 5. R₅. C=1·10⁻³მ; C_{r,1,2,3,4,5}=1·10⁻³მ;
----- 86

სურათი 8. რკინა(III)-ის რეაგენტთან კომპლექსების შთანთქმის სპექტრები
შესაბამისი სისტემების pH-ის ოპტიმალური მნიშვნელობისას. 1.
Fe-R₁; 2. Fe-R₂; 3. Fe-R₃; 4. Fe-R₄; 5. Fe-R₅ C=1·10⁻³მ;
C_{r,1,2,3,4,5}=1·10⁻³მ; λ
l=1სმ, ფონი-H₂O.----- -40
----- 87

სურათი 9. 2,2',3,4-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიტროამობენზოლი ----- 91

სურათი 10. რეაგენტ 2, 3, 4-გრიოქსი-4'-ფტორამობენზოლის აღნაგობა-----97

სურათი 11. რეაგენტის და Fe(III) -თან მისი კომპლექსების ხსნარების
შთანთქმის სპექტრები ღამ, ღამ და ღამის თანაობისას და
მათ გარეშე სისტემაში: 1. R, 2. Fe-R, 3. Fe-R-ღამ, 4. Fe-R-ღამ და
5. Fe-R-ღამსისტემებში pH-ის ოპტიმალური

მნიშვნელობისას-----
----- 99

სურათი 12. Fe(III) -ის კომპლექსების ხსნარების ოპტიკური სიმკვრივის pH-
ზე დამოკიდებულების მრუდი 1. R, 2. Fe-R, 3. Fe-R-ღამ, 4. Fe-
R-ღამ და 5. Fe-R-ღამსისტემებში λ სოპტიმალური

მნიშვნელობისას-----
----- 100

სურათი 13. კორტიკოსტეროიდების ულტრაიისფერი სპექტრები: a - ჰი
დროკორტიზონის აცეტატი (0.0015% ხსნარი); b - კორტიზონის
აცეტატი (0.0008%
ხსნარი)-----109

დისერტაციაში გამოყენებული აბრევიატურები

ზან - ზელაპირულად აქტიური ნივთიერება
ცგმა-Br - ცეტილტრიმეთილამონიუმის ბრომიდი
ცპ-Br - ცეტილპირიდინის ბრომიდი
ცპ-Cl - ცეტილპირიდინის ქლორიდი
ჰდმბაჰბჰ - 4-ჰიდროქსი-3,5-დიმეტოქსი-ბენზალდეჰიდ-4-ჰიდრო -
ქსიბენზოილჰიდრაზონი
ჰნაჰბჰ - 2-ჰიდროქსი-1-ნაფტალდეჰიდ-ჰარაჰიდროქსიბენზოლჰიდრაზონი
ჰმბა - 2-ჰიდროქსი-3-მეტოქსიბენზალდეჰიდის
სმგ - სიმეასტანინის
5-Br-ჰადაპ - 2-(5-ბრომ-2-პირიდილაზო)-5-დიეთილამინოფენოლთან
Nბს - N-ბრომსუცეინიდის
სტვ - სტაფილინი
ჰფთ - (პირიდოქსალ-4-ფენილ-3-თიოსემიკარბაზონს)
ჰეგ - პოლიეთილენგლიკოლი
„ქ.ს“ - „ქიმიურად სუთა“
„ს.ა“ - „სუფთა ანალიზისათვის“
დფგ - დიფენილ-გუანიდინი
ტფგ - ტრიფენილგუანიდინის ფენანტროლინი
ფენ - ლაფენანტოლინი
ღამ - დიანტიპირილმეთანი
ღაჰმ - დიანტიპირილპროპილმეთანი
ღაფმ - დიანტიპირილფენილმეთანი

მადლიერება

სადისერგაციო ნაშრომი შესრულებულია საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტის ქიმიური ტექნოლოგიისა და მეტალურგიის ფაკულტეტის ქიმიის დეპარტამენტის ზოგადი, არაორგანული და ანალიზური ქიმიის მიმართულებაზე. ასევე ბაქოს სახელმწიფო უნივერსიტეტის ანალიზურ და ფიზიკური ქიმიის კათედრაზე.

უდიდეს მადლიერებას გამოვხატავ სადისერგაციო ნაშრომის ხელმძღვანელის პროფესორ მაია ცინცაძის მიმართ თემის შერჩევისა და განსაკუთრებული ყურადღებისთვის, ნაშრომის შესრულების დროს გაწეული კონსულტაციებისთვის, აგრეთვე ზოგადი, არაორგანული და ანალიზური ქიმიის მიმართულების თანამშრომლების მიმართ უდიდესი თანადგომისთვის. განსაკუთრებულ მადლობას ვუხდის სადისერგაციო ნაშრომის თანახელმძღვანელს ბაქოს სახელმწიფო უნივერსიტეტის რექტორს, აკადემიკოსს აბელ მაგერამოვოს გაწეული კონსულტაციებისა და გულისხმიერი თანამშრომლობისთვის.

შესავალი

თემის აქტუალობა: თანამედროვე მეცნიერულ-ტექნიკურ პროგრესის მზარდი პრაქტიკული მოთხოვნების დაკმაყოფილება, ანალიზური ქიმიის ზოგადი პრობლემების გადაჭრა, საკვლევ ნივთიერებაში შემავალი ცალკეული კომპონენტების იდენტიფიკაციის და რაოდენობრივი განსაზღვრის ახალი ეფექტური მეთოდების შემუშავება მნიშვნელოვან ამოცანას წარმოადგენს.

ანალიზის ფიზიკურ-ქიმიური მეთოდების საერთო რიცხვს შორის საკმაოდ დიდი პრაქტიკული მნიშვნელობა ენიჭება ანალიზის ფოტომეტრულ მეთოდს, რომელიც დამყარებულია საკვლევი ნივთიერების მიერ ინფრაწითელი, ხილული და ულტრაიისფერი გამოსხივების ან შთანთქმის ინტენსივობის გამოძვამზე. ფოტომეტრულ მეთოდებს მიეკუთვნება: ატომურ-აბსორბციული ანალიზი, მოლეკულურ-აბსორბციული ანალიზი, სპექტროფოტომეტრული ანალიზი და სხვა.

ფოტომეტრულ მეთოდებს დღეისთვის ფართო გამოყენება აქვს მთის ქანებში, ჩამდინარე წყლებში, სხვადასხვა მასალებში, შენაღობებში და სხვა მეტალების განსაზღვრისთვის. ამ მეთოდების გამოყენებით ხორციელდება სამკურნალო საშუალებებისა და სუბსტანციების ანალიზი მათი იდენტიფიკაციის, სისუფთავის დასადგენად, აგრეთვე მრავალი სამკურნალო საშუალებათა ნარეგების განსაზღვრისთვის, მაგალითად, როგორიცაა ასპირინი და კოფეინი; კოფეინი და ამილოპირინი; კოფეინი და ფენანტროლი და ა.შ. სპექტრულ გამოძვამებს ატარებენ ხსნარებში ულტრაიისფერი სპექტროფოტომეტრიის მეთოდით.

ბუნებრივ და სამრეწველო ობიექტებში სპექტროფოტომეტრული მეთოდით რკინის შემცველობის განსაზღვრა ანალიზური ლაბორატორიების უმნიშვნელოვანეს ამოცანას წარმოადგენს.

დღეისათვის ბუნებრივი წყლების დაბინძურების პრობლემა სულ უფრო აქტუალური ხდება. რკინა წარმოადგენს ერთ-ერთ დამაბინძურებელს, რომელიც წყლის ხარისხს აუარესებს. სასმელ წყალში რკინის დასაშვები ზღვრული კონცენტრაცია $0,3 \text{ მგ/დმ}^3$ -ს წარმოადგენს, ეს კი საფრთხის მესამე კლასზე მიუთითებს. ბუნებრივ წყლებში რკინა გვხვდება, როგორც მთის ქანის დაშლის გზით, ასევე ანთროპოგენული დაბინძურებით, მეტალგადამამუშავებელი

წარმოების, სოფლის მეურნეობის და სხვა ჩამდინარე წყლებით. რკინის დიდი კონცენტრაცია შეიმჩნევა მიწისქვეშა წყლებში pH-ის დაბალი მნიშვნელობით. რკინის შემცველი წყალი 1 მგ/დმ³-ის ზევით გამოუსადეგარია როგორც საყოფაცხოვრებო, ასევე ტექნიკური მიზნებისთვისაც.

რკინის შემცველობის განსაზღვრა ბუნებრივ ობიექტებში ანალიზური ლაბორატორიების უმნიშვნელოვანეს ამოცანას წარმოადგენს. ლიგერატურაში აღწერილია მრავალი რეაგენტი რკინის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის თუმცა, მიუხედავად ფართო გამოყენებისა, მათ მთელი რიგი ნაკლოვანებები აქვთ. ბევრი მათგანი, რომელიც მაღალი მგრძნობელობით ხასიათდებიან, წარმოქმნიან რკინასთან შეფერილ კომპლექსებს სუსტ მქაეა არეში. რეაქციები ნაკლებად შერჩევითია. ამიგომ უმნიშვნელოვანეს ამოცანას წარმოადგენს რკინის განსაზღვრისათვის საჭირო მაღალი მგრძნობელობის და სელექტიურობის მქონე რეაგენტების ძიება.

კვლევის მიზანი: სადისერტაციო ნაშრომის მიზანს წარმოადგენს Fe(III)-ის მიკრორაოდენობის განსაზღვრა ფოტომეტრული ანალიზით. განსაზღვრისთვის გამოიყენება სხვადასხვა კლასის ორგანული რეაგენტები. თანამედროვე ანალიზურ ქიმიაში ფართოდ გამოიყენება ის რეაგენტები, რომლებიც შეიცავენ OH-ჯგუფებს და აზოტის (-N=N-) ატომებს. ამ მიზნით შესწავლილია Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა 2,3,4-ტრიოქსიაზობენზინთან, 2,3,4-ტრიოქსი-4-ფთორაზობენზინთან, 2,3,4-ტრიოქსი-4-ბრომაზობენზინთან და 2,3,4-4-იოლაზობენზინთან. მონახულია კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური პირობები. პარამეტრების მგრძნობელობისა და შერჩევითობის გაზრდის მიზნით განსაკუთრებული ადგილი უკავია რეაგენტებიდან პიროგალოლის აზოწარმოებულებს. მათი გამოყენება საშუალებას იძლევა მოიძებნოს რკინის მიკრორაოდენობის აღმოჩენის კიდევ უფრო ქვედა ზღვარი, არსებულთან შედარებით და ანალიზური რეაქტივების მაღალი შერჩევითობა, რომელიც გამოიხატება ბინარულიდან სამკომპონენტურიან სისტემაზე გადასვლით.

კვლევის ობიექტები და მეთოდები. აზონაერთები ერთ-ერთი საუკეთესო რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის. კვლევის ობიექტად შერჩეულია პიროგალოლის აზოწარმოებულები და შესაბამისად რეაგენტი სინთეზირებულია ახალი 5 რეაგენტი - 2,3,4 ტრიოქსიაზობენზინი;

2,3,4-გრიოქსი-4-ბრომაზობენზინი; 2,3,4-გრიოქს-4-იოლაზობენზინი და 2,3,4-გრიოქს-4-ქლორაზობენზინი, მათი შედგენილობა და აღნაგობა დადგენილია ანალიზის სხვადასხვა ფიზიკურ-ქიმიური მეთოდებით.

სინთეზირებულია და შესწავლილია რკინა(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა აღნიშნულ რეაგენტებთან, მონახულია კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური პირობები. განსაზღვრულია კომპლექსების შთანთქმის მოლური კოეფიციენტები და მდგრადობის მუდმივები. დადგენილია ერთგვაროვან ნაერთებში მორეაგირე კომპონენტების თანაფარდობა, ასევე ბერის კანონზე დაქვემდებარების ინტერვალი. შესწავლილია გარეშე იონებისა და შემნილბავი ნივთიერებების გემოქმედება რკინა(III)-ის კომპლექსნაერთებზე.

კვლევის პროცესებში გამოყენებული მეთოდები: პოტენციომეტრული ტიტრირით შესწავლილ იქნა კომპლექსების მდგომარეობის მუდმივა - β , ასევე შესწავლილია დისოციაციის კონსტანტა K და დადგენილია მიღებული კომპლექსნაერთების მდგრადობა.

რეაქტივების პროტოლიტური თვისებების შესწავლისთვის განსაზღვრული იყო დისოციაციის მუდმივა. ამისათვის გამოყენებული იყო pH - მეტრული ტიტრირების, ტიტრის მეთოდი. კონდუქტრომეტრული ტიტრის მეთოდით შესწავლილია საკვლევი ხსნარების ხვედრითი ელექტროგამტარობა, რის საფუძველზეც დადგენილია კომპლექსნაერთების მდგრადობა.

მინისელექტროდიანი იონომეტრი И-130-ის საშუალებით ვაკონტროლებდით pH-ის მნიშვნელობას, გარემოს მჟავიანობას.

ხსნარების ოპტიკური სიმკვრივეს ვზომავდით სპექტროფოტომეტრ „Lambda-40“-ზე, („Perkin Elmer“ ფირმის) კომპიუტერული უზრუნველყოფით და ფოტოელექტროკოლორიმეტრი КФК-2-ზე კიუვეტში ფენის სისქით 1 სმ.

მიღებული და გამოყენებული რეაგენტების იდენტიფიკაცია ჩატარებულ იქნა ბმრ და იწ სპექტრებისა და მათი ელემენტური ანალიზის შედეგების მიხედვით. იწსპექტრების ინტერპრეტაციისას ვეყრდნობოდით იმ ექსპერიმენტულ მონაცემებს, რომლებიც არსებობდა შთანთქმის ზოლებსა და სტრუქტურას შორის.

რეაგენტების აღნაგობის დასადგენად მოცემულ შემთხვევაში ყველაზე სანდო აღმოჩნდა ბმრ - სპექტოსკოპული მეთოდი. ბმრსპექტრები გადაღებული იქნა ბრუკერის ფირმის სპექტროფოტომეტრზე „BRUKER - 300“ სიხშირეზე 300 (^1H)

და 62.901(¹³C) დეიტერიუმულ გამხსნელებში (D₂O, DMSO)და ტეტრაჰიდროპირანის – TMC შიდა სტანდარტით.

ხსნარების ხვედრით ელგამგარობას ვზომავდით „KЭЛ-1M2” ტიპის კონდუქტომეტრზე.

გამოყენებული რეაგენტების იდენტიფიკაცია ჩატარებულ იქნა ბმრ და იწსპექტრებისა და მათი ელემენტური ანალიზის შედეგების მიხედვით.

გასუფთავების პროცესში ნივთიერებების სისუფთავის ხარისხის კონტროლს ვახდენდით მათი შუქშთანთქმის სპექტრებით და ვითვლიდით შუქშთანთქმის მოლარულ კოეფიციენტებს მაქსიმალური შუქშთანთქმის გალღის სიგრძეზე.

მეცნიერული სიახლე. პირველად დაფიქსირდა ბინარულიდან სამკომპლექტიან სისტემაზე გადასვლა, რომელიც შეინიშნებოდა მესამე კომპონენტების გავლენით. მოცემული კვლევა ეძღვნება რკინა(III)-ის 2,2,3,4-ტეტრაჰიდროქსი-5-ნიგროზობენზოლთან ურთიერთქმედების სპექტროფოტომეტრული შესწავლის მესამე კომპონენტის; დიფენილ-გუანიდინის (დფგ); გრიფენილგუანიდინის (გფგ) და ფენანტროლინის (ფფმ) დაფენანტროლინის(ფენ) თანაობისას. დადგინდა, რომ მესამე კომპონენტის არსებობისას წარმოიქმნება სხვადასხვა ლიგანდიანი კომპლექსები. მათი მიღებისას შეინიშნება ბატაქრომული გადანაცვლება ბინარულ კომპლექსთან შედარებით, ხოლო pH გადინაცვლებს უფრო მეტად გარემოსკენ. თუბინალური კომპლექსები მდგრადია ერთი ღლის განმავლობაში 60C-მდე გაცხელებისას. სხვადასხვა ლიგანდიანი კომპლექსები მდგრადია ერთ ღლეზე ხანგრძლივად და უძლებს 80C-მდეგახურებას. უკვეთესი შედეგები დაფიქსირდა ფრენანტროლინთან.

ჩატარდა სპექტროფოტომეტრული მათოდით რკინის(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა 2,3,4-გრიოქსი-4-ფტორიზობენზოლით დიპირილმეთანის და მისი ჰომოლოგების თანაობისას. რეიგენტი 2,3,4-გრიოქსი-4-ფტორიზობენზოლი სინთეზირებულია პიროგალოლოსა და 3-ფტორანილინის საფუძველზე უნდა აღინიშნოს, რომ რკინა(III)-ის მრავალ ლიგანდიანი კომპლექსები აღნიშნულ რეაგენტებთან ფლობენ ბევრად მეტ ანალიზური მახასიათებლებს, მნიშვნელოვანია მესამე კომპონენტთან: დიანტიპირილმეთანთან(დამ); დიანტიპირილპროპილმეთანთან(დაპმ) და

დიანტიპირილიფენილმეთანთან(ლაფმ) რკინის(III)-ის კომპლექს-წარმოქმნის შესწავლა.

აღმოჩნდა, რომ მათი არსებობა ბევრად აუზრუნველყოფს კომპლექს წარმოქმნას. შეინიშნება, რომ მრავალლიგანდიანი კომპლექსები წარმოიქმნებიან $\text{pH}=2,0-4,0$ დროს, გაზრდილია შექმთანთქმის მოლური კოეფიციენტი და ტალღის სიგრძის დიაპაზონები რომლებიც ტოლია 414-448 ნმ, კვლევა ჩატარდა ცდების განსაკუთრებული დაკვირვების საფუძველზე (რეაგენტი+მესამე კომპონენტი). დადგინდა, რომ კომპლექსწარმოქმნა ხდება მყისიერად, გამოირჩევა მდგომარეობით. თუ Fe(III)-R-ლაფმ და Fe(III)-R-ლაპმ კომპლექსები მდგრადია ორი საათის განმავლობაში 60 C-ზე, აღმოჩნდა, რომ კომპლექსი Fe(III)-R-ლაპმ მდგრადია ერთ დღე-ღამეზე მეტ ხანს და უძლებს 80 C-ს.

ჩატარებულია სპექტროფოტომეტრული კვლევა 2,3,4-ტოქსი-4 ქლორაზობენზოლით ჰიდროფობური ამინების თანაობისას პიროგალოლის საფუძველზე სინთეზირებულია 2,3,4-ტოქსი-4 ქლორაზობენზოლი. შესწავლილ იქნა გავლენა (პაპ); დიბაზოლის(დიბ); უროგროპინის(ურ) რკინა(III)-ის კომპლექსწარმოქმნაზე H_3R -თან როგორც მესამე კომპონენტი, აღნიშნული რეაგენტის შექმთანთქმის სპრექტების შესწავლამ აჩვენა, რომ 200-დან-750 ნმ ტალღის დიაპაზონში შეინიშნება რეაგენტის მაქსიმალური შექმთანთქმა ორი მაქსიმუმით და რეაგენტი იმყოფება ორ ტაუტომეტრულ ფორმაში, როცა $\text{pH}=3$. დადგინდა, რომ ბინარულ და შერეულლიგანდიანი კომპლექსწარმოქმნა ხდება მყისიერად, ბინარული კომპლექსი მდგრადია სამი საათის განმავლობაში 60 C-ზე, ხოლო შერეულლიგანდნი კომპლექსე ბის ხანგრძლივობა არის ორი დღე 80 C-ზე. კვლევამ აჩვენა, რომ როცა $\text{pH}=3$ კომპლექსები Fe(III)-R-(პაპ) ; Fe(III)-R-(დიბ) ; Fe(III)-R-(ურ) არიან მდგრადები კომპონენტთა თანაფარდობა ბინარულისთვის 1:2; შერეულ ლიგანდისთვის 1:2:1.

თეორიული და პრაქტიკული ღირებულობა. სადისერგაციო ნაშრომს აქვს თეორიული და პრაქტიკული მნიშვნელობა, ვინაიდან რკინის განსაზღვრის უფრო ზუსტი, მგრძნობიარე და მაღალი შერჩევითობის მქონე ფოტომეტრული მეთოდების შემუშავება ძალიან აქტუალურია ანალიზურ ქიმიკაში. ამიტომ რკინა(III)-ის პიროგალოლის ამოწარმოებულებთან

კომპლექსწარმოქმნის შესწავლა იწვევს პრაქტიკულ ინტერესს. ლიგერატურაში აღწერილია რკინის(III) ფოტომეტრული მეთოდით განსაზღვრის მრავალი მეთოდოლოგია, თუმცა ამ მეთოდების უმრავლესობა არახელსაყრელია. აღწერილია მრავალი რეაგენტი. ბევრი მათგანი მაღალი მგძნობელობით ხასიათდება, წარმოქმნის რკინა(III)-თან შეფერილ კომპლექსნაერთებს სუსტ მჟავა არეში, მაგრამ რეაქციები ნაკლებ შერჩევითია.

უმნიშვნელოვანეს ამოცანას წარმოადგენს რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის საჭირო მაღალი მგძნობელობის და სელექტიურობის მქონე რეაგენტის მოძიება სუსტ მჟავა არეში.

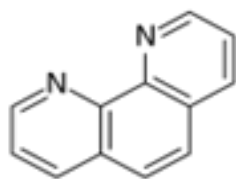
ანალიზური პარამეტრების მგძნობელობის და შერჩევითობის გაზრდის მიზნით გამოყენებულ იქნა პიროგალოლის ამოწარმოებულები. მათი გამოყენების საშუალებით შესაძლებელი გახდა რკინის აღმოჩენის ქვედა ზღვარის კიდევ უფრო შემცირება არსებულთან შედარებით. უნდა აღინიშნოს, რომ მესამე კომპონენტის არსებობა მნიშვნელოვნად ზრდის კომპლექსის მდგრადობას, ხანგრძლიობას, სელექტურობას, რეაქციის შერჩევით უნარიანობას, რაც საშუალებას გვაძლევს გამოვიყენოთ შემუშავებული მეთოდოლოგია რკინა(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის მრავალლიგანდიანი კომპლექსების სახით.

სამუშაოს ძირითადი შედეგების გამოყენება. შემუშავებული მეთოდოლოგია გამოიყენება რკინა(III)-ის მიკრორაოდენობის განსაზღვრისთვის მდინარის წყალში, მთის ქანში, სამკურნალო პრეპარატებში, შენაღობებში, ნიადაგში, ხილში, ბოსტნეულში, სისხლის შემცველობაში, ბუნებრივ და საწარმოო ბიოქიმიკატებში და ა. შ. ასევე გამოყენება შესაძლებელია საცნობარო და საინფორმაციო ლიგერატურაში, ანალიზური ქიმიის სალექციო კურსში, სამეცნიერო-კვლევით ლაბორატორიაში და სხვა. სამუშაოს ძირითადი შედეგების გამოყენება შესაძლებელია საცნობარო და საინფორმაციო ლიგერატურაში, ანალიზური ქიმიის სალექციო კურსში, სამეცნიერო-კვლევით ლაბორატორიებში და სხვ. მეცნიერ-მკვლევართა ინტერესს გამოიწვევს

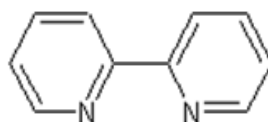
1. ლიგერატურის მიმოხილვა

1.1. რკინის განსაზღვრის ფოტომეტრული მეთოდები ბუნებრივწყლებში

რკინის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრისთვის გამოიყენება როგორც ორგანული, ისე არაორგანული რეაგენტები. რადგან ორგანულ რეაგენტებზე დაფუძნებული ფოტომეტრული განსაზღვრის მეთოდები ხასიათდებიან უფრო მაღალი ანალიზური მაჩვენებლებით, ამიტომ პრაქტიკაში უფრო მეტად მათი გამოყენებაა გავრცელებული. სხვადასხვა შედგენილობის შენაღობებში, ფერადი მეტალურგიის პროდუქტებში და სასმელებში Fe(III)-ის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრისათვის კლასიკურ რეაგენტებს წარმოადგენენ 1,10-ფენანტროლინი და 2,2'-დიპირიდილი ამიტომ, ცნობილ სახელმწიფო სტანდარტებში სწორედ ამ



1,10-ფენანტროლინი



2,2'-დიპირიდილი

რეაგენტების გამოყენებაა შემოთავაზებული [1-6]. მაგრამ ამ რეაგენტების გამოყენებაზე დამყარებული განსაზღვრის რეაქციები ხასიათდებიან დაბალი

მგრძნობელობით და განსაკუთრებით მცირე შერჩევითობით. 1,10-ფენანტროლინით განსაზღვრა დაფუძნებულია მისი Fe(III)-თან წითელი ფერის კომპლექსის წარმოქმნაზე; სინათლის შთანთქმის მაქსიმუმით $\lambda = 510$ ნმ. 1,10-ფენანტროლინი და 2,2'-დიპირიდული გამოიყენება წყალში Fe(II)-ის და Fe(III)-ის იონების საერთო რაოდენობის ერთობლივი განსაზღვრისთვის [7].

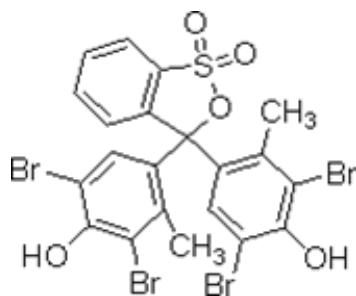
1,10-ფენანტროლინის დახმარებით დადგენილია ბინარული და შერეულიგანდიანი კომპლექსების სახით რკინა(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრის სხვადასხვა მეთოდი [8-17]. რკინა(III)-ის ალუმინის შაბში 1,10-ფენანტროლინით განსაზღვრისას ნიმუშს ხსნიან ბორის მჟავაში, რის შედეგადაც ხდება Fe(III)-ის იონის აღდგენა Fe(II)-მდე ასკორბინის მჟავათი. 1,10-ფენანტროლინით მიღებული ფერადი კომპლექსური ნაერთის ხსნარის ოპტიკურ სიმკვრივეს საზღვრავენ ტალღის სიგრძეზე 500 ნმ. დადგენილ იქნა, რომ სილიციუმის დიოქსიდში 1,10-ფენანტროლინით რკინის კვალის განსაზღვრისას, დაგრაღებული გრაფიკის სწორხაზოვნების ინტერვალი შეადგენს 0-100 მკგ/25მლ [11]; განსაზღვრის ქვედა ზღვარია 0,020 მკგ/5მლ. 1,10-ფენანტროლინთან Na- აცეცაგური ბუფერის გარემოში (pH 3,5±1) Fe(II)-ისა და Fe(III)-ის იონები წარმოქმნიან კომპლექსურ ნაერთებს სინათლის შთანთქმის მაქსიმუმით ტალღის სიგრძეზე 510 და 390 ნმ [12].

ფოტომეტრული მეთოდი, რომელიც დაფუძნებულია რკინა(III)-ის 1,10-ფენანტროლინთან შერეულიგანდიანი კომპლექსის წარმოქმნაზე ტეტრაფენილბორატის თანაობისას, გამოყენებულ იქნა მისი ალუმინის ფხვნილში და ზღვის წყალში განსაზღვრისთვის [8]. შერეულიგანდიანი კომპლექსის მაქსიმალური გამოსავალი შეინიშნება, როდესაც pH=3,2-6,2 და $\lambda=508$ ნმ. კომპლექსის შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტი ტოლია $1,3 \times 10^4$.

რკინა(III)-ის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის ახალი, მაღალ მგრძნობიარე მეთოდიკა შემოთავაზებული იქნა 1,10-ფენანტროლინის და ბრომკრემოლის ლურჯის საფუძველზე [9], რაც გამოყენებულია რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის სისხლის ნიმუშებში და მინერალურ წყლებში. სპექტროფოტომეტრული მეთოდით ასევე გამოკვლეულ იქნა რკინა(III)-ის კომპლექსის წარმოქმნა 1,10-ფენანტროლინთან ალიმარინის ყვითელის თანაობისას და შემოთავაზებულია

ამ რეაგენტებთან შერეულიგანდიანი კომპლექსის სახით მისი განსაზღვრა ფოტომეტრული მეთოდით [14].

Fe(II) და Fe(III) იონების ქრომოგენური ნარევის სახით ერთობლივი სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრისთვის გამოყენებული იქნა 1,10-ფენანტროლინი და სალიცილის მჟავა [16]. მეთოდი საშუალებას იძლევა განისაზღვროს Fe(II)-ის და Fe(III)-ის იონები რაოდენობრივი თანაფარდობით 10 : 1 - დან 1 : 20 - მდე.

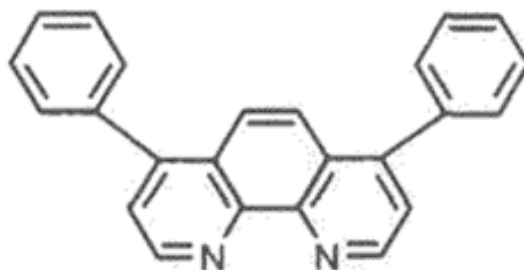


ბრომკრეზოლის ლურჯი

Fe(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის ასევე ფართოდ გამოიყენება 1,10 - ფენანტროლინის წარმოებულები [18,19]. Fe(II) და Fe(III)-ის იონების კვალის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრისთვის შემოთავაზებულ იქნა მეთოდი ბაგოფენანტროლინის (4,7-დიფენილ-1,10-ფენანტროლინი) გამოყენებით [18]. როცა pH = 5 და გალლის სიგრძე $\lambda = 538$ ნმ Fe(II)-ი ბაგოფენანტროლინთან, გვაძლევს ფერად კომპლექსს სინათლის მაქსიმალური შუქმთანთქმით. Tween-20-ის მონაწილეობისას უზრუნველდება ბაგოფენანტროლინის თვისებები [19]. Fe(II) იონის ბაგოფენანტროლინთან წარმოქმნილი კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა Tween-20-ის თანაობისას, შეინიშნება როცა pH=4,3 და გალლის სიგრძე $\lambda=538$ ნმ, $\epsilon=2,2 \cdot 10^4$. რკინის 4 მკგ/მლ კონცენტრაციამდე გრადუირებული გრაფიკი სწორხაზოებრივია.

Fe(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის ასევე ფართოდ გამოიყენება 2,2-დიპირიდილის წარმოებულები [20,21]. ახალ ქრომოგენურ რეაგენტთან 2,2'-დიპიდროქსიპირიდინთან Fe(III) წარმოქმნის წითელი ფერის კომპლექსს, კომპონენტების თანაფარდობით 1:1 [20]. კომპლექსის წარმოქმნის პირობებია pH =1,3 - 1,4 და გალლის სიგრძე $\lambda = 550$ ნმ, $\epsilon=2,25 \cdot 10^3$. გრადუირებული გრაფიკი რკინის 10^{-4} მოლი/ლ კონცენტრაციამდე სწორხაზოებრივია. Fe(III)-ის იონი 2,2'-დიპირიდილის წარმოებულთან და

3-(2-პირიდილ)-5,6-ბის-(4-ფენილსულფომეჯა)-1,2,4- გრიაზინთან
ჰიდროქსილამინის თანაობისას წარმოქმნის შერეულიგანდიან კომპლექსს,
pH=6,8±0,5 და λ=562 ნმ პირობებში [21].

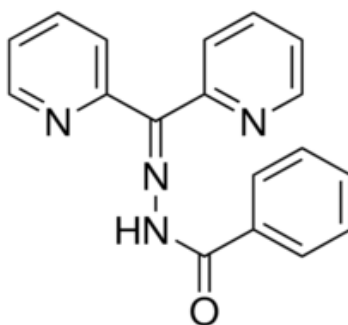


ბაგოფენანგროლინი (4,7-დიფენილ-1,10- ფენანგროლინი)

Fe(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრა
2-მორფოლინო-5-პირიდილ-21-6H-1,2,3-თიოდიამინ-ჰიდრობრომიდთან
ემყარება შეფერილი კომპლექსის წარმოქმნას სინათლის შთანთქმის მაქსიმუმით
pH=4,6 და λ = 570 ნმ ტალღის სიგრძეზე [22].

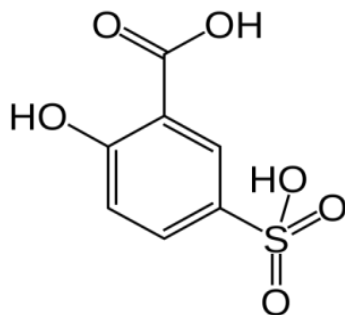
რკინა(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის ფართოდ გამოიყენება
ამოგწარმოებულები [23-33], უფრო ხშირად კი
2-(5-ბრომ-2-პირიდილაზო)-5-დიეთილამინოფენოლი [23,27].

შემუშავებულ იქნა ახალი მეთოდიკა Fe(II) და Fe(III)-ის იონების საერთო
რაოდენობის ერთობლივი სპექტროფოტომეტრული
განსაზღვრისთვის დი-2-პირიდილკეგონის სალიცილოილჰიდრაზონის გამოყენებით
[34]. pH=3 და λ=385 ნმ პირობებში Fe(II) და Fe(III) იონები რეაგენტთან
წარმოქმნიან კომპლექსურ ნაერთებს. მათი შთანთქმის მოლარული
კოეფიციენტები შესაბამისად ტოლია $4,21 \cdot 10^4$ და $1,26 \cdot 10^4$. შემუშავებული მეთოდი
გამოყენებულ იქნა ბუნებრივ წყლებში Fe(II) და Fe(III) იონების საერთო
რაოდენობის ერთობლივი განსაზღვრისთვის.



დი-2-პირიდილკეგონის სალიცილოილჰიდრაზონი

რკინა(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის ასევე ფართოდ გამოიყენება სულფოსალიცილის მეაჟა [35-37]. ახალი მეთოდის, რომელიც დამყარებულია ბუნებრივ წყლებში რკინის განსაზღვრისთვის,

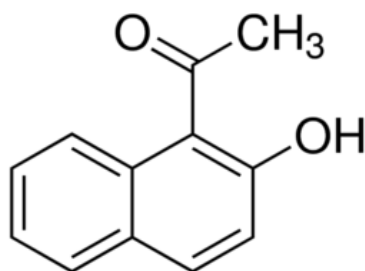


სულფოსალიცილის მეაჟა

სულფოსალიცილის მეაჟის სპექტროფოტომეტრულ რეაგენტად გამოყენება, ხასიათდება მაღალი სიზუსტით და ექსპრესიულობით [36]. მეთანური დანაფარების ხსნარებში რკინის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრისთვის რეაგენტის როლში ფართოდ გამოიყენება სულფოსალიცილის მეაჟა [37]. კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა შეინიშნება ტალღის სიგრძეზე $\lambda=720$ ნმ. სულფოსალიცილის მეაჟა ასევე იქნა გამოყენებული Fe(II) და Fe(III) იონების საერთო რაოდენობის ერთობლივი ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის სპილენძი(II)-ს სულფატში [35]. არომატული ამინების და დინიტრობენზოლ ამოსალიცილის მეაჟის გამოყენებით ჩატარებული იქნა რკინა(III)-ის ექსტრაქციულ- ფოტომეტრული განსაზღვრა [38]. ასევე ჩატარებული იქნა შერეულიგანდიანი კომპლექსების სპექტროფოტომეტრული კვლევა, დადგენილი იქნა წარმოქმნის და ექსტრაქციის ოპტიმალური პირობები და დამუშავებული მეთოდი გამოყენებული იქნა რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის მიწისქვეშა წყლებში [39]. მეთოდის დამყარებულია Fe(III)-ის პიროკატეხინთან შეფერილი კომპლექსის წარმოქმნაზე pH=6,2 და ფისის ფაზაში სინათლის შთანთქმის გაზომვაზე ტალღის სიგრძისას 520 ნმ.

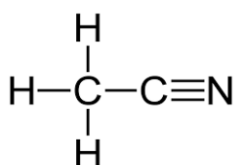
შემოთავაზებულ იქნა 2-ჰიდროქსი-1-აცეტონაფტოქსინთან Fe(III)-ის განსაზღვრის სპექტროფოტომეტრული მეთოდის [40]. დადგენილია, რომ Fe(III), pH=3,5 და 600 ნმ ტალღის სიგრძეზე, წარმოქმნის შეფერილ კომპლექსს კომპონენტთა თანაფარდობით 1 : 2. Fe(III)-ის 1-50 მკგ/25მლ ინტერვალში

კონცენტრაციისას და გრადუირებული გრაფიკისორხაზოვანია. ეს მეთოდის გამოყენებულ იქნა წყლებში და შენაღნობებში Fe(II) და Fe(III)-ის განსაზღვრისთვის. შემოთავაზებული იყო როდამინით სილიკატებში და შენაღნობებში რკინა(III)-ის განსაზღვრის ექსტრაქციულ - ფოტომეტრული მეთოდის [41].

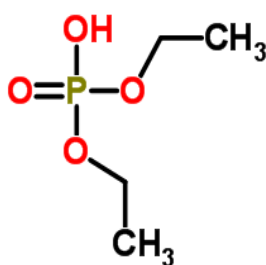


2-ჰიდროქსი-1-აცეტონაფთონი

ასევე დაზუზავებული იქნა მცირე რაოდენობით რკინის განსაზღვრის სპექტროფოტომეტრული მეთოდი [42]. რეაქცია ჩატარდა Na-აცეტატურ ბუფერულ ხსნარში დაჟანგვით, pH=4,5 გარემოში, 1,10-ფენანტროლინის თანაობისას, რკინა(III)-ის კატალიზური ზეგავლენით. გრადუირებულ გრაფიკზე დაქვემდებარების ინტერვალია $\text{Fe(III)} \leq 20$ მკგ/მლ. ფარლობითი სტანდარტული ცდომილებაა 0,017-0,055 (n=6). მეთოდის გამოყენებული იყო გამოხდილ წყალში Fe(III)-ის განსაზღვრისათვის.

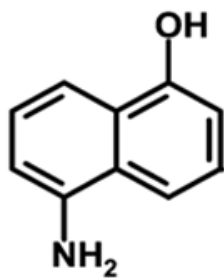


აცეტონიტრილი

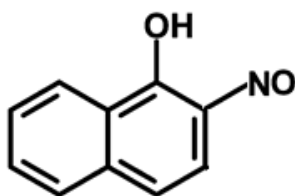


დიეთილფოსფატი

ორი საათის განმავლობაში 100°C -ზე აცეგონიგრილის თანაობისას დიეთილფოსფატის და Fe(III) -ის ნიგრაგის ურთიერთგავლენის შედეგად მიღებულ იქნა კომპლექსი [43]. კომპლექსი რეაქციაში შედის 5-ამინო-1-ნაფტოლთან, 2-ნიგროზო-1-ნაფტოლთან, 4-ქლორ-1-ნაფტოლთან და სალიცილის მკავასთან. ამ ნაერთთა მაქსიმალური სინათლის შთანთქმვა 510-565 ნმ. ბერის კანონისადმი დაქვემდებარება კი 2-10 მგ/ლ.

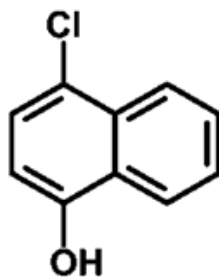


5- ამინო-1-ნაფტოლი



2-ნიგროზო-1-ნაფტოლი

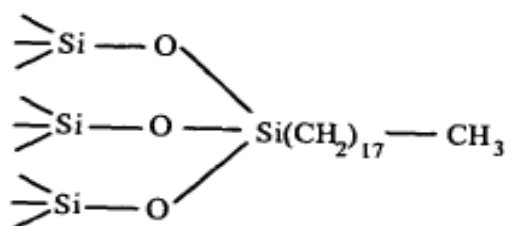
შესწავლილი იქნა ასევე წყალში ხსნადი პოლიმერული სორბენტით Fe(III) -ის კომპლექსწარმოქმნა [44]. რეინის კონცენტრაციის 60-600 Fe/მლ ინტერვალში გრადუირებული გრაფიკი სწორხაზოვანია. ოპტიმალური პირობები $\text{pH}=3$, $\lambda_{\text{ოპ}}$ - 400 ნმ. შესწავლილი იქნა გარე იონების გავლენა კომპლექსის წარმოქმნაზე. დადგინდა, რომ Fe(3+) -იონის განსაზღვრასხელს არ უშლის F^- , Cu(2+) , Ni(2+) , Zn , Pb(2+) , Mn(2+) და Al იონები.



4-ქლორ-1-ნაფტოლი

რკინის რაოდენობრივი განსაზღვრა ფოტომეტრული მეთოდით მინერალურ წყლებში ჩატარებული იქნა საქართველოში, სოფელ ზემო მახუნჯეთში [45]. წყლის მინერალურობაა 0,16-0,21 გ/ლ, ხოლო pH=6,20-6,35, რკინის რაოდენობა კი 1,49-1,86 მგ/ლ.

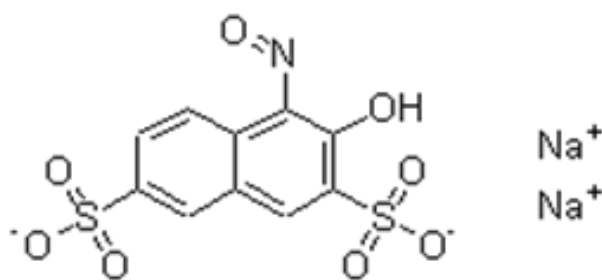
შემოთავაზებული იქნა წყალში Fe(III)-ის სელექციური პროტონ-ინექციური სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის მეთოდი. ამ მეთოდით Fe(II)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრა ხდება იმობილიზირებული სილიკოგელით C18 1-(2-თიაზოლულამო)-2-ნაფტოლით მყარ ფაზაში.



სილიკოგელი C₁₈

აღნიშნული მეთოდით რკინის განსაზღვრის ზღვარია 15 მკგ/ლ [46].

მიკროპროტონულ ანალიზურ სისტემებში Fe(III)-ის სპექტროფოტომეტრული მეთოდით განსაზღვრა ემყარება ნიგროზო-R მარილთან კომპლექსის წარმოქმნას. კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური პირობებია: pH=5, $\lambda_{\text{ოპ}}$ = 720 ნმ, გრადუირებული გრაფიკის სწორხაზოვნობა 0,05-4,0 მკგ/მლ Fe [47].



ნიგრომო-მარილი

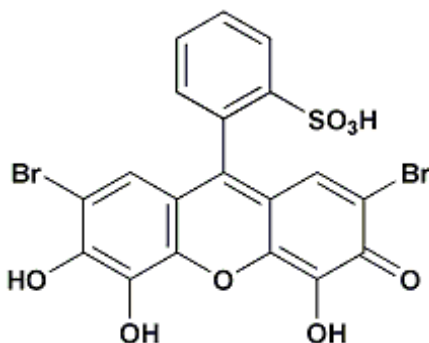
ნაშრომის [48] მიხედვით სუფთა წყალში Fe(III)-ის მცირე რაოდენობის ფოტომეტრული განსაზღვრის არსია, სუსტ მჟავა გარემოში Fe(III)-ის გადაყვანა შეფერილ ნაერთში. ამისათვის Fe(3+)-ის ხსნარს უმატებენ ზედაპირულად აქტიური ნივთიერების - ზან-ის 2 მლ აცეცაგურ-ბუფერულ ხსნარს pH=4,4-5,7; 0,7-1 მლ; 0,2 % მონოალკილფენილის ეთერს, 0,2 % ნოლიოქსიეთილენ სორბიტთან მონოლექტატის ხსნარს და 90-110 - ჯერ მეტი რაოდენობის ალუმინონს. 4 მლ წყლის დამატებით მიღებულ ხსნარს აცხელებენ წყლის აბაზანაზე 80-98 °C - ზე 2-3 წუთის განმავლობაში. ოპტიკურ სიმკვრივეს საზღვრავენ $\lambda = 364$ ნმ.

შესწავლილი იყო 2,2'-დიპირიდილთან და 1,10-ფენანტროლინთან Fe(II)-ის ურთიერთგავლენა იმობილიზირებულ პოლიმეგაკრილის მაგრიცაზე. დადგენილია პოლიმეგაკრილის მაგრიცაზე განსაზღვრის ოპტიმალური პირობები და შესწავლილია კომპლექსის ქიმიურ - ანალიზური თვისებები. რკინის განსაზღვრის ეს დაზუსტებული მეთოდი გამოყენებული იქნა წყალგაყვანილობის, წყაროს და მინერალურ წყლებში მეტალების განსაზღვრისთვის [49].

დადგენილია, რომ Fe(II, III) ბრომპიროგალოლთან წარმოქმნის კომპლექსურ ნაერთს კომპონენტების თანაფარდობით 1:2. ფთორის და თიოშარლოვანას თანაობისას რეაქცია სელექციურია [50]. დაზუსტებული მეთოდიკით რკინის განსაზღვრის ზღვარია 4,5 მკგ/ლ. მეთოდი კი გამოიყენება რკინის განსასაზღვრად სხვადასხვა წყალში.

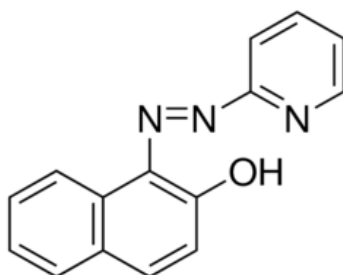
Fe(III) განსაზღვრული იქნა სპექტროფოტომეტრულად ახალი რეაგენტით, დინატრიუმის მარილით - 2-ჰიდროქსი-5-[(4-სულფენილაზო)ამო]]ბენზოინის მჟავით [51]. დადგენილ იქნა, რომ კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალურ პირობებს შეესაბამება pH=2,79-3,00, შედგენილობა 1:2. გრაფირებული გრაფიკი

სწორხაზოვანია 0,3–5,0 მკგ/მლ ინტერვალში. ეს მეთოდი გამოყენებული იქნა რკინის განსაზღვრისთვის ჩვეულებრივ და მინერალურ წყლებში.



ბრომპიროგალოლი

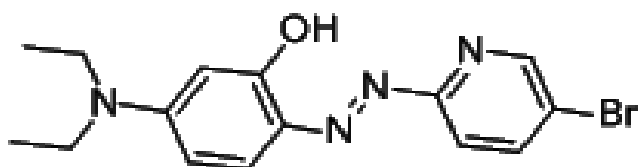
Fe(II)-ის შეფერვის რეაქცია 1-2(-პირიდილაზო)-2-ნაფტოლთან Na-აცეტატის ბუფერში. მგრძნობელობა მომატებულია კაციონური ტიპის ზედაპირულად აქტიური ნივთიერების ხარჯზე. შედეგები გვიჩვენებს, რომ



1-2(-პირიდილაზო)-2-ნაფტოლი

Fe(II) - ზან წარმოიქმნება პირობებში: კომპლექსის აბსორბცია $\lambda = 536$ ნმ, pH = 5,6; სურფაკტანტის რაოდენობა 1,0 მლ, ზან 0,8 - 1,0 მლ, დრო 15 წუთი. მოლარული შთანთქმის კოეფიციენტი დადგენილია ხაზოვანი რეგრესიის მეთოდით და შეადგენს $1,8 \cdot 10^5$ ლ/მოლი. ამ კომპლექსური სისტემის მეშვეობით დადგენილია Fe(II) - ის რაოდენობა ტბებში [52].

Na-Ac (pH=6) და ჰექსადეცილპირიდინბრომიდინის თანაობისას Fe(II) რეაქციაში შედის 2-(5-ბრომ-2-პირიდილაზო)-5-დიეთილამინოფენოლთან (5-Br-პადაპ) და წარმოქმნის იისფერ-მოწითალო კომპლექსს. ეს კომპლექსი წარმოიქმნება ორი გალლის სიგრძისას $\lambda=556$ ნმ და $\lambda=748$ ნმ. შთანთქმის გამოკვეთილი მოლარული კოეფიციენტი $3,3 \cdot 10^4$

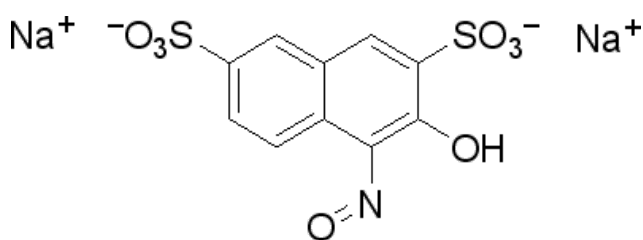


2-(5-ბრომ-2-პირიდილაზო)-5-დიეთილამინოფენოლი

ლ/მოლი სმ. ბერის კანონი დაცულია 0-30 მკ/25მლ ინტერვალში. პროცესი საკმაოდ მარტივი და სწრაფია. ეს მეთოდი გამოიყენება რკინის კვალის აღმოსაჩენად წყალში [53].

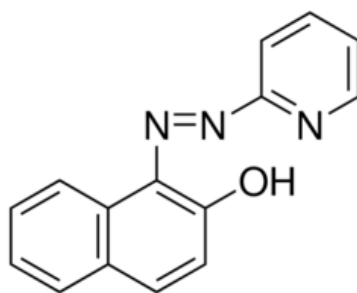
1.2. რკინის განსაზღვრის ფოტომეტრული მეთოდები შენაღნობებში

ბუნებრივ და საწარმოო ბიექტებში რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის შემოთავაზებულ იქნა ნიგროზო-R მარილის საფუძველზე შემუშავებული მეთოდები [38,76]. შენაღნობებში რკინის განსაზღვრა ნიგროზო-R მარილის საფუძველზე დამყარებული მის მიერ შეფერილი კომპლექსის წარმოქმნაზე [38] სინათლის შთანთქმის მაქსიმუმით $\epsilon=1,94 \cdot 10^4$. რკინის ≤ 60 მკგ/მლ კონცენტრაციამდე გრადუირებული გრაფიკი სწორხაზოებრივია; მიწისქვეშა წყლებში რკინის ფოტომეტრული განსაზღვრა ნიგროზო-R მარილით ტარდება pH=6-8 პირობებში [82], კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა შეინიშნება ტალღის სიგრძეზე 710 ნმ.



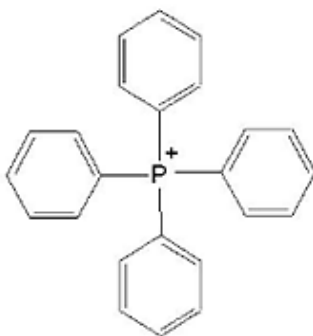
ნიგროზო- მარილი

დადგენილი იქნა აგრეთვე, რკინა(III)-ის განსაზღვრის ექსტრაქციულ-ფოტომეტრული მეთოდები 4-(2-პირიდილაზო)-რებოორცინით და მისი წარმოებულებით. განსაზღვრის რეაქცია დამყარებულია შეფერილი კომპლექსის წარმოქმნაზე, მაქსიმალური სინათლის შთანთქმით 485 ნმ და ხასიათდება მაღალი მგრძნობელობით.



4-(2-პირიდილაზო)-რეზორცინი

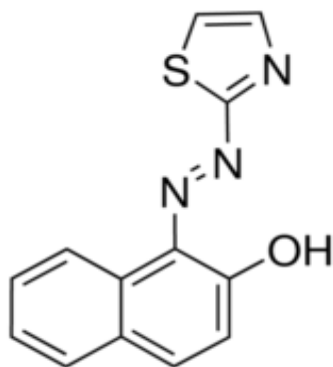
შემოთავაზებული იყო ასევე ქრომოფორმისექსტრაქციაზე დამყარებული რკინა(III)-ის განსაზღვრის ექსტრაქციულ-ფოტომეტრულიმეთოდი, რაც გულისხმობს ტეტრაფენილფოსფონის კატიონით და ჰიდროქსისულფანინის მექანის ამოპიროზოლანური წარმოებულებისგან შერეულიგანდებიანი კომპლექსების წარმოქმნას და მიღებული ექსტრაქტების სინათლის შთანთქმის გამოშვას 565 ნმ ტალღის სიგრძეზე [33].



ტეტრაფენილფოსფონი

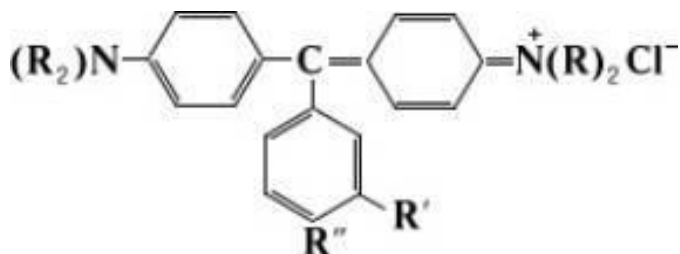
ექსტრაქციას აგარებდნენ 5 წუთის განშავლობაში pH=5,4-ზე; რკინის კონცენტრაციას 0,5-10 მკგ/მლ გრადუირებული გრაფიკი სწორხაზოვანია.

სხვადასხვა შენაღნობებში რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის გამოყენებულ იყო 1-(2-პირიდილაზო)-2-ნაფტოლი [31], ხოლო ეკოლოგიურ ობიექტებში განსაზღვრისთვის 1-(2-თიაზოლილაზო)-2-ნაფტოლი [32]. მისი განსაზღვრა 1-(2-პირიდილაზო)-2-ნაფტოლით დამყარებულია შეფერილი კომპლექსის წარმოქმნაზე მაქსიმალური სინათლის შთანთქმით $\lambda=724$ ნმ. ამშემთხვევაში ბერის კანონი დაცულია Fe(III)-ის 0,1-10 მგ/5მლ კონცენტრაციის ინტერვალში.



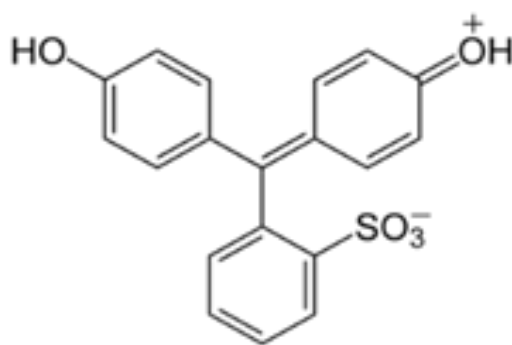
1-(2-თიაზოლილაზო)-2-ნაფტოლი

Fe(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის ფართოდ გამოიყენება გრიარიმეთანური საღებრები [33, 54-61]. ბერის კანონის



გრიარიმეთანური საღებრები

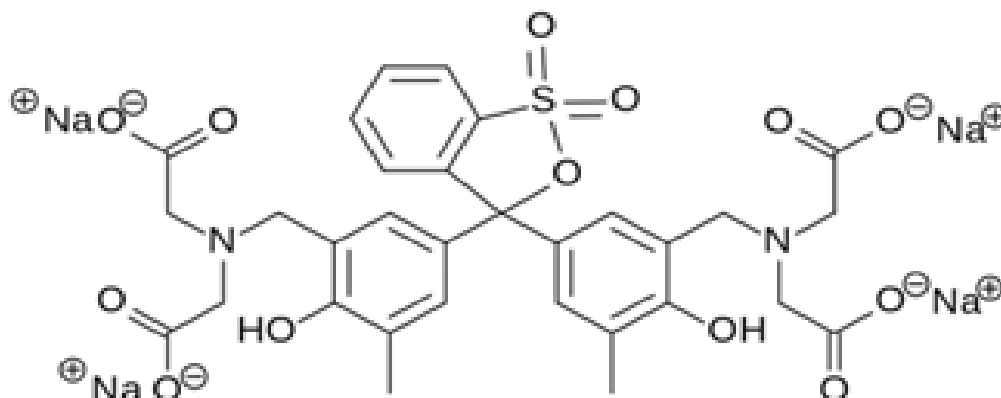
დაცულობა Fe(III)-ის ფენილის წითელით განსაზღვრისას შეინიშნება რკინის კონცენტრაციის 0-0,4 მკგ/25მლ ინტერვალში. ეს მეთოდიკა გამოიყენება წყალში რკინის განსაზღვრისთვის.



ფენილის წითელი

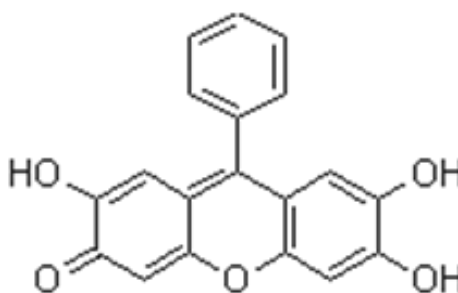
შემოთავაზებული იყო, ასევე რკინის განსაზღვრის ახალი მარტივი და მგძნობიარე სპექტროფოტომეტრული მეთოდი ქსილენოციანოლეიკო ნაერთით [58].

განსაზღვრა დამყარებულია შეფერილი კომპლექსის წარმოქმნაზე გოგირდმკავას არეში (pH 2-3) მაქსიმალური სინათლის შთანთქმით გაღლის სიგრძეზე 615 ნმ.



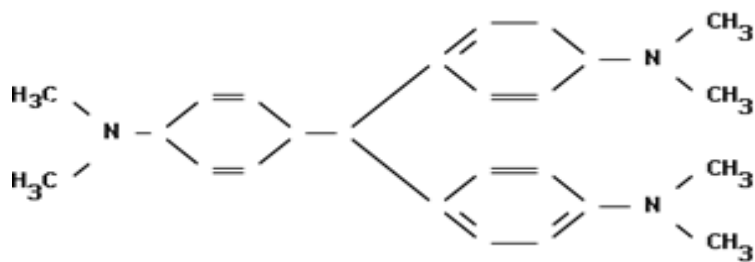
ქსილენის ნარიჩი

Fe(III)-ის განსაზღვრისთვის ნიკელის შენაღობებში და ჩამდინარე წყლებში გამოყენებული იყო ქსილენის ნარიჩი [56,60]. გრადუირებული გრაფიკი სწორხაზობრივია 0-0,25 მკგ/მლ კონცენტრაციის ინტერვალში [56]. ნიკელის შენაღობებში განსაზღვრა ტარდებოდა pH=4 [60], ამ შემთხვევაში გრადუირებული გრაფიკი სწორხაზობრივია Fe(III)-ის ≤ 400 მკგ/მლ კონცენტრაციის ინტერვალში.



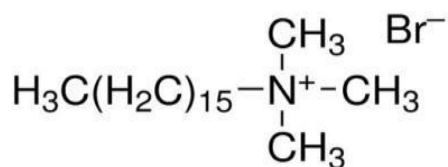
ფენილფლორონი

რკინის განსაზღვრისთვის მინერალურ წყლებში გამოიყენეს მეთილის მწვანე [61] და ფენილფლორონი [33]. ასევე მნიშვნელოვანია რკინის განსაზღვრა ქრომობოროლ S-ის შერეულიგანდიან კომპლექსებით [54,55,59].



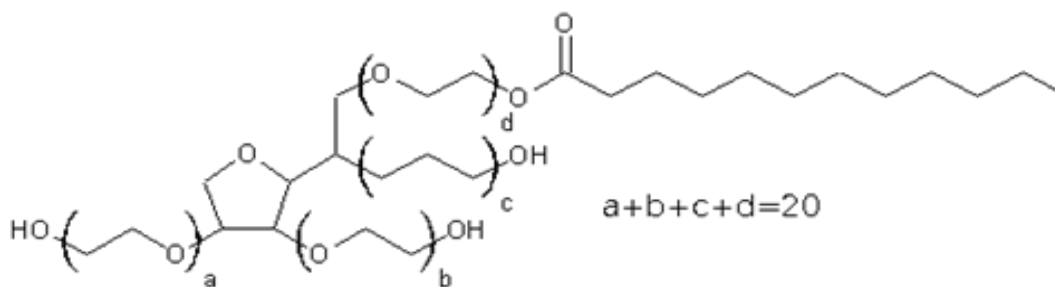
მეთილის მწვანე

ქრომობორლ S-ით ცეტიტრიმეთილამონიუმბრომიდის თანაობისას შემუშავებული მეთოდით [54.59] გამოყენებულ იქნა წვიმის წყალში რკინის განსაზღვრისთვის [55]. კომპლექსის მაქსიმალური შუქმთანთქმა შეინიშნება გალლის სიგრძისას 640 ნმ.



ცეტიტრიმეთილამონიუმბრომიდი

რკინა(III)-ის განსაზღვრა ქრომობორლ S-ით (R_1) და ქინოლით (R_2) დამყარებულია შერეულიგანდიან კომპლექსების წარმოქმნაზე, როცა $pH=5,6$ და კომპონენტთა თანაფარდობაა $Fe:R_1:R_2$ [55].

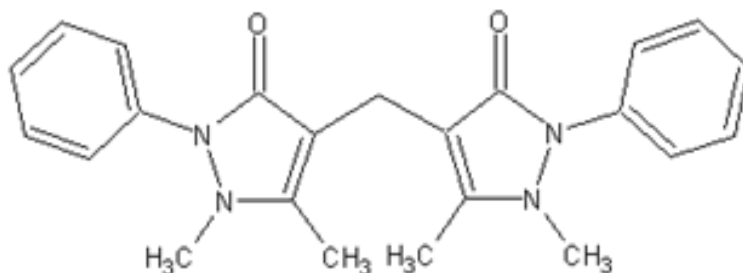


Twin 20

ზელაპირულად აქტიური ნივთიერების - Twin 20-ის თანაობისას რკინა(III) დიეთილამინო სალიცილ ალდეჰიდ-პარა-ამინობენზოილჰიდრაზონთან წარმოქმნის შეფერილ კომპლექსის $pH=5,65$ თანაფარდობით 1:2 [62].

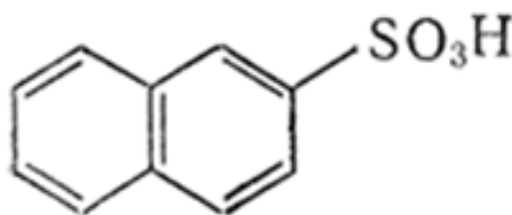
კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა შეინიშნება ტალღის სიგრძეზე $\lambda=426$ ნმ.

Fe(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის გამოყენებულ იქნა ღიანგიპირილმეთანი და მისი შერეულიგანდიანი კომპლექსები ნაფტალინ-2-სულფომჟავასთან [63]. კომპლექსის წარმოქმნა შეინიშნება ინტერვალში $\text{pH}=2,2-2,5$ და $\lambda=440-460$ ნმ. მეთოდის გამოყენებულ იქნა



ღიანგიპირილმეთანი

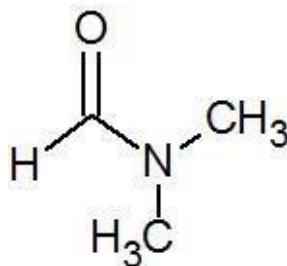
რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის ბრინჯაოსა და მაგნიუმის შენაღობებში. ნაფტალინ-2-სულფომჟავას თანაობისას შერეულიგანდიან კომპლექსს წარმოქმნის რკინა(III) ღიანგიპირილმეთანთან [63].



2-ნაფტალინსულფომჟავა

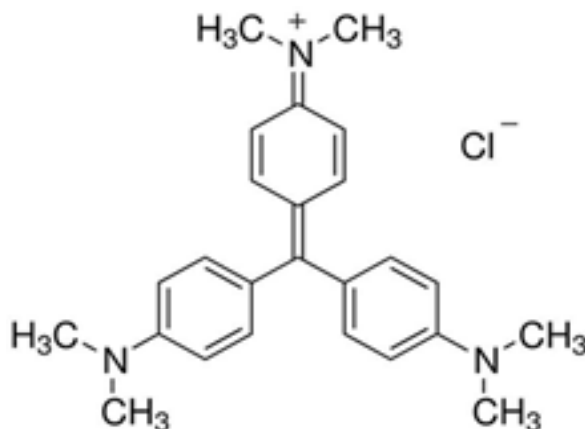
გამოკვლეული იქნა შერეულიგანდიან კომპლექსის ექსტრაქციის პირობები და დამუშავდა სტანდარტულ სინჯებში Fe(III)-ის ექსტრაქციულ-ფოტომეტრული განსაზღვრის მეთოდის გამოყენება. Fe(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის დიდი მნიშვნელობა აქვს როდანილულ კომპლექსებს [64-67]. სხვა იონებიდან Fe(III)-ის შერჩევითი გამოყოფისთვის შესწავლილი იქნა ქრომოფორით ექსტრაქცია და ფოტომეტრულად განისაზღვრა ორგანულ ფაზაში როდანილ-იონისა და დიმეთილფორამიდის შეფერილი კომპლექსი [65]. რკინა(III)-ის განსაზღვრაზე გავლენას არ ახდენს სხვა იონების $100 - 1000000$ -ჯერ მეტი შემცველობა. ტიტან(IV)-ის ქლორიდის განსაზღვრა ეყრდნობა წარმოქმნილი როდანილური კომპლექსის სინათლის შთანთქმის გამოვლას 440 ნმ-სას [66]. კომპლექსის

შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტი ტოლია 3600. მეთოდის საშუალებას იძლევა განსაზღვროთ რკინა 30-300 მკმოლი/ლ რაოდენობით.



დიმეთილფორმამიდი

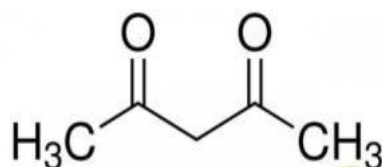
რკინის განსაზღვრისთვის სუფთა რეაგენტებში გამოყენებულ იქნა მისი შერეულიგანდიანი როდანიდული - SCN კომპლექსები და კრისტალური იისფერი [67].



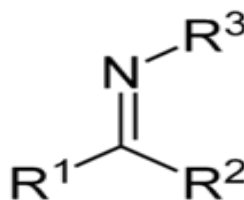
კრისტალური იისფერი

შემოთავაზებული იყო თიოსემიკარბაზონ-სალიცილალდეჰიდთან Fe(III)-ის განსაზღვრის ექსტრაქციულ-სპექტროფოტომეტრული მეთოდის [55]. pH=5-6-სას Fe(III) წარმოქმნის მწვანე ფერის კომპლექსს კომპონენტების თანაფარდობით 1:2. კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა შეიმჩნევა $\epsilon = 1,1 \cdot 10^4$ და გალღის სიგრძეზე 375 ნმ.

აცეტილაცეტონის და პრიამალონის საფუძველზე სინთეზირებული შიფის ფუძეების (აზომეთინები) ანალიზური შესაძლებლობები და მათიგამოყენებით რკინა(III)-ის ფოტომეტრული და ექსტრაქციულ-ფოტომეტრული განსაზღვრა ასახულია [33,68-70] ლიგერატურაში. აგრეთვე შემოთავაზებული იყო მეთილ-(2-ოქსიპროპილ)-N-(პარა-ფორფენილ) აზომეთინით რკინა(III)-ის ექსტრაქციულ-ფოტომეტრული განსაზღვრა [71].

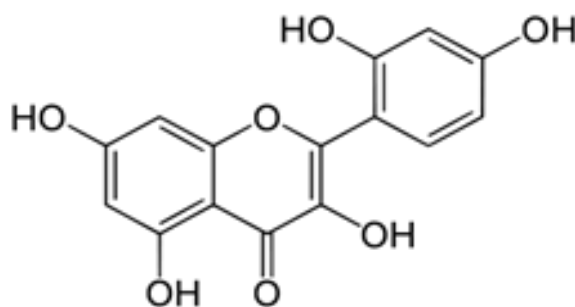


აცეტილაცეტონი

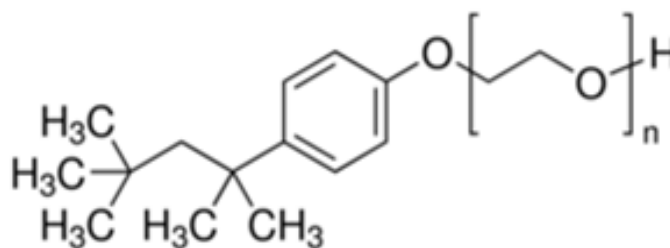


შიფის ფუძეები

რკინა(III)-ის განსაზღვრის ახალი ფოტომეტრიული მეთოდები იქნა შემოთავაზებული მორინის ორგანული რეაგენტის (3,5,7,2,4-პენტაჰიდროქსიფლავონი) გამოყენებით [72,73]. რკინა(III)-ს ბინარული კომპლექსის სახით მორინით განსაზღვრისას ბერის კანონზე დაქვემდებარება დაცულია 0,19 - 1,5 მგ/მლ კონცენტრაციის ინტერვალში [72]. ეს მეთოდი გამოყენებული იქნა რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის სხვადასხვა შედგენილობის შენაღობებში.



მორინის ორგანული რეაგენტი - 3,5,7,2,4-პენტაჰიდროქსიფლავონი

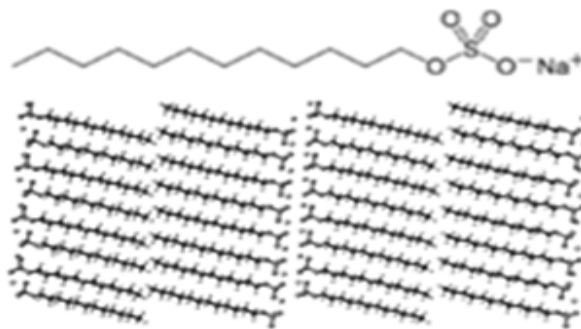


გრიგონ X-100

მიცელარულ გარემოში გრიგონ X-100 რკინა(III) მორინთან წარმოქმნის შერეულიგანდიან კომპლექსს [73]. ასეთი სახის შერეულიგანდიანი კომპლექსის განსაზღვრის ქვედა ზღვარი შეადგენს 0,03 მკგ/მლ. სისხლის ნიმუშებში რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის იყენებენ ზედაპირულად აქტიურ ნივთიერებას,

გან

1-ციკლოპროპილ-6-ფტორ-2,4-დიჰიდრო-4-ოქსო-7-(1-ნიტრაზილ)-ქინოლინ-4-კარბონმჟავას და ნაგრიუმის ლოდეცილსულფატს[74].



ნაგრიუმის ლოდეცილსულფატი

დადგენილია, რომ რკინა აცეტილაცეტონთან სპირგ-წყალხსნარსა და აცეტონ-წყალხსნარის pH=4,5 და 8,0, $\lambda=440$ ნმ გარემოში წარმოქმნის ერთბირთვიან კომპლექსურ ნაერთს [12]. განსაზღვრულია კომპლექსწარმოქმნის პირობები. დამუშავებული მეთოდით შესაძლებელია რკინა(III)-ის განსაზღვრა ბრინჯაოში.

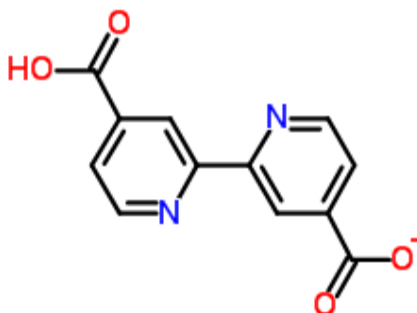
სინთეზირებული ახალი რეაგენტით 4-ჰიდროქსი-3,5-დიმეტოქსი-ბენზალდეჰიდ-4-ჰიდროქსიბენზოილჰიდრაზონით (ჰდმბაჰბჰ) (5%) მეავეური სურფაქტანტის S-TAB თანაობისას დამუშავებულია Fe(II) და Fe(III)-ის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის ორი მარტივი, მგრძნობიარე და სელექციური მეთოდი. Fe(II) და Fe(III) ჰდმბაჰბჰ-თან იძლევა წყალში ხსნად ყვითელ კომპლექსს. ეს კომპლექსი მაქსიმალურ აბსორბციულ უნარს ავლენს $\lambda=400-380$ ნმ გალდის სიგრძეზე. ბერის კანონი დაცულია 0,139-1,396 ინტერვალში. შეფერილი კომპლექსისთვის შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტი და სენდელის მგრძნობელობა შეადგენს Fe(II)-თვის $3,09 \cdot 10^4$ ლ/მოლისმ-ს და 0,0018 მგ/სმ²-ს, ხოლო Fe(III)-ისთვის $1,71 \cdot 10^4$ ლ/მოლისმ-ს და 0,0032

მგ/სმ²-ს შესაბამისად. ამ მიმართულებით შესწავლილია სხვადასხვა იონების გავლენა. Fe(II) და Fe(III) წარმოქმნის ჰდმბაჰბჰ-თან კომპლექსს თანაფარდობით 1:1. მდგრადობის კოეფიციენტი Fe(II)-სთვის არის $3,49 \cdot 10^6$ და $3,5 \cdot 10^5$ Fe(III)-თვის. Fe(II)-ის წილზე მოდის 0.558 მგ/მლ და 0,0016; ხოლო Fe(III)-ის წილზე 0,279 მგ/მლ შესაბამისად. პირველი და მეორე სპექტროფოტომეტრული მეთოდი სრულყოფილია Fe(II)-ისთვის, როცა $\lambda = 420, 440$ ნმ და Fe(III)-ისთვის, როცა $\lambda = 440, 460$ ნმ. დამუშავებული მეთოდები გამოიყენება Fe(II) და Fe(III)-ის განსაზღვრისთვის სინთეზური შენაღობების ნიმუშებში. შედეგები ემთხვევა სერტიფიცირებულ მონაცემებს [75].

ოპტიმიზირებული სპექტროფოტომეტრული მეთოდია შემოთავაზებული Fe-ისა და Co-ის ინდივიდუალური და ერთობლივი განსაზღვრისთვის. 2-ჰიდროქსი-1-ნაფტალდეჰიდ-ჰარა-ჰიდროქსიბენ-ზოლჰიდრაზონი (ჰნაჰბჰ) Fe(II) და Co(II)-თან წარმოქმნის მოწითალო-მოყავისფრო და ყვითელ კომპლექსებს [Fe(II)-ჰნაჰბჰ] და [Co(II) -ჰნაჰბჰ]. კომპლექსების მაქსიმალური აბსორბციული უნარი შეინიშნება 405 ნმ და 425 ნმ გალლის სიგრძეზე. [Fe(II)-ჰნაჰბჰ]-თვის ბერის კანონზე დაქვემდებარება შეინიშნება ინტერვალში 0,055 - 1,373 მგ/მლ, აღმოჩენის მღვართით 0,095 და შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტით $5.6 \cdot 10^4$ ლ/მოლი.სმ. [Co(II)-ჰნაჰბჰ]-თვის ბერის კანონზე დაქვემდებარება შეინიშნება ინტერვალში 0,118-3,534 მგ/მლ, აღმოჩენის მღვართით 0,04 და შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტით $2,3 \cdot 10^4$ ლ/მოლი.სმ. აღწერილია ასევე Fe-ისა და Co-ის განსაზღვრის მაღალი მგრძნობელობის მეთოდები. Fe -ისა და Co-ის განსაზღვრის ყველა შემოთავაზებული მეთოდი გამოყენებულ იქნა სხვადასხვა ბიოლოგიური წყლის ნიმუშებში და შენაღობებში [76].

დამუშავებულია კარბოქსინინის მარტივ ფორმაში და ნაერთებში, სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის მარტივი, ჩქარი და მგრძნობიარე მეთოდი. პირველი მეთოდი დაფუძნებულია კარბოქსინინისა და 1,10-ფენანტროლინის შეერთების რეაქციაზე FeCl₂-ის თანაობისას. მიღებული ნარინჯისფერი კომპლექსის გალლის სიგრძეა $\lambda = 510$ ნმ. ბერის კანონზე დაქვემდებარება მოსალოდნელია დიაპაზონში 1-10 მლ (10 ± 100 მგ/მლ) და მოლარული აბსორბციული უნარი გოლია $5,6 \cdot 10^4$ ლ/მოლი.სმ, მაშინ როცა, როგორც წესი,

სენდელის მგრძნობელობა შეადგენს 0.2061. მეორე მეთოდი დამყარებულია კარბოქსილ-2,2'-დიპირიდილთან კომპლექსწარმოქმნის რეაქციაზე. მოლარული აბსორბციული უნარი გოლია $\lambda_{\text{max}}=522$ ნმ, სენდელის მგრძნობელობა $2,2605 \cdot 10^3$ ლ/მოლი.სმ. ბერის კანონზე დაქვემდებარება დაცულია 0,5 - 50 მლ დიაპაზონში [77].



კარბოქსილ-2,2'-დიპირიდილი

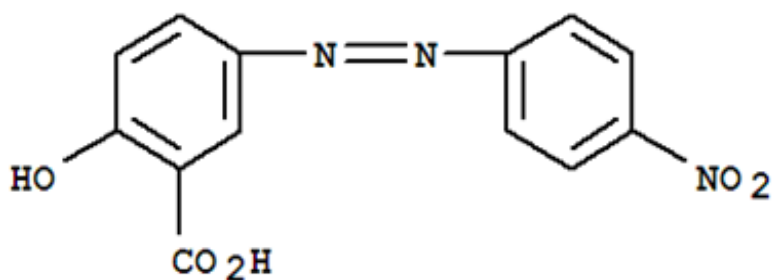
Fe, Cu და V ერთდროული განსაზღვრისთვის გამოიყენება ახალი ქრომოფორული რეაგენტი - თიოსემიკარბაზონ-2-კეტოზუნიკის მჟავა. КБАТ, კბატ იძლევა Fe(II)-თან და Cu(II)-თან მოყვითალო-მომწვანო და ლურჯ კომპლექსს. ბერის კანონი დაცულია Cu(II)-თვის 387,2 ნმ-ზე; Fe(II)-თვის 440 ნმ-ზე და (V)-თვის 400 ნმ - ზე. შესწავლილია ამ მეთოდის Fe, Cu და V-ის განსაზღვრის სისწორე და რეპროდუცირება. ასევე შესწავლილია გარეშე იონების გავლენა. შემოთავაზებული მეთოდიკა გამოიყენება ფერო - ვანადიუმის შენაღობის ანალიზისთვის [78].

1.3. რკინის განსაზღვრის ფოტომეტრული მეთოდები სამკურნალწამლო საშუალებებში

სამედიცინო პრეპარატებში Fe(III)-ის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის მარტივი, სწრაფი და ზუსტი მეთოდი შემოთავაზებული იყო 1-(2,3-დიქლორ-4'-სულფოფენილ)-3-მეთილ-4-ამო-(2'-კარბოქსი-5'-სულფონილის მჟავა)-5-ამოპირიდინით [26]; pH=4,0-სას წარმოქმნილი კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა შეესაბამება 427 ნმ გალღის სიგრძეს.

შესწავლილი იქნა Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა ქრომოფორული ორგანული რეაგენტით პარა-ნიგრობენზოლამოსალიცილის მჟავათი

ზედაპირულად აქტიური კატიონური ტიპის ნივთიერების ცეტილტრიმეთილამონიუმის ბრომიდის თანაობისას [30].



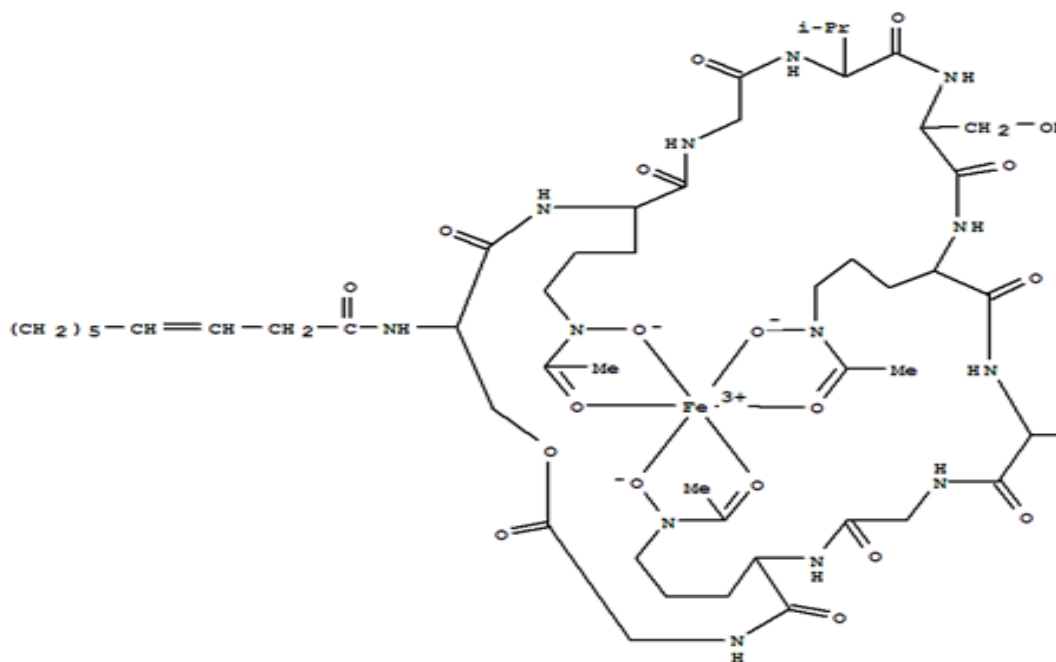
პარა-ნიტრობენზოლამოსალიცილის მქაფა

კომპლექსწარმოქმნა გამოკვლეული იყო $\text{pH}=2,5-10$ ინტერვალში და დადგენილ იქნა, რომ ზედაპირულად აქტიური ნივთიერების კონცენტრაციასა და გარემოს მქაფიანობაზე დამოკიდებულებით რკინა(III) გვაძლევს ორ სხვადასხვა ნაერთს.

Fe(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის შემუშავებულია მთელი რიგი მეთოდები ჰიდრაზონის წარმოებულების გამოყენებით [34, 79-81]. რკინა(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრა ბენზოლით, ჰიდრაზონ-2-ჰიდროქსი-1-ნაფტალდეჰიდით დამყარებულია შეფერილი კომპლექსის წარმოქმნაზე, როცა $\text{pH}=5$ [79]. მიღებული კომპლექსი კარგად იხსნება დიმეთილფორმამიდის 30%-იან ხსნარში.

რკინის კონცენტრაციის 0,14 - 1,0 განსაზღვრა შესაძლებელია ბენზოილჰიდრაზონ-2,4-დიჰიდროქსიბენზოფენოლით [80]. განსაზღვრა დამყარებულია შეფერილი კომპლექსის წარმოქმნაზე მაქსიმალური სინათლის შთანთქმით $\epsilon=2,8 \cdot 10^4$, გალღის სიგრძისას $\lambda=380$ ნმ და $\text{pH}=5$. კომპლექსების შედგენილობაში კომპონენტების თანაფარდობა გოლია 2:3.

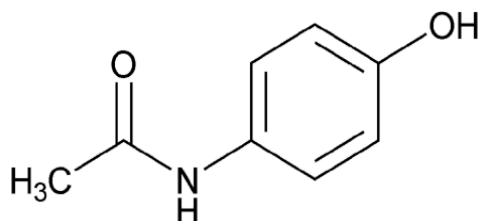
რკინა(III)-ის ექსტრაქციულ-ფოტომეტრული განსაზღვრის შემოთავაზებული მგრძნობიარე და სელექტიური მეთოდი დამყარებულია რეაქტივად პერიდოქსოლ-4-ფენილ-3-თიოსემიკარბაზონის, ხოლო ექსტრაგენტად ბუთანოლის გამოყენებაზე [82]. კომპლექსის ექსტრაქტის



ფეროცინი

მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა $\epsilon=2,3 \cdot 10^4$ მიიღწევა 420 ნმ ტალღის სიგრძისას. დაგრაღულირებული გრაფიკი სწორხაზოვანია Fe(III)-ის კონცენტრაციისას 0,5-6,0 მკგ/მლ ინტერვალში. ეს მეთოდით გამოყენებული იქნა სამედიცინო პრეპარატების და შენაღობების ანალიზისთვის. რკინა(III)-ის ნიადაგის ექსტრაქტებში განსაზღვრისთვის გამოიყენეს ფეროცინი [27]. რკინის ფეროცინთან კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა ნეიგრალურ გარემოში შეიმჩნევა 562 ნმ ტალღის სიგრძისას. ანალიზური რეაგენტით N-ორთო-მეტოქსი-ბენზალდეჰიდ-2- ამინოფენოლით (N-ომბაჰ) დამუშავებულია Fe(II)-ის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის მარტივი, სწრაფი და მგრძნობიარე მეთოდი და ასევე დახასიათებულია წყალხსნარში pH=5,6-6,8 N-ომბაჰ, Nომბაჰ გარდაქმნა ეთილენის აცეტატად; ინტენსიობა გოლია $\lambda=470$ ნმ. Fe(II) - ისთვის ბერის კანონზე დაქვემდებარება შეინიშნება დიაპაზონში 1 - 7 მგ/მლ-მდე. სენდელის მგრძნობელობა და მოლარული შთანთქმის კოეფიციენტი სისტემისთვის Fe - N-ომბაჰ, N-ომბაჰ შეადგენს 3166 ლ მოლი/სმ და 0,0176 მგ/სმ. კომპლექსის თანაფარდობა 1:1 = Fe:N-ომბაჰ, Nომბაჰ. Fe(II)-ის განსაზღვრის შემოთავაზებული მეთოდი წარმატებით იქნა გამოყენებული ფარმაცევტულ ნიმუშებში. [83].

როგორც წესი, აცეტამინოფენონი გამოიყენება, როგორც სელაგიური პრეპარატი. ლაბორატორიული ექსპერიმენტები საშუალებას იძლევა



აცეტამინოფენონი

განსაზღვროს აცეტამინოფენონის საერთო რაოდენობა და ასევე გელური კაუსულიდან გამოსული აცეტამინოფენონის ხარისხი. ამისათვის გამოიყენება ჯერ Fe(III)-ის იონების აცეტამინოფენონით ქანგის სისტემები, შემდეგ კი Fe(II)-ის იონების მოწითალო - ნარინჯისფერი კომპლექსები, რომლებიც წარმოქმნილია 1,10-ფენანტროლინის დახმარებით. შეფერილი კომპლექსი გამოცდილია და ბერის კანონის მეშვეობით დადგენილია აცეტამინოფენონის ჯამური რაოდენობა [84].

დამუშავებული იქნა წყალბადის ბეჟანგის განსაზღვრის ახალი კატალიზური სპექტროფოტომეტრული მეთოდი ოთახის ტემპერატურაზე. ეს მეთოდი ემყარება Fe(II)-ის გაუფერულების და მწვანე მალაქიტის რეაქციაზე H_2SO_4 და წყალბადის ბეჟანგის თანაობისას. მწვანე მალაქიტის მაქსიმალური აბსორბციული უნარი შეინიშნება, როცა $\lambda = 618$ ნმ. შემოთავაზებული მეთოდი არის მარტივი, სწრაფი და გამოიყენება წყალბადის ბეჟანგის განსაზღვრისთვის წვიმის წყალში [85].

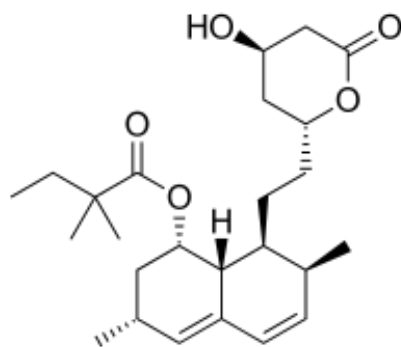
Fe(II)-ის ბენზოლში განსაზღვრისთვის შემოთავაზებული იქნა მარტივი, მგრძნობიარე და სპეციფიკური სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის მეთოდი. Fe(II)-ის იონები ურთიერთქმედებენ 2-ჰიდროქს-5-ბრომ-4-პარა-ბუტოქსიპროპიფენონთან თიოსემიკარბაზონით და $pH=5,0-9,0$ პირობებში წარმოქმნის მუქი წითელი ფერის კომპლექსს. მაქსიმალური აბსორბციული უნარი შეინიშნება, როცა $\lambda_{max} = 470$ ნმ. ბერის კანონზე დაქვემდებარება აღინიშნება 13,96 მგ/მლ დროს. მოლარული აბსორბციული უნარი და სენდელის მგრძნობელობაა 2845 ლ/მოლი.სმ და 0.01962 მგ/სმ². მყარი კომპლექსი აღწერილი იყო ულტრაიისფერი, ინფრაწითელი და ბმრ მეთოდებით.

2-ჰიდროქსი-5-ბრომ-4-პარა-ბუტოქსიპროპიფენონ თიოსემიკარბაზონი წარმოადგენს სელექციურ, ძლიერ ხელაგურ რეაგენტს Fe(II)-ის იონებისთვის. კომპლექსის მდგრადობის კოეფიციენტი $1.22 \cdot 10^7$. კომპლექსის თავისუფალი ენერგიის ცვლილებაა - 9,989 კკალ/მოლი, 35°C ინარჩუნებს მდგრადობას 24 საათის განმავლობაში [86].

საშუალო ტუტე გარემოში Fe(II) და Co(II) NO₂ თიობარბიტურმქავასთან წარმოქმნის ლურჯი და ყვითელი ფერის კომპლექსს. Fe(II)-თვის კომპლექსის მაქსიმალური აბსორბცია შეადგენს 656 ნმ, 386 ნმ-ს და Co(II)-თვის 423 ნმ-ს. ორივე კომპლექსს გააჩნია ადიტიური თავისებურება. დამუშავებული იყო ახალი სპექტროფოტომეტრული მეთოდიკა Fe-ისა და Co-ის კვალის განსაზღვრისთვის NO₂ თიობარბიტურმქავათი. Fe-თვის ბერის კანონზე დაქვემდებარება აღინიშნება ღიაპაზონში 0-50 მგ/25მლ-ზე და Co-თვის 0-25 მგ/25მლ-ზე. მეთოდი, რომელიც გამოიყენება Fe-ისა და Co-ის განსასაზღვრავად Sn-ში თანხვედრაშია სტანდარტულ მონაცემებთან. Fe(II)-თვის გამოსავალი 98-102 % და 94-106 % Co(II)-თვის. ფარდობითი სტანდარტული ცდომილებაა 1,0-1,8% და 3,1-4,7% [87].

შემოთავაზებულია ფარმაცევტულ და წყლის ნიმუშებში Fe(II)-ის განსაზღვრის მარტივი, სელექციური და მგრძნობიარე კინეტიკური სპექტროფოტომეტრული მეთოდი. ეს მეთოდი დამყარებულია Fe(II)-ის კატალიზურ განსაზღვრაზე იისფერი ნატრიუმისბრომიდის საშუალო მქავა არეში. იისფერი კრისტალების გაუფერულება გამოყენებული იქნა რეაქციის სპექტროფოტომეტრული მართვისთვის. ოპტიმალურ პირობებში შესაძლებელია განისაზღვროს 0,10-3,0 მგ/მლ Fe(II). ფარდობითი სტანდარტული გადახრა შეადგენს 1,94%, 0,43% და 0,28%. შესწავლილია ზოგიერთი გარე ფაქტორის ზეგავლენა და დადგენილია, რომ შემნილბავი ნივთიერებების გარეშე Fe(III) არ მოქმედებს Fe(II) - ის განსაზღვრაზე [88].

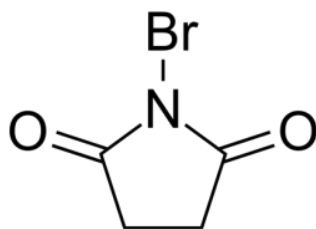
შემოთავაზებულია სიმვასტანინის (სმგ) განსაზღვრის გიგრიმეტრული და სპექტროფოტომეტრული მეთოდები ბალახეულის და



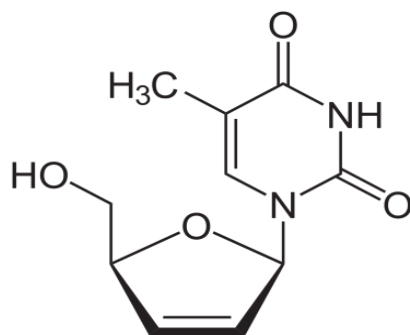
სიმვასტანინი

წამალთა ნიმუშებში. ამ მეთოდში ბრომირებული აგენტის როლში გამოიყენება ბრომაგ-ბრომიდის ნარევის საშუალო მეკვური ხსნარი, Fe(III) და ასევე დამატებითი აგენტის როლში თიოციანატი. გიგრიმეტრული მეთოდით, სმგ ისაზღვრება ბრომაგ-ბრომიდის ნარევით HCl-ის ხსნარში. ბრომიდი, რომელიც რეაქციაში არ შედის განისაზღვრება იოდომეტრული მეთოდით. სპექტროფოტომეტრულ მეთოდში Fe(II)-ის ხარჯზე ბრომიდის რაოდენობა კლებულობდა მიღებული Fe(III) თიოციონატთან წარმოქმნის კომპლექსს. აბსორბცია შეიმჩნევა $\lambda=470$ ნმ-ზე. გიგრიმეტრული მეთოდი გამოიყენება 1-10 მკ ინტერვალში და (სმგ:KBrO₃)1:0,666 მოლარული თანაფარდობისას. სპექტროფოტომეტრულ მეთოდში ბერის კანონი დაცულია 1-10 მკ/მლ ინტერვალში. მოლარული შთანთქმის უნარია $3,02 \cdot 10^4$ ლ/მოლისმ, ხოლო სენდელის მგრძნობელობა 0,0081 მკ/სმ². აღმოჩენის და ხარისხის მღვარი შეადგენს 0,10 და 0,31 მკ/მლ-ს [89].

აღწერილია ბალახის სინჯებში N-ბრომსუკცინიდის (N-ბს) გამოყენებით სტავედინინის განსაზღვრის სამი მარტივი, მგრძნობიარე და სწრაფი მეთოდი. გიგრიმეტრულ მეთოდში სტვ-ის წყალხსნარი იტიგრება HCl-ის ხსნარში Nბს-თან, ინდიკატორად გამოიყენება მეთილნარინჯი.



N-ბრომსუკცინიდი



სგაუდინინი

გარდა ამისა, სპექტროფოტომეტრული მეთოდი ითვალისწინებს ასევე Fe(II)-ისა და თიოციანატის გამოყენებას. ყველა მეთოდი დამყარებულია სგვ-თან რეაქციაში შესული N-ბს-ს რაოდენობრივ განსაზღვრაზე. გიგრირებულ მეთოდში გაანგარიშებები ტარდება კომპონენტების სგვ-ს და N-ბს-ს 1:2 თანაფარდობით და ინტერვალში 1-9 მგ. სპექტროფოტომეტრულ მეთოდში კი აბსორბცია პროპორციულია სგვ-ის რაოდენობის. A და B მეთოდებისთვის ბერის კანონი დაცულია 0,5-4,0 და 1,5-18 მგ/მლ 0,5 - 4,0 ინტერვალში შესაბამისად. მოლარული შთანთქმის მნიშვნელობაა $6,5 \cdot 10^4$ და $1,1 \cdot 10^4$ ლ/მოლისმ. ორივე მეთოდისთვის დადგენილია აღმოჩენისა და თვისებითი ზღვრები. პროცესი წარმატებით გამოიყენება ფარმაცევტულ ნიმუშებში სგვ-ის განსაზღვრისთვის [84].

სპექტროფოტომეტრული მეთოდით განსაზღვრულია მიკრო Fe და მკაფა Cu ქრომოგენური აგენტის როლში დისოლიუმის მარილის 1-ნიტრო-2-ნაფტოლ-3,6-დისულფონილმკაფას გამოყენებით. შესწავლილია ტალღის სიგრძის, მკაფიანობის, ქრომოგენური აგენტის რაოდენობის და დროის გავლენა. რკინისთვის ბერის კანონი დაცულია, როდესაც $\lambda = 720$ ნმ. შესწავლილია მოქმედი ფაქტორები და მათი აღმოფხვრის საშუალებები. მეთოდი გამოირჩევა მაღალი სიზუსტით [90].

შემოთავაზებულია Fe(II)/Fe(III) -ის განსაზღვრის სელექციური და მგრძნობიარე სპექტროფოტომეტრული მეთოდი. ამ მეთოდში სპექტროფოტომეტრულ აგენტის როლში იყენებენ პუთ-ს (პირილოქსალ-4-ფენილ-3-თიოსემიკარბაზონს) და პარა-ბუთანოლს. მაქსიმალური შთანთქმა შეინიშნება 440 და 420 ნმ-ზე. შესწავლილია Fe(III)-ის კომპლექსის რეაგენტთან ქცევა, როცა pH=2,5-6,5 და სხვადასხვა ლითონთა

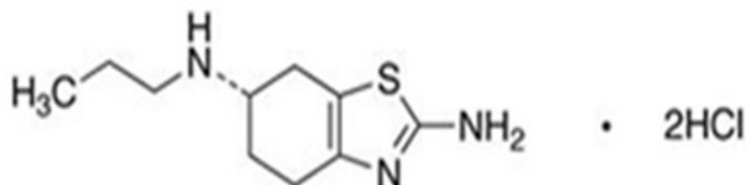
იონების ზემოქმედება. ბერის კანონი დაცულია ინტერვალში 0,5-8,0 მგ/მლ Fe. შემოთავაზებული მეთოდი შედარებულ იქნა სხვა სპექტროფოტომეტრულ მეთოდებთან და დადგინდა, რომ იგი წარმოადგენს უფრო მგრძნობიარე და სელექციურ მეთოდს. ფარდობითი სტანდარტული ცდომილება შეადგენს 0,5%-ს. მეთოდი საშუალებას იძლევა განვსაზღვროთ 0,5 მგ Fe-ის კვალის რაოდენობა [91].

1.4. რკინისგანსაზღვრის ფოტომეტრული მეთოდები ნიადაგში

აღწერილია Fe(II) და U(VI)-ის განსაზღვრის მარტივი, მგრძნობიარე, პირდაპირი და რეპროდუცირებადი სპექტროფოტომეტრული მეთოდი. იგი ეყრდნობა Fe(II) და 2-ჰიდროქსი-3-მეტოქსიბენზალდეჰიდის (ჰმბა) ნარინჯისფერი კომპლექსის (თანაფარდობით 2:3), და ასევე U(VI)-ჰმბა, ყვითელი ფერის კომპლექსის (თანაფარდობით 1:1) წარმოქმნის რეაქციას, pH=4 გარემოში. Fe(II)-ჰმბა-ს მაქსიმალური აბსორბირებული უნარი, გაანგარიშების მიხედვით ტოლია $\lambda_{\text{მაქს}}=385$ ნმ. ოპტიკურ პირობებში ბერის კანონზე დაქვემდებარება დაცულია ინტერვალში 0,139-1,396 მგ/მლ. მოლარული აბსორბირებული უნარი და განსაზღვრის ზღვარი გაანგარიშების მიხედვით არის $2,0 \cdot 10^4$ ლ/მოლისმ და 0,0013 მგ/მლ². U(VI)-ჰმბა მაქსიმალური აბსორბირებული უნარია $\lambda_{\text{მაქს}}=395$ ნმ. ბერის კანონზე დაქვემდებარება, მოლარული აბსორბირებული უნარი და აღმოჩენის ზღვარი შეადგენს 1,19-11,9 მგ/მლ, $0,9 \cdot 10^4$ ლ/მოლისმ და 0,224 მგ/მლ. Fe(II)-ისა და U(VI)-ის განსაზღვრისთვის შემოთავაზებული იყო მესამე სპექტროფოტომეტრული მეთოდი. ყველა შემოთავაზებული მეთოდი წარმატებით იქნა გამოყენებული Fe(II)-ისა და U(VI)-ის განსაზღვრისთვის სხვადასხვა ეკოლოგიურ, ბიოლოგიურ და სხვა სინჯებში [92].

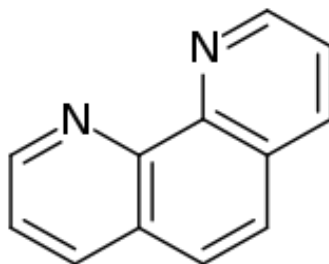
სხვადასხვა სინჯებში დამუშავებული იქნა პრამიპექსოლის დიჰიდროქლორიდის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის სამი მარტივი, მგრძნობიარე და ზუსტი მეთოდი. A და B მეთოდები დამყარებულია Fe(II) პრამიპექსოლის დიჰიდროქლორიდის დაქანგვის რეაქციაზე (მეთოდი A) და Fe(II)-ის ინტენსიური ნარინჯისფერ - მოწითალო ფერის კომპლექსის

წარმოქმნაზე 1,10 - ფენანტროლინთან (მეთოდი C) ან 2,2'-დიპირიდილთან (მეთოდი B). ეს მეთოდები წარმატებით იქნა გამოყენებული პრამიპექსოლდიჰიდროქლორიდის განსაზღვრისთვის სხვადასხვა ნიმუშში. შედეგები ემთხვევა ლიტერატურულ მონაცემებს [93].



პრამიპექსოლის დიჰიდროქლორიდი

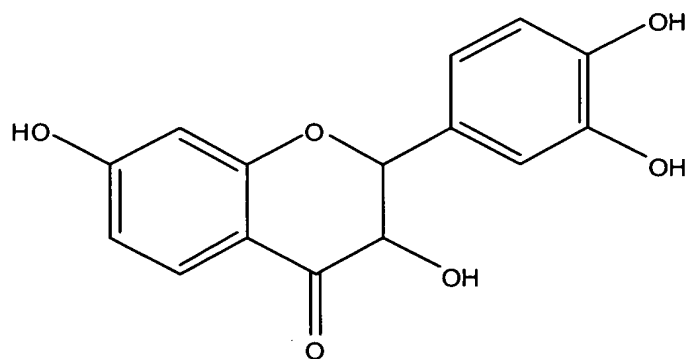
მეთოდი, რომელიც დამყარებულია ნიადაგში ფენანტროლინით ამორფული რკინის - საღებრის როლში განსაზღვრის სპექტროფოტომეტრულ მეთოდზე, შედგება შემდეგი კომპონენტებისგან: (1) HCl-ისა და ჰიდროქსილამინჰიდროქლორიდის ხსნარს უმატებენ ნიადაგის



ფენანტროლინი

ნიმუშს შეფარდებით (30-50):(30-50):1 და ინახავენ ოთახის ტემპერატურაზე 1-2 საათის განმავლობაში. სხვა (2) მეთოდი დამყარებულია: 1,00-2,00 მლ ჰიდროქსილამინჰიდროქლორიდის ხსნარს ურევინ, გოვებენ 5-10 წუთის განმავლობაში, სანამ Fe(III) გარდაიქმნება Fe(II)-ად. და ბოლოს, როცა pH=3-6-ის, უმატებენ ფენანტროლინს. აბსორბიციული უნარი განისაზღვრება სპექტროფოტომეტრულ მეთოდით 520 ნმ და ამით საზღვრავენ ამორფული რკინის რაოდენობას. მეთოდი მარგივი, მუსტი და პრაქტიკულია [94].

შემოთავაზებულია 2,3,4,5,7-პენტაჰიდროქსიფლავონით Fe(II)-ის კვალის განსაზღვრის ულტრაგრძნობიარე და მაღალსელექციური მეთოდი.

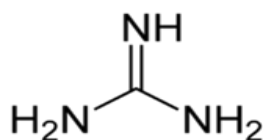


2,3,4,5,7-პენტაჰიდროქსიფლავონი

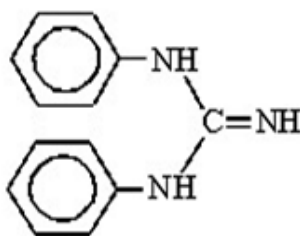
რეაქცია სწრაფია და ინარჩუნებს აბსორბციულ მდგრადობას 24 საათის განმავლობაში. მოლარული აბსორბციული უნარი შეადგენს $6,85 \cdot 10^4$ ლ/მოლისმ-ს. გრაფიკის სწორხაზოვნება 0,01-10 მგ/მლ. ხელაგის სტექიომეტრული თანაფარდობაა 1:2-თან. ეს მეთოდი წარმატებით გამოიყენება რკინის განსაზღვრისთვის ზოგიერთ ლითონში, ასევე ნიადაგის ნიმუშებში [95].

1.5. რკინის განსაზღვრის ფოტომეტრული მეთოდები საბაბოებში

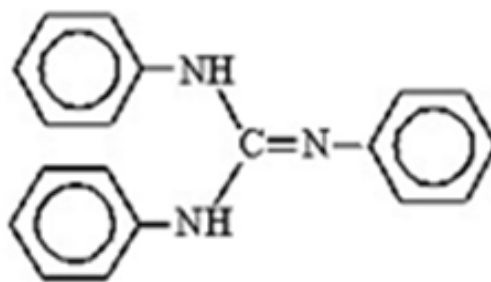
შემოთავაზებული იქნა ასევეშერეულიგანდიანი კომპლექსის სახით ლითილ-4-ტრეგუთილფენოლთან გუანიდინის,



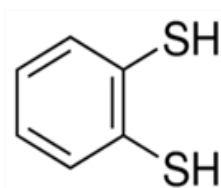
გუანიდინი



დიფენილგუანიდინი

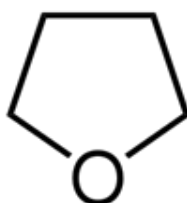


გრიფენილგუანიდინი



ლითიოლი

დიფენილგუანიდინის, გრიფენილგუანიდინის და ლითიოლის თანაობისას რკინა(III)-ის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის მეთოდები [96–98]. მთის ქანებში რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის გამოყენებული იყო ტეტრაჰიდროფურანი [99]. ეს განსაზღვრა დაფუძნებულია ტეტრაჰიდროფურანის 70%-იან ხსნარში რკინის სწრაფ დაჟანგვაზე (3+) და შემდეგ

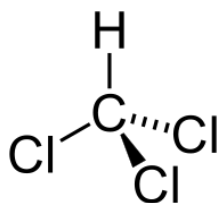


ტეტრაჰიდროფურანი

კომპლექსის წარმოქმნაზე. ამ კომპლექსის მაქსიმალური ოპტიკური სიმკვრივე $\epsilon=1,53 \cdot 10^4$ შეინიშნება 396 ნმ გალლის სიგრძეზე. Fe(III)-ის 0,6 - 2,8 მლ⁻¹ კონცენტრაციისას ინტერვალში დაგრადუირებული გრაფიკი სწორხაზოვანია.

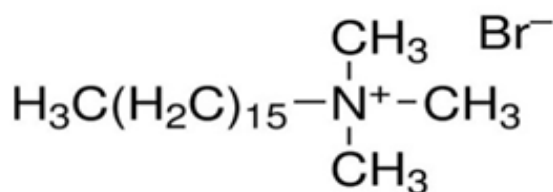
მაღალი მგრძნობიარე და სელექციურ-ექსტრაქციული სპექტროფოტომეტრული მეთოდი გოგირდის, აზოტის და ქლორის მჟავებით რკინა(III)-ის განსაზღვრა [100]. ეს მეთოდი დამყარებულია წარმოქმნილი რკინა(III)-ის ყავისებრი კომპლექსის ექსტრაქციაზე

3-ჰიდროქსი-2-(2-თიენილ)-4 H-ქრომენ-4-OH ქლოროფორმთან, როდესაც pH= 3,5-5,0.



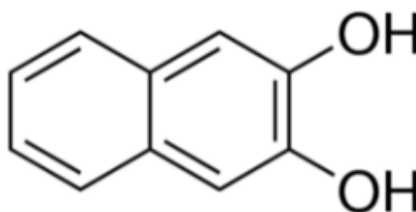
ქლოროფორმი

კომპლექსის ექსტრაქტის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა $\varepsilon=5,27 \cdot 10^4$ შეიმჩნევა 415 ნმ ტალღის სიგრძისას. Fe(III)-ის კონცენტრაციის 0,1-1,4 მკგ/მლ ინტერვალში დაგრაღებული გრაფიკი სწორხაზოვანია. ცეტილტრიმეთილამონიუმის ბრომიდის - კატიონური ტიპის ზედაპირულად აქტიური ნივთიერების (ზან) თანაობისას გალის მჟავასთან რკინა(III) წარმოქმნის შეფერილ კომპლექსს [101]. ამ გარემოში, pH=5, გალის მჟავა საშუალებას იძლევა განვსაზღვროთ კონცენტრაციები 0,20 - 15,0 მკგ/მლ.



ცეტილტრიმეთილამონიუმის ბრომიდი

რკინა(III)-ის განსაზღვრის ექსპრესიული, მგრძნობიარე და სელექციური სპექტროფოტომეტრული მეთოდი დამყარებულია მის 2,3-დიჰიდროქსინაფტილინთან კომპლექსის წარმოქმნაზე pH 5-8 [102,103].



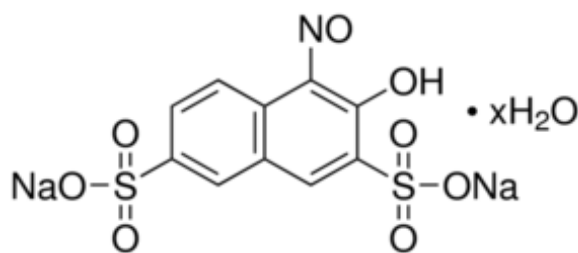
2,3-დიჰიდროქსინაფტილინი

კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა შეინიშნება $\varepsilon = 1,1 \cdot 10^4$, კომპონენტების თანაფარდობისას 1:3 ტალღის სიგრძეზე 485 ნმ. ეს მეთოდიკა

გამოყენებული იქნა რკინის განსაზღვრისთვის მთის ქანებში. კაპროლაქტამში რკინა(III)-ის სპექტროფოტომეტრული მეთოდით განსაზღვრისთვის გამოიყენეს α, α' - ბიხანოლინი [104]. შესწავლილი იქნა რკინა(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა 5-კარბოქსიეთენილ-8-მეტოქსი-2,2'- დიმეთილქრომთან და 6-კარბოქსიეთენილ-8-მეტოქსი-2,2'-დიმეთილქრომთან [27]. ორივე ორგანული რეაგენტი რკინა(III)-თან იძლევა სტაბილურ კომპლექსს კომპონენტთა თანაფარდობით 1 : 3. ეს რეაქტივები საშუალებას იძლევა განვსაზღვროთ რკინა კონცენტრაციით 32 მკგ/ლ და 82 მკგ/ლ შესაბამისად. პოლიმეტალურ რკინა(III)-ის საბადოებში და ზოგიერთ სინთეზირებულ, სინთეტიკურ, ხელოვნურ ობიექტებში რკინის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრისთვის იყენებენ 1-ამინო-4-ჰიდროქსიანტიპიკინოლს [105].

სპექტროფოტომეტრული მეთოდით გამოკვლეული იყო რკინის კომპლექსური ნაერთი რეაგენტ 2,2',3,4-ტეტრაოქსი-3'-სულფო-5'-ნიტროაზობენზოლთან [106]. შესწავლილი იქნა კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური პირობები და კომპონენტების თანაფარდობა. ვულკანური წარმოშობის მთის საბადოებში (კალბაჯარის რაიონი) რკინის განსაზღვრისთვის შემოთავაზებული იყო მაღალსელექციური მეთოდები.

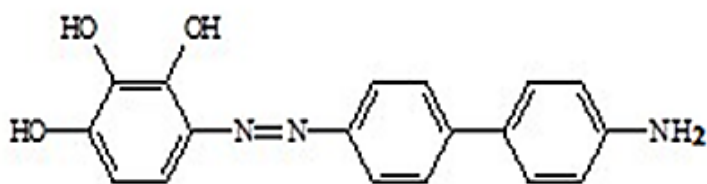
სპექტროფოტომეტრული მეთოდით შესწავლილი იქნა კომპლექსწარმოქმნა, ორ ბუფერულ ხსნარში, 1-ნიტროზო-2-ნაფტოლ-3,6-სულფომჟავათი რკინა(II)-ის ქანგვის შემდეგ [10]. დადგენილი იყო კომპლექსების ქიმიურ-ანალიზური თვისებები. კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა



1-ნიტროზო-2-ნაფტოლ-3,6-სულფომჟავა

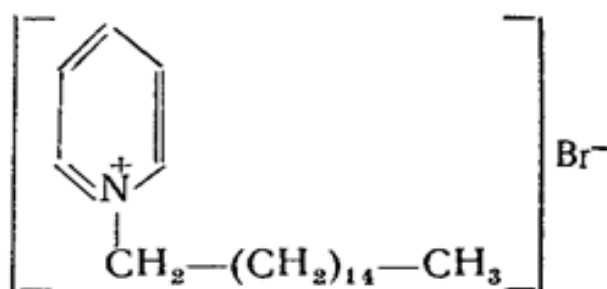
შეიმჩნევა 710-720 ნმ ტალღის სიგრძეზე. რეაქცია გამოირჩევა მაღალი მგრძნობელობით.

სპექტროფოტომეტრული მეთოდით შესწავლილი იყო რკინა(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა (2,3,4-გრიჰიდროქსიფენილაზო)ბენზილინთან მესამე

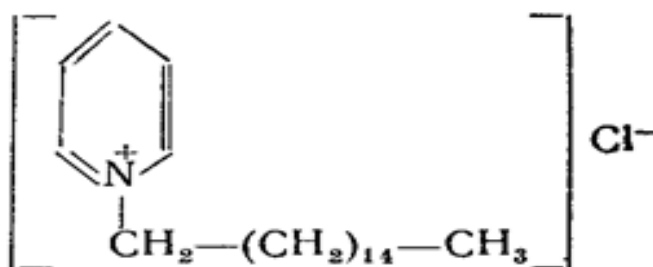


(2,3,4-ტრიჰიდროქსიფენილაზო)ბენზიდინი

კომპონენტის თანაობისას. მესამე კომპონენტად გამოიყენეს კატიონური ზელაპირულად აქტიური ნივთიერება (ზან):ცეტილტრიმეთილამონიუმის ბრომიდი (ცტმა-Br), ცეტილპირიდინის ბრომიდი (ცპ-Br) და ცეტილპირიდინის ქლორიდი (ცპ-Cl) [107]. შესწავლილი იქნა ბინარული და შერეულიგანდიანი კომპლექსის ოპტიმალური პირობები. ბინარული კომპლექსისთვის FeR – pH=2, $\lambda = 346$ ნმ; ხოლო შერეულიგანდიანი კომპლექსებისთვის: FeR – ცტმა-Br, pH - 1; $\lambda = 395$ ნმ; FeR – ცპ-Br, pH - 1;



ცეტილპირიდინის ბრომიდი (ცპ-Br)

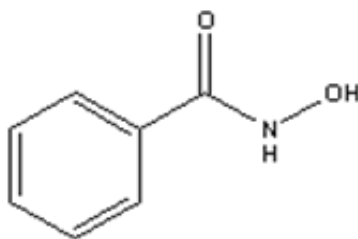


ცეტილპირიდინის ქლორიდი (ცპ-Cl)

$\lambda = 382$ ნმ, FeR – ცპ-Cl, pH - 1; $\lambda = 382$ ნმ. დადგენილი იქნა, რომ მესამე კომპონენტის თანაობისას კომპლექსწარმოქმნა გადაინაცვლებს მეჟავა გარემოსაკენ.

1.6. რკინის განსაზღვრის ფოტომეტრული მეთოდები ცხიმებში

ბენზოჰიდროქსამის მეაჟა წარმოადგენს რკინის(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის მგრძნობიარე და შერჩევით რეაგენტს



ბენზოჰიდროქსამის მეაჟა

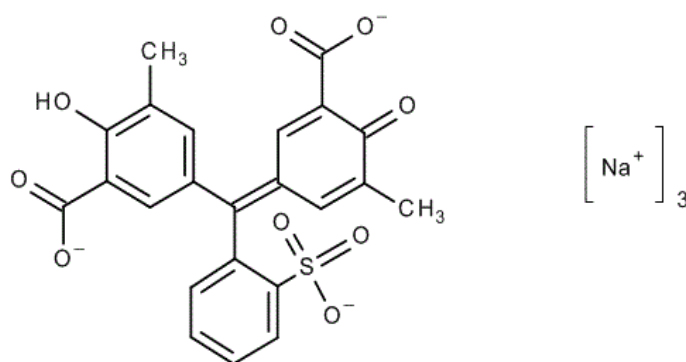
[99,108]. რძის პროლექტებში რკინის(III)-ის მიკრორაოდენობების განსაზღვრა დამყარებულია მის მიერ ინტენსიური შეფერილობის კომპლექსის წარმოქმნაზე $\text{pH}=1,5-2,5$ [109]. კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა $\epsilon=1920$ შეიმჩნევა 490 ნმ ტალღის სიგრძეზე.

სპექტროსკოპული მეთოდით შესწავლილი იქნა რკინის(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა დესფერიოქსამინთან [110]. რკინა(III) $\text{pH}=4,5-8$ დროს წარმოქმნის კომპლექსურ ნაერთს კომპონენტთა თანაფარდობით 1:2, როცა $\lambda = 293$ ნმ, $\epsilon = 5,58 \cdot 10^4$.

ჰიდროკრეკინგის შედეგად გაწმენდილ ცხიმში რკინის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრისთვის შემოთავაზებული იყო ორი მგრძნობიარე მეთოდი [111]. 1,10-ფენანტროლინის გამოყენებისას ბერის კანონისადმი დაქვემდებარება შეინიშნება, როცა Fe(II) -ის კონცენტრაციაა 0,06-2,00 მგ/ლ, თიოციონატის გამოყენებისას როდესაც Fe(III) -ის კონცენტრაცია გოლია 0-8,00 მგ/ლ. მეთოდის სისწორე შემოწმებული იქნა ატომურ-აბსორბციული ანალიზით.

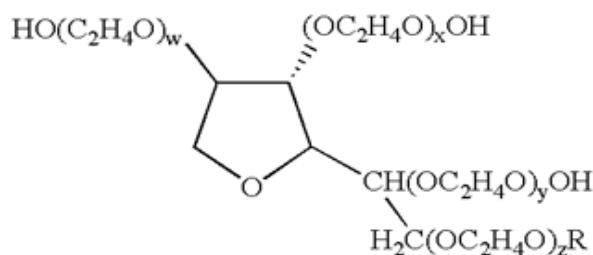
1.7. რკინის განსაზღვრის ფოტომეტრული მეთოდები ხილისა და ბოსტნეულის ნიმუშებში

შესწავლილი იქნა რკინა(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა ერიოქრომციანინ R-თან სპექტროსკოპული მეთოდით და დამუშავდა განსაზღვრის ექსტრაქციულ-ფოტომეტრული მეთოდი [112]. შეფერილი კომპლექსის, შედგენილობით Fe(III): ერიოქრომციანინ R-1:2-თან მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა შეიმჩნევა pH=4,5-6,5 და ტალღის სიგრძეზე $\lambda=560$ ნმ. ჩაის ნიმუშებში რკინა(III)-ის მიკრორაოდენობების განსაზღვრისთვის გამოყენებული იქნა რეაქცია R სოლოქრომციანინთან Tween-80-ის თანაობისას [113]. იისფრად შეფერილი კომპლექსის მაქსიმალური სინათლის შთანთქმა $\varepsilon=4,70 \cdot 10^4$ შეიმჩნევა 550 ნმ ტალღის სიგრძეზე.



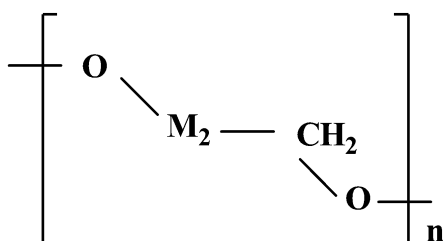
ერიოქრომციანინ R

შემოთავაზებული იქნა Fe(III)-ის განსაზღვრის ახალი სპექტროფოტომეტრული მეთოდი რეაგენტის როლში α -[(4-ამინოანტიპირინ)-აზო]- β -ნაფტილჰიდროქსილით [114]. კომპლექსის შედგენილობა Fe:R=1:2, ოპტიმალური pH=1,5-3,0; შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტი $6,72 \times 10^4$, ($\lambda_{\text{ოპ}}$ - 300 ნმ). მაგრალეირებელ გრაფიკზე დაქვემდებარების ინტერვალი Fe $\leq 0,44$ მკგ/მლ. აღნიშნული მეთოდიკა გამოყენებული იყო წყალში და ჩაიში Fe(III)-ის განსაზღვრისთვის.



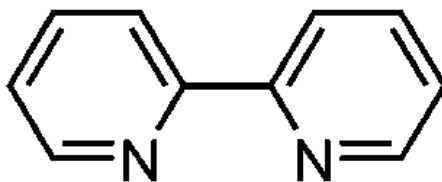
Tween-80

ასევე შემოთავაზებული იქნა მყარ ფაზაში, აღსორბენტის როლში სილიკოგელურიპოლიეთილენგლიკოლის (პეგ) გამოყენებით, Fe(II)-ის



პოლიეთილენგლიკოლი

განსაზღვრის პროცედურა მყარ ფაზაში. ეს მეთოდი დამყარებულია Fe (II)-ის განსაზღვრაზე კომპლექსის სახით, 2,2'-დიპირიდინთან აღსორბენტზე-

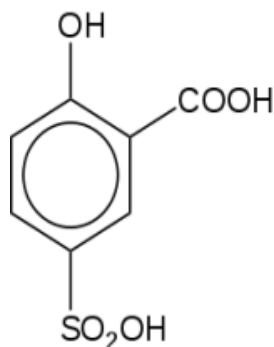


2,2'-დიპირიდინი

სილიკაგელი - პეგ. კომპლექსი გახსნილია 1,0 მოლი/ლ H_2SO_4 -ის ხსნარში და მისი აღსორბციული უნარი შეიმჩნევა 518 ნმ ტალღის სიგრძისას. შესწავლილია ზოგიერთი პარამეტრი, მაგ.: pH, რეაგენტის, გამხსნელის, აღსორბენტის რაოდენობა, იონების გავლენა. გრაფიკის სწორხაზოვნება შეინიშნება Fe(II)=1-60 ნგ/მლ. ეს მეთოდი გამოიყენება Fe(II)-ის განსაზღვრისთვის წყალში, პოლივიტამინურ კაფსულებში და ისპანახის ნიმუშებში [115].

სულფოსალიცილმჟავა და Fe(II) ხსნარში წარმოქმნის იისფერ -მოწითალო კომპლექსს. pH - ის მნიშვნელობა შეადგენს 2,00-3,00. საშუალომჟავა გარემოში

ვიტამინი „C“-ს შემცირებას მიყვავართ Fe(III)-ის Fe(II)-ად გარდაქმნამდე, იმისათვის, რომ შევამციროთ სისტემის Fe(III)-ს ულფოსალიცილური აბსორბცია.

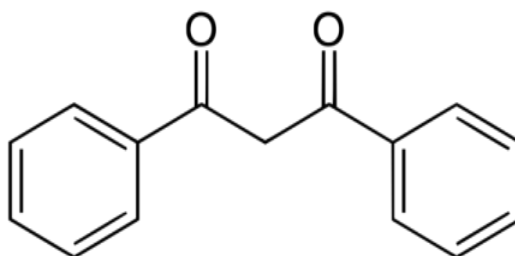


სულფოსალიცილმჟავა

Fe(III)-სულფოსალიცილური სისტემის აბსორბციული უნარი ვიტამინ „C“-ს რაოდენობის პროპორციულია. შესწავლილია სხვადასხვა პარამეტრების გავლენა აბსორბციაზე. ოპტიმალურ პირობებში განსაზღვრის სწორხაზოვნება შეადგენს $2,0 \cdot 10^{-6}$ და $1,2 \cdot 10^{-4}$ მოლი/ლ და აღმოჩენის ზღვარი $1,46 \cdot 10^{-6}$ მოლი/ლ. მეთოდი მარტივი, ზუსტი და მგრძნობიარეა და წარმატებით გამოიყენება ხილის წვევნებში და ბოსტნეულის ნიმუშებში ვიტამინ „C“-ს განსაზღვრისთვის [116].

1.8. რკინის განსაზღვრის ფოტომეტრული მეთოდები მყარი მარილების ნიმუშებში

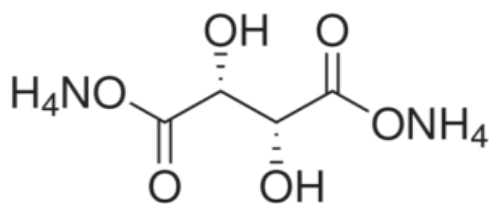
დიბენზოილმეთანის შერეულიგანდიანი კომპლექსების საფუძველზე შემოთავაზებული იქნა რკინა(III)-ის განსაზღვრის მეთოდები როთულ, სხვადასხვა ობიექტებში [117]. რკინა(III)



დიბენზოილმეთანი

დიბენზოილმეთანთან გრი-პარა-ოქტილფოსფინ-ოქსიდის თანაობისას წარმოქმნის შერეულიგანდიან კომპლექსს კომპონენტების თანაფარდობით 1:1:2 [117]. შემოთავაზებული იქნა რკინის(III)-ის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის მეთოდი ორთო-ჰიდროქსიჟინონფტალეინით მემბრანული ფილტრით კონცენტრირების შემდეგ, $\text{pH}=4$ -ზე [118]. $\text{Fe(III):R}=1:2$ შედგენილობის კომპლექსის მაქსიმალური შუქშთანთქმა $\varepsilon = 1,18 \cdot 10^5$, შეინიშნება 510 ნმ ტალღის სიგრძეზე. დაგრაღიერებული გრაფიკი სწორხაზოვანია Fe(III) -ის 0-2,5 მკგ/მლ კონცენტრაციის ინტერვალში. მეთოდის გამოყენება შესაძლებელია რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის ისეთ რთულ ობიექტებში, რომელთა შედგენილობაში შედის: Al, Mg, Ca, Cu და Zn.

ნანოსტრუქტურულ მასალებში რკინა(III)-ის განსასაზღვრავად ნიშუშს ხსნიან გოგირდმჟავასა და ამონიუმის სულფატში, ხოლო ამის შემდეგ ამონიუმის ტარტრატით ტიტანის იონის შენიღბვით საზღვრავენ



ამონიუმის ტარტრატი

1,10-ფენანტროლინით მმარმჟავას გარემოში. შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტი $4,7 \cdot 10^4$. გრაღიერებულ გრაფიკზე დაქვემდებარების ინტერვალი 0-100 მკგ/მლ.

შესწავლილი იქნა რკინა(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა ბის-(2,3,4-გრიჰიდროქსიფენილაზო)ბენზიდინთან გრიფენილგუანიდინის და დიფენილგუანიდინის თანაობისას. დადგენილ იქნა ბინარული და შერეულიგანდიანი კომპლექსების წარმოქმნის ოპტიმალური პირობები. მომზადდა რკინის განსაზღვრის მეთოდიკა თუთია შემცველ გარემოში.

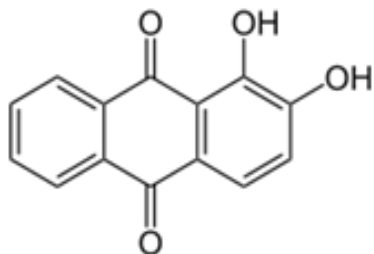
ჰეტეროციკლურ ამინებთან და სალიცილის მჟავასთან რკინა(3+)-ის კომპლექსური ნაერთები გამოკვლეულია სპექტროფოტომეტრული, იწ-სპექტროსკოპიის, რენტგენოგრაფიული, თერმოგრაფიმეტრული და ქიმიური ანალიზის მეთოდებით [119]. დადგენილია კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური

პირობები, ფიზიკურ-ქიმიური და ანალიზური თვისებები. რკინის განსაზღვრის დაბუთებული მოცემული მეთოდიკა გამოიყენება ამ ლითონის განსასაზღვრავად სხვადასხვა ობიექტში.

სპექტროფოტომეტრული მეთოდით განსაზღვრულია მკაფა გარემოში Fe(II)-ისა და Fe(III)-ის კვალი ორთო - ფენანტროლინით. კვლევის შედეგები გვიჩვენებს, რომ ლამბერტ-ბერის კანონი რკინისთვის დაცულია 0 - 5 მგ/მლ ინტერვალში, შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტი კი $1,1 \cdot 10^4$ ლ/მოლი.სმ. ფარდობითი სტანდარტული ცდომილებაა 2,82% და 2,68%. ეს მეთოდი სწრაფი, მგრძნობიარე, მარტივი და ზუსტია. Fe(II)-ისა და Fe(III)-ის კვალის განსაზღვრის შედეგები მყარი მარილების ნიმუშებში საკმაოდ წარმატებულია [120].

1.9. რკინის განსაზღვრის ფოტომეტრული მეთოდები სისხლში ნიმუშებში

დადგენილი იქნა, რომ როცა pH=3,6 პროტეინი არ წარმოქმნის შერეულიგანდიან კომპლექსს Fe(3+)-სა და ალიზარინთან [78], მაშინ



ალიზარინი (1,2-დიჰიდროქსიანტრაქინონი)

მაქსიმალური სინათლის შთანთქმვაა $\lambda=567$ ნმ. შესწავლილია კომპლექსწარმოქმნაზე სხვადასხვა ფაქტორების ზეგავლენა. ოპტიმალურ პირობებში გრადუირებული გრაფიკი სწორხაზოვანია 0-200 მგ/გ ინტერვალში. შთანთქმის მოლური კოეფიციენტი გოლია $1,6 \cdot 10^5$. მეთოდი გამოიყენება სისხლში პროტეინის განსასაზღვრავად.

ლიტერატურის მონაცემების ანალიზი

ლიგერატურული მონაცემების ანალიზი გვიჩვენებს, რომ ცნობილია რკინა(III)-ის სპექტროფოტომეტრული განსაზღვრის საკმაოდ დიდი რაოდენობა მეთოდებისა ბუნებრივ და სამრეწველო ობიექტებში უკვე ცნობილი და ახალი სინთეზირებული რეაქტივების გამოყენებით, მათ შორის მათი შერეულიგანდებიანი კომპლექსებითაც.

შემოთავაზებული რეაქტივები რკინა(III)-თან წარმოქმნიან ინგენსიურად შეფერილ ბინარულ და შერეულიგანდებიან კომპლექსებს შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტით ინტერვალში $0,92 \cdot 10^3 - 1,8 \cdot 10^5$. რკინა(III)-ის განსაზღვრისთვის შემოთავაზებული მეთოდებიდან ყველაზე მგრძნობიარე მეთოდს წარმოადგენს შერეულიგანდებიანი კომპლექსის წარმოქმნის მეთოდიკა $1,10$ - ფენანტროლინთან ბრომკრემოლის ლურჯით ($\epsilon = 1,8 \cdot 10^5$). გარდა ამისა, მაღალი მგრძნობელობის მქონე მეთოდიკების სახით შეგვიძლია წარმოვადგინოთ რკინა(III) - ის ორთო - ჰიდროქსიქინინფტალეინთან ($\epsilon = 1,18 \cdot 10^5$), 2 - (5 - ბრომ - 2 - პირიდილაზო) - 5 - დიეთილამინოფენოლთან ($\epsilon = 7,6 \cdot 10^4$) [23], ჰიდროფობული ამინების - გლ, ლფგ და ტფგ - ის თანაობისას, 2,6-დითიოლ-4-ტრეცბუთილფენოლ ($\epsilon = (7,3-7,8) \cdot 10^4$) [45] და Tween-80-ის თანაობისას ($\epsilon = 6,3 \cdot 10^4$).

ლიგერატურის მონაცემების ანალიზი გვიჩვენებს, რომ რკინა(III) - ის ფოტომეტრიული განსაზღვრის მარტივი და ექსპრესიული მეთოდიკების დამუშავება, რომლებიც გამოირჩევიან მაღალი მგრძნობელობით, სელექციულობით, სიზუსტით და სხვა ქიმიურ - ანალიზური თვისებებით, წარმოადგენს ერთ-ერთ ყველაზე აქტუალურ ამოცანას ანალიზურ ქიმილაში. ვინაიდან შერეულიგანდებიანი კომპლექსების წარმოქმნას ჩვეულებრივ მიყვავართ განსაზღვრის სელექციურობის გაზრდასთან, ამიტომ სხვადასხვა კლასის მესამე კომპონენტების გამოყენებით რკინა(III) - ის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის შესაძლებელია დამუშავდეს მეთოდიკები მაღალი ანალიზური პარამეტრებით.

მეორეს მხრივ, ლიგერატურული მონაცემების ანალიზი გვიჩვენებს, რომ რკინის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის მნიშვნელოვანია რეაქტივები, რომლებიც დონორული ატომის როლში შეიცავენ ჟანგბადს და ამოცს, განსაკუთრებით ამონაერთები.

ყოველივე ზემოთთქმულის გათვალისწინებით, სადისერგაციო ნაშრომი ეძღვნება რკინა(III)-ის განსაზღვრის მაღალსელექციურ და მგრძნობიარე მეთოდის დაშუქებას ბუნებრივ და სამრეწველო ობიექტებში აბოწარმოებულებით შერეულიგანდებიანი კომპლექსების სახით.

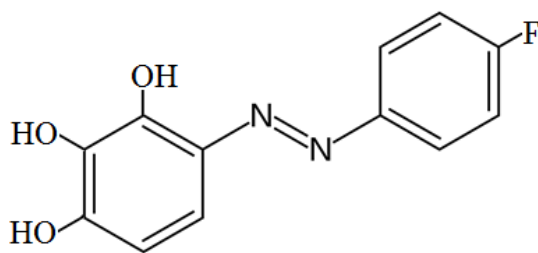
ექსპერიმენტული ნაწილი

**ხსნარები, აპარატურა, სინთეზი და
რეაგენტების იდენტიფიკაცია**

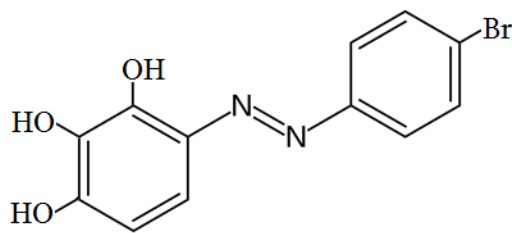
2.1. ხსნარებისა და რეაგენტების იდენტიფიკაცია

რკინა(III)-ის სტანდარტულ ხსნარს საწყისი კონცენტრაციით $1 \cdot 10^{-1} M$ ვამზადებდით მეგალური რკინის შესაბამისი წონაკის კონცენტრირებულ მარილმჟავაში ($HCl_{კონც}$) გახსნით, მეთოდის მიხედვით. მიღებული ხსნარების კონცენტრაციას ვადგენდით მეთოდის შესაბამისად. რკინა(III)-ის უფრო განზავებულ ხსნარებს კონცენტრაციით $-1 \cdot 10^{-3} M$ ვამზადებდით საწყისი ხსნარის განზავებით უშუალოდ გამოყენების წინ.

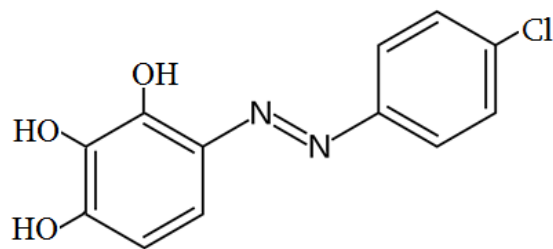
ექსპერიმენტისთვის, ნაშრომში გამოყენებული იყო პიროგალოლის საფუძველზე სინთეზირებული ექვსი რეაგენტი: 2,3,4-გრიოქსი-4'-ფგორამობენზოლი; 2,3,4-გრიოქსი-4'-ბრომამობენზოლი; 2,3,4-გრიოქსი-4'-ქლორამობენზოლი; 2,3,4-გრიოქსი-4'-იოდამობენზოლი; 2,3,4-გრიოქსი-4'-ამობენზოლი და 2,2',3,4'-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიგროამობენზოლი. აღნიშნული რეაგენტების პირობითი აღნიშვნები, ფორმულები, აღნაგობა და მოკლე დასახელება მოცემულია სურათი 1-ზე.



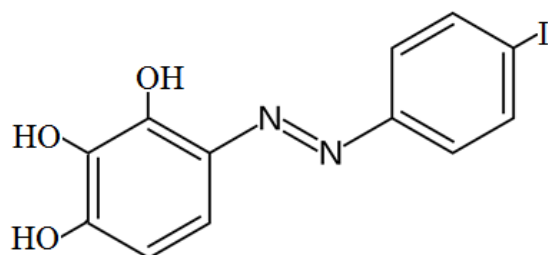
ა)



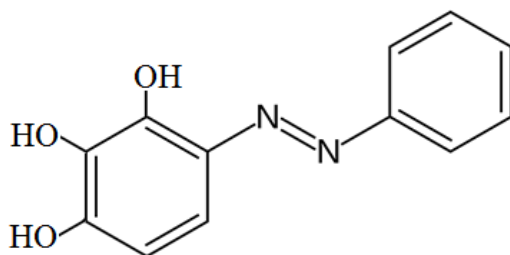
ბ)



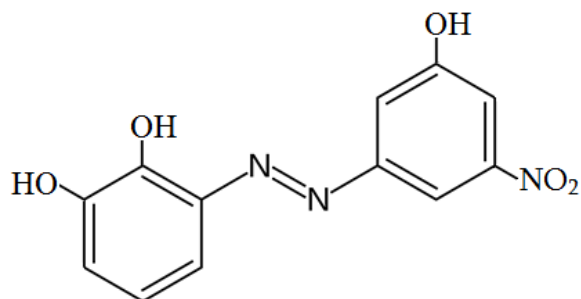
ბ)



დ)



ე)



ვ)

სურათი 1. ა) 2,3,4-ტრიოქსი-4'-ფტორაზობენზოლი; ბ) 2,3,4-ტრიოქსი-4'-ბრომაზობენზოლი; გ) 2,3,4-ტრიოქსი-4'-ქლორაზობენზოლი; დ) 2,3,4-ტრიოქსი-4'-იოდაზობენზოლი; ე) 2,3,4-ტრიოქსი-4'-აზობენზოლი; ვ) 2,2',3,4'-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიტროაზობენზოლი

რეაგენტების $1 \cdot 10^{-3} M$ კონცენტრაციის ხსნარებს ვამზადებდით ზუსტად აწონილი წონაკითხითი სპირტში.

მესამე კომპონენტად ვიყენებდით ჰიდროფობური ამინების ხსნარებს – ლიანტიპირილმეთანი (დამ), ლიანტიპირილპროპილმეთანი (დაპმ), ლიანტიპირილფენილმეთანი (დაფმ), ფენანტროლინი (ფენ), α, α' -დიპირილინი (α, α' -დპ), ლიფენილგუანიდინი (ლფგ), ტრიფენილგუანიდინი (ტფგ), პაპავერინი (პაპ), ლიბაზოლი(ლიბ), უროტროპინი(ურ)სურათი 2., რომლებსაც ვამზადებდით მათი შესაბამისი წონაკების ეთანოლისა და ეთანოლ-წყალის (7:3)ნარეგებში გახსნით.

ყველა გამოყენებული პრეპარატი იყო „ქ.ს“ ან „ს.ა“ კვალიფიკაციის. საჭირო მჟავიანობის შესაქმნელად ვიყენებდით ამიაკო-აცეტატურ ბუფერულ ხსნარებს (pH 3-11), HCl (pH 0-2) და NaOH (pH 12-14). ამიაკო- აცეტატურბუფერულ ხსნარებს ვამზადებდით 0.1 M კონცენტრაციის CH_3COOH და NH_3OH ხსნარების გამოყენებით. CH_3COOH და NH_3OH 0.1 M კონცენტრაციის საჭირო ხსნარებს ვამზადებდით შესაბამისი მზა, გასაყიდი ძმარმჟავასა (98%) და ამიაკის (25%) ხსნარებიდან. მარილმჟავას – HCl ვამზადებდით ფიქსონალით. ნატრიუმის ტუტის – NaOH ხსნარს ვამზადებდით მისი კონცენტრირებული ხსნარიდან, რომელსაც წინასწარ ვათავისუფლებდით კარბონატებისგან ბარიუმის ქლორიდის – BaCl_2 დახმარებით.

2.2. კვლევის მეთოდებში გამოყენებული აპარატურა

ხსნარების შექმნა და შენახვა ხდებოდა ვიზუალური სპექტროფოტომეტრით „Lambda - 40“ (Perkin Elmer) ფირმის) კომპიუტერული უზრუნველყოფით „Perkin Elmer“ და ფოტოელექტროკოლოტიმეტრზე KFK-21 სმ ფენის სისტემის კიუვეტებში.

ბმრსპექტრები გადაღებული იქნა ბრუკერის ფირმის სპექტროფოტომეტრზე „BRUKER - 300“ სიხშირეზე 300 (^1H) და 62.901 (^{13}C) ჰც დეიტერირებულ გამხსნელებში (D_2O , DMSO) და გეგრაჰეთილსილანის – TMC შიდა სტანდარტით.

ხსნარების pH-ის მნიშვნელობების კონტროლს ვახდენდით მინის ელექტროდიანი „H-130“ მარკის pH - მეტრის საშუალებით.

ხსნარების სვედრით ელგამტარობას ვზომავდით „KЭЛ-1M2“ ტიპის კონდუქტომეტრზე.

2.3. რეაგენტების სინთეზი

რეაგენტები სინთეზირებული იყო ცნობილი მეთოდის [121] მიხედვით. პიროგალოლის ამონაერთების მიღების დასაშვები მეთოდის ერთ-ერთი მნიშვნელოვანი ეტაპი იყო სუფთა პიროგალოლის მიღება. პიროგალოლი ფართოდ გამოიყენება ქიმიურ მრეწველობაში საღებრების სინთეზისთვის, მაგრამ ქიმიურად სუფთა სახით მისი წარმოება არ ხდება. ამიტომ საჭირო გახდა პიროგალოლის წინასწარი გასუფთავება, რომელსაც ვახდენდით შემდეგნაირად: ქრომატოგრაფულ სვეტს მჭიდროდ ვავსებდით პიროგალოლით, ხოლო სვეტში ზემოდან ნელ-ნელა შეგვყავდა 0.01 ან 0.001 M-ის მარილმჟავა ან გოგირდმჟავა, მათ გარემოში პიროგალოლის შემცველი მჟანგავი და სხვა, გვერდითი პროდუქტები უფრო ადვილად იხსნება, ვიდრე თვითონ პიროგალოლი. პიროგალოლის დამაბინძურებელი პროდუქტები ჩამოედინებოდა სვეტიდან, ხოლო სუფთათვითი ფერის პიროგალოლი რჩებოდა სვეტში. პიროგალოლის სისუფთავის ხარისხის შემოწმებას ვახდენდით ქრომატოგრაფული მეთოდებით და ლღობის ტემპერატურით.

ამორეაგენტების სინთეზი მიმდინარეობდა ორი ეტაპად:

პირველი ეტაპი - ამინების დიაზოტირება: ანილინი; H-F ანილინი; H-Cl ანილინი; H-Br ანილინი; H-I ანილინი; H-NO₂ ანილინი. დიაზოტირების პროცესში ხსნარს უნდაქონოდა მჟავა რეაქცია, რადგან pH-ის მაღალი მნიშვნელობისას წონასწორობა:



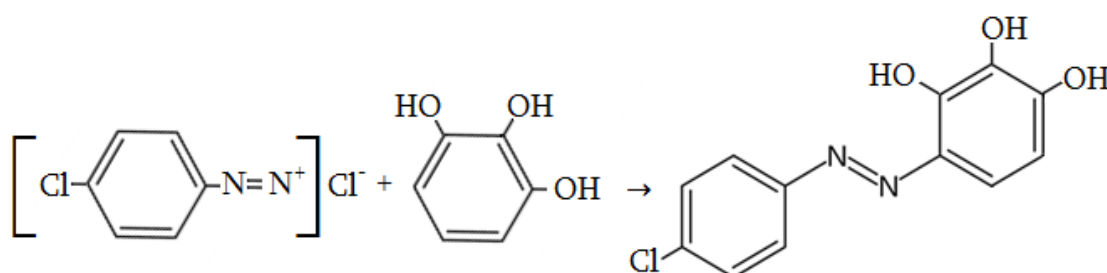
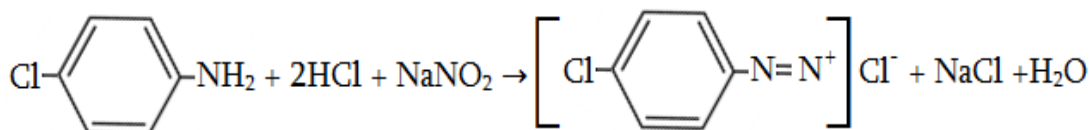
გადაინაცვლებს თავისუფალი ფუძის მხარეს, რომლებიც გაცილებით უფრო ძნელად იხსნება წყალში და ამ დროს დიაზოტირებული ფორმის აგენტების რეაქციის უნარიანობა გადადის არააქტიურ ფორმაში [122].

მეორე ეტაპი - ამოშეუღებების მეორე ეტაპზე დიაზონაერთები რეაქციაში შედიან პიროგალოლთან. ამოშეუღებების რეაქციის ჩატარების პირობები მნიშვნელოვნადაა დამოკიდებული ამონაერთების აღნაგობაზე [119].

2.3.1. 2,3,4-ტეტრაოქსი-5'-ქლორაზობენზოლის

სინთეზი

H-Cl ანილინის დიაზოტირების და 2,3,4-ტეგრაოქსი-5'-ქლორაზო-ბენზოლის მიღების რეაქცია შეგვიძლია გამოვსახოთ შემდეგი განტოლებით:



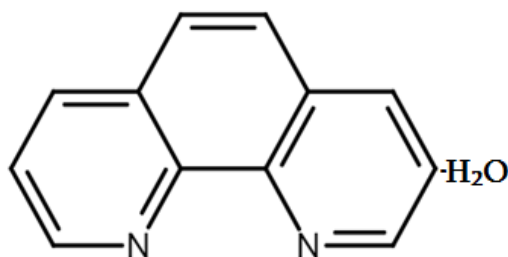
H-Cl ანილინის დიაზოტირებისთვის ჭიქაში ხსნიან 0,05 მოლ H-Cl ანილინს 2 მლ წყლის და 15 მლ კონცენტრირებული მარილმჟავას ნარევეში. მიღებულ ნარევს აცივენ 0°C -ზე, თანდათანობით უმატებენ 30 გ წვრილად გაფხვიერებულ ყინულს ინტესიური მორევის პირობებში, წვრილკრისტალური მარილმჟავა ამინის მისაღებად.

გაცივებულ ნარევს საწვეთურიანი ძაბრიდან თანდათან, წვეთ-წვეთობით ენერგიული მორევის პირობებში, უმატებენ 0-5°C-მდე გაცივებულ 10 მლ 0,05 მოლ ნაგრიუმის ნიგრაგის წყალხსნარს. სარეაქციო ნარევის ტემპერატურა არ უნდა აღემატებოდეს 2°C - ს. ამავდროულად, ყურადღება უნდა მიექცეს, რომ ხსნარის გარემო მუდმივად იყოს მჟავა. დიაზოტირების რეაქციის დამთავრებას აკონტროლებენ სახამებლიანი ქაღალდით. ამისთვის სარეაქციო ნარევის წვეთი დააქვთ სახამებლიან ქაღალდზე. ქაღალდზე ლურჯი ლაქის წარმოიქმნა მიანიშნებს დიაზოტირების რეაქციის დასრულებას. დიაზოტირების რეაქცია მიმდინარეობს 10-15 წუთის განმავლობაში. ამოშუქლებამდე დიაზონაერთის ხსნარიდან მოაცილებენ ნიგრაგის ჭარბ რაოდენობას, რისთვისაც მუდმივი მორევის პირობებში, ხსნარს მცირე ულუფებით უმატებენ მშრალ შარღოვანას.

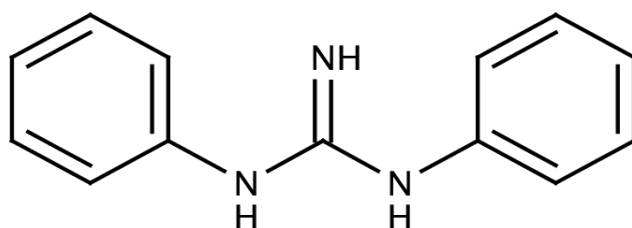
ამოშუღლების ჩასაგარებლად 0,05 მოლ პიროგოლოლს ხსნიან 50 მლ წყალში და ხსნარის pH დაყავს 3-მდე. შემდეგ 0°C -მდე გაცივებულ ხსნარს წვეთ-წვეთობით, მუდმივი მორევის პირობებში უმაგებენ დიამონარევს 30-40 წუთის განმავლობაში. ნარევს ასევეუმაგებენ 1 გ სოდას. სარეჟციო ნარევის ტემპერატურა არ უნდა აღემატებოდეს 5°C -ს. სარეჟციო ნარევის ხსნარისგარემოს აკონტროლებენ უნივერსალური ინდიკატორის საშუალებით. ამოშუღლების შემდეგ სარეჟციო ნარევს ურევენ 1,5-2 სთ-ის განმავლობაში და შემდეგ უმაგებენ 10 მლ კონცენტრირებულ HCl-ს. გამოყოფილ შეფერილ მონოსალეზარს ფილტრავენ ბიუხნერის ძაბრით. ნალექს ფიგრაგზე გამოწვლილავენ, ჩარეცხავენ ცივი დისტილირებული წყლით, ფილტრატს ამორებენ, გადააკრისტალებენ წყლიდან და ბოლოს ამრობენ ჰაერზე. გამოსავლიანობა შეადგენს 66,5%-ს.

ანოლოგიურად იქნა სინთეზირებული რეაგენტები:
 2,3,4-გრიოქსიო-5'ფტორამობენზოლი (გამოსავალი 65,6%);
 2,3,4-გრიოქსი-5'ბრომამობენზოლი (გამოსავალი 65,6%); 2,3,4-გრიოქსი-5'იოდამობენზოლი (გამოსავალი 65,6%) და 2,3,4-ტეგრაოქსი-5'ნიგროამობენზოლი (გამოსავალი 65,8%) სურათი 1.

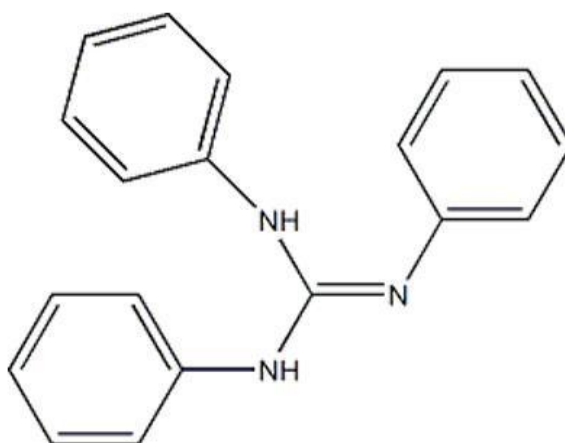
მესამე კომპონენტებად გამოყენებული ნაერთების სტრუქტურული ფორმულები და მოკლე, საფარაუდო დასახელებები მოყვანილია ქვემოთ, სურათი 2.



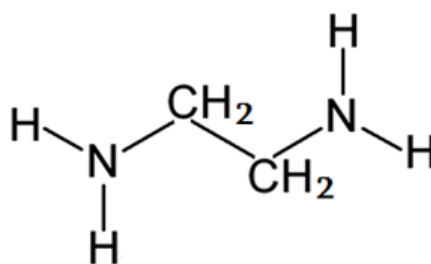
ა) ფენანტროლინი (ფენ)



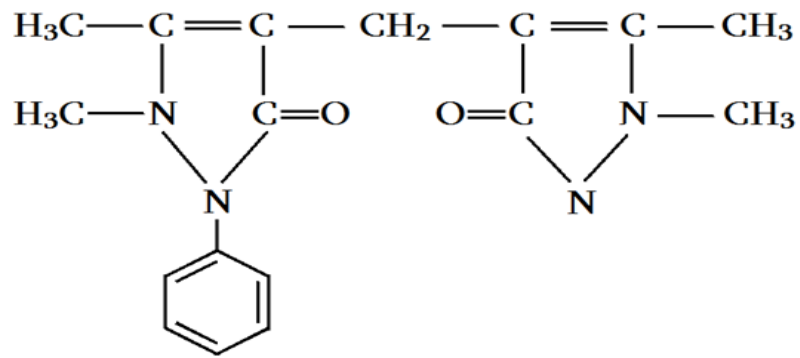
ბ) დიფენილგუანიდინი (დფგ)



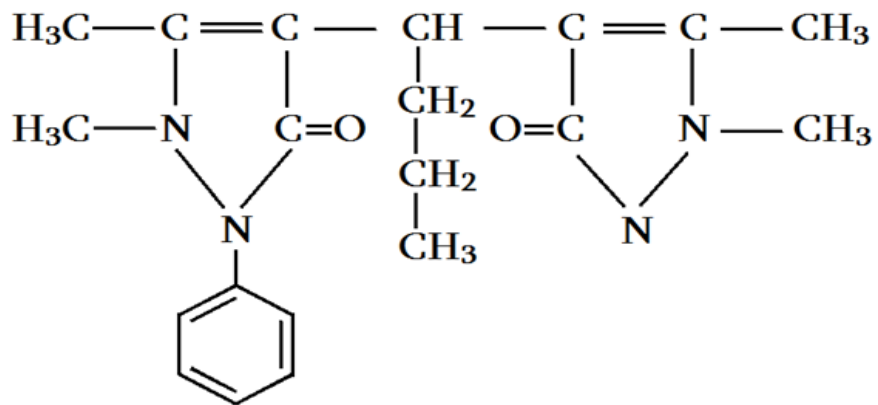
გ) ტრიფენილგუანიდინი (ტფგ)



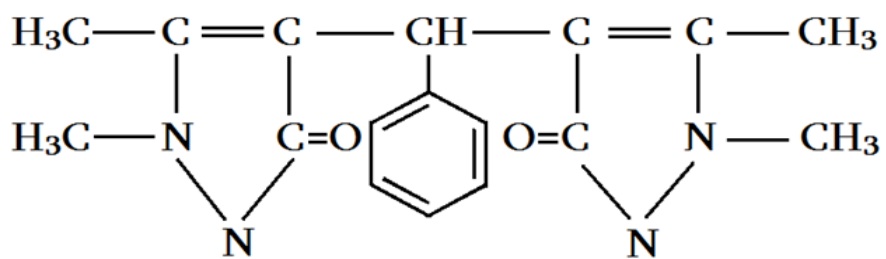
დ) ეთილენდიამინი (ედ)



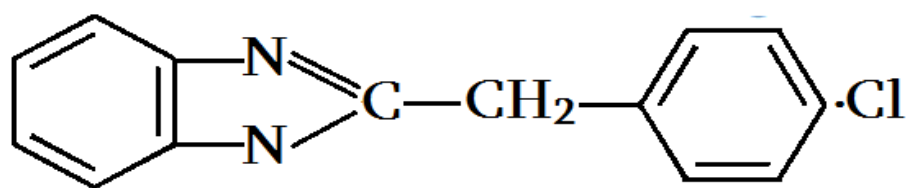
ე) დიანტიპირილმეთანი (დაბ)



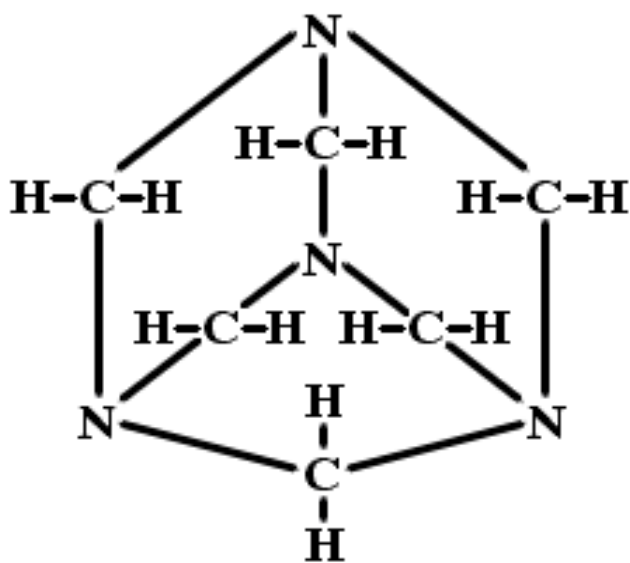
ვ) დიანტიპირილპროპილმეთანი (დაპპმ)



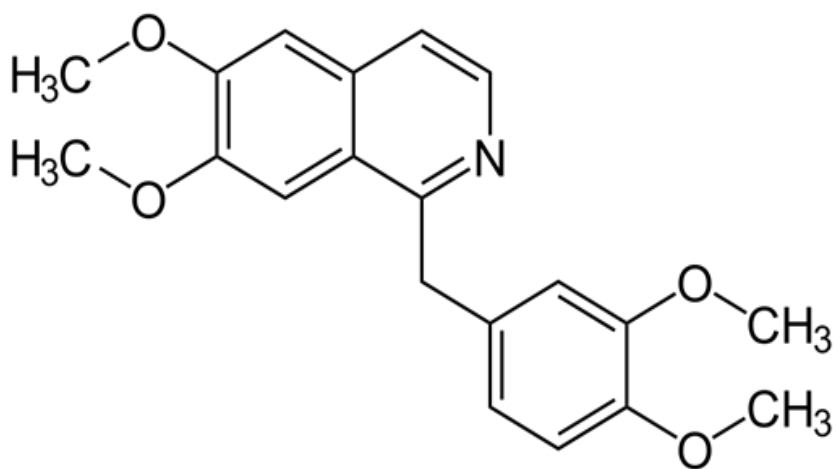
ზ) დიანტიპირილფენილმეთანი (დაფუმ)



თ) ღიბაზოლი(ღიბ)



ი) უროგროპინი(ურ)



კ) პაპავერინი(პაპ)

სურათი 2. ა) ფენანგროლინი (ფენ), ბ) დიფენილგუანიინი (დფგ),
გ) ტრიფენილგუანიდი (ტფგ), დ) ეთილენდიაზინი (ედ),
ე) დიანგიპირილმეთანი (დამ), ვ) დიანგიპირილპროპილმეთანი
(დაპპმ), ზ) დიანგიპირილფენილმეთანი (დაფმ), თ) დიბაზოლი
(დიბ), ი) უროგროპინი (ურ), კ) პაპავერინი (პაპ).

2.4. გამოყენებული რეაგენტების იდენტიფიკაცია

გამოყენებული რეაგენტების იდენტიფიკაცია ჩატარებულ იქნა ბმრდა იწ სპექტრებისა და მათი ელემენტური ანალიზის შედეგების მიხედვით.

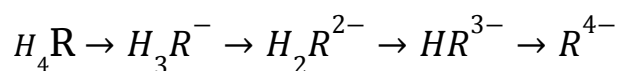
გასუფთავების პროცესში ნივთიერებების სისუფთავის ხარისხის კონტროლს ვახდენდით მათი შუქშთანთქმის სპექტრებით. ამისათვის ყოველი გასუფთავების (კრისტალიზაციის) შემდეგ, ვამზადებდით რეაგენტების განსაზღვრული კონცენტრაციების ხსნარებს, ვიღებდით მათ შუქშთანთქმის სპექტრებს და ვითვლიდით შუქშთანთქმის მოლარულ კოეფიციენტებს მაქსიმალური შუქშთანთქმის ტალღის სიგრძეზე.

2.4.1. სინთეზირებული რეაგენტების შუქშთანთქმის სპექტრები

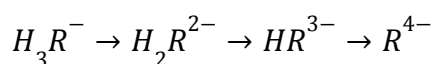
სინთეზირებული რეაგენტების სისუფთავის კონტროლირებისთვის შესწავლილი იქნა მათი შუქშთანთქმის სპექტრები ტალღის სიგრძის ფართო დიაპაზონში ($\lambda=500-700$ ნმ) და სხვადასხვა pH გარემოში. ამისათვის საზომ კოლებში მოცულობით 25 მლ, ვათავსებდით რეაგენტის ხსნარის განსაზღვრულ რაოდენობას, ჭდებდით ვაფსებდით შესაბამისი ბუფერული ხსნარით, $\text{pH}=0-14$ მნიშვნელობით და ტალღის სიგრძეზე დამოკიდებულებით, ვზომავდით ოპტიკურ სიმკვრივეს 1-1 სმ ფენის სისქისას. მიღებული შედეგები მოცემულია ცხრილში.

რეაგენტების შუქშთანთქმის სპექტრების შესწავლამ აჩვენა, რომ რეაგენტები R_1-R_5 არის სამფუძიანი, ხოლო რეაგენტი R_6 ოთხფუძიანი მჟავა, და აქვთ pH ინდიკატორების თვისებები (იქცევიან, როგორც pH ინდიკატორები). ამიტომ გარემოს სხვადასხვა მჟავიანობის დროს, შთანთქმის სპექტრები სხვადასხვაა და ხსნარში ისინი სხვადასხვა ფორმით (პროტონირებული, მოლეკულური ან იონური ფორმით) არსებობენ. მიღებული შედეგებისა და ფორმულების მიხედვით შეიძლება ვივარაუდოთ, რომ pH გარემოზე

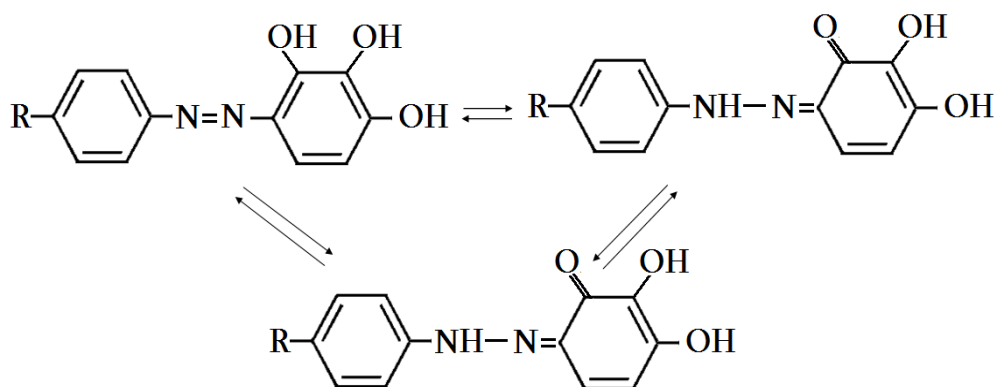
დამოკიდებულებით, R_6 ოთხფუძიანი მეკვა, ხსნარში შეიძლება იყოს ერთმოლეკულური (H_4R) და ოთხმოლეკულური (H_3R^- ; H_2R^{2-} ; HR^{3-} და R^{4-}) ფორმით. ეს რეაგენტები ძირითადად მოლეკულურ ფორმაში არიანდა შესაბამისად: H_4R - ისთვის $pH=0-4$; H_3R^- -ისთვის $pH = 4-6$; H_2R^{2-} -ისთვის $pH = 7$; HR^{3-} -ისთვის $pH = 8-9$ და R^{4-} -ისთვის $pH = 10-14$. ამიტომ R_6 რეაგენტის მოლეკულური და იონური ფორმების გადასვლა pH გარემოზე დამოკიდებულებით შეიძლება გამოვსახოთ შემდეგი ფორმულებით:



გამოკვლევების შედეგად გამოქვეყნდა, რომ სამფუძიანი რეაგენტები pH გარემოზე დამოკიდებულებით არსებობენ ოთხი ფორმით. როგორც სურათი 3-დან ჩანს რეაგენტი, როდესაც pH -ის მნიშვნელობა 7-ზე ნაკლებია, მოლეკულურ ფორმაშია, როდესაც pH -ის მნიშვნელობა 7-ზე მეტია მოლეკულურ და იონურ ფორმაში, ხოლო როდესაც pH -ის მნიშვნელობა 9,5-ზე მეტია, მაშინ მთლიანად იონურ ფორმაშია. მოლეკულური და იონური ფორმიდან გადასვლა შეიძლება გამოვსახოთ შემდეგი ფორმულებით:



ჩვენს მიერ დადგენილ იქნა, რომ პიროგალოლის საფუძველზე მიღებული რეაგენტების შუქშთანთქმის სპექტრში შეინიშნება ორი მაქსიმუმი. ლიგერაგურულ მონაცემებზე დაყრდნობით [123,124] შეიძლება ითქვას, რომ ეს მაქსიმუმები ახასიათებენ რეაგენტის გაუტომერული ფორმის მაქსიმალურ შუქშთანთქმას. ცნობილია, რომ პიროგალოლის საფუძველზე მიღებული ნაერთები [125] ხსნარებში არსებობენ ორი გაუტომერული აზო- და ქინონჰიდრაზონული ფორმით. მაქსიმალური შუქშთანთქმაგაღლის სიგრძის მცირე მნიშვნელობებისას (200-325) ახასიათებს ქინონჰიდრაზონულ ფორმებს, ხოლო გაღლის სიგრძის მაღალიმნიშვნელობები (325 - 400) აზო- ფორმებს.



იმისათვის, რომ განვსაზღვროთ რომელ ფორმაშია რეაქტივი, pH-ზე დამოკიდებულებით, აგებული იქნა განაწილების დიაგრამა. ამ რეაქტივების განაწილების დიაგრამის ასაგებად გამოყენებულ იქნა შემდეგი ფორმულები:

$$\alpha_{H_3R} = \frac{[H^+]^3}{[H^+]^3 + K_{H_3R}[H^+]^2 + K_{H_3R}K_{H_2R^-}[H^+] + K_{H_3R}K_{H_2R^-}K_{HR^{2-}}}$$

$$\alpha_{H_2R^-} = \frac{K_{H_3R}[H^+]^2}{[H^+]^3 + K_{H_3R}[H^+]^2 + K_{H_3R}K_{H_2R^-}[H^+] + K_{H_3R}K_{H_2R^-}K_{HR^{2-}}}$$

$$\alpha_{HR^{2-}} = \frac{K_{H_3R}K_{H_2R^-}[H^+]}{[H^+]^3 + K_{H_3R}[H^+]^2 + K_{H_3R}K_{H_2R^-}[H^+] + K_{H_3R}K_{H_2R^-}K_{HR^{2-}}}$$

$$\alpha_{R^{3-}} = \frac{K_{H_3R}K_{H_2R^-}K_{HR^{2-}}}{[H^+]^3 + K_{H_3R}[H^+]^2 + K_{H_3R}K_{H_2R^-}[H^+] + K_{H_3R}K_{H_2R^-}K_{HR^{2-}}}$$

2.4.2. სინთეზირებული ნაერთების დისოციაციის მუდმივას განსაზღვრა

რეაქტივების პროტოლიტური თვისებების შესწავლისთვის განსაზღვრული იყო ათი ლისოციაციის მუდმივა. ამისათვის გამოყენებული იყო pH-მეტრული ტიტრირების მეთოდი. ყველა რეაქტივი და იონი გახსნილი იქნა ნარევეში წყალი-სპირტი. გამოყენებული წყალი-სპირტი ხსნარის პროცენტული კონცენტრაცია დადგენილი იქნა პიკნომეტრული მეთოდით და გოლია 70% - ის.

ხსნარის წყალი - სპირტი pH - ის გამოთვლას ვახდენდით ბეიტსის მიხედვით [124].

$$pH_{\text{ბს}} = pH - E_D^- + \lg x + \lg y = pH - \delta + \lg z$$

$$\delta = E_D^- + \lg z$$

X-შესწორება გარემოს ეფექტზე,

Y- შესწორება მარილოვან ეფექტზე.

pH-pH-მეტრის მაჩვენებელი

70% სპირტის შემცველობის შემთხვევაში სიდიდე δ -ს გრაფიკული მნიშვნელობა გოლია 0.23 - ის.

ყველა მჟავას, მარილის და ტუტის ხსნარებს ვამზადებდით წყალი-სპირტი გარემოში.

მჟავების $\lg K_{\text{დის.}}$ გამოთვლებს ვახდენდით შემდეგი განტოლებების გამოყენებით:

$$K_1 = \frac{[H^+][\alpha C_R + [H^+] - [OH^-]]}{(1-\alpha)C_R - [H^+] + [OH^-]}$$

$$K_2 = \frac{[H^+][(\alpha-1)C_R + [H^+] - [OH^-]]}{(2-\alpha)C_R - [H^+] + [OH^-]}$$

$$K_3 = \frac{[H^+][(\alpha-2)C_R + [H^+] - [OH^-]]}{(3-\alpha)C_R - [H^+] + [OH^-]}$$

სადაც, $[H^+]$ - წყალბად - იონის წონასწორული კოეფიციენტი;

$[OH^-]$ - ჰიდროქსიდ - იონის წონასწორული კოეფიციენტი;

C_R –რეაქტივის საერთო კონცენტრაციაა;

α – ნეიტრალიზაციის წერტილი.

ცხრილი 1. რეაგენტების დისოციაციის მუდმივების მნიშვნელობები

pK R	pK_1	pK_2	pK_3
R_1	7,38±0,03	8,22±0,05	9,42±0,02
R_2	7,08±0,02	7,96±0,03	9,21±0,02
R_3	7,44±0,05	8,42±0,04	9,63±0,03
R_4	7,50±0,04	8,48±0,03	9,67±0,05
R_5	7,54±0,02	8,51±0,05	9,70±0,03

2.4.3. რეაგენტების იწ სპექტრები

მიღებული რეაგენტების ილენტიფიკაციისთვის ვიყენებდით იწ სპექტროსკოპულ მეთოდს. სპექტრების ინტერპრეტაციისას ვეყრდნობოდით იმ ექსპერიმენტულ მონაცემებს, რომლებიც არსებობდა შთანთქმის გოლებსა და სტრუქტურას შორის.

საწყისი ნივთიერებებისა და რეაგენტების იწ სპექტრების შედარებითი შესწავლის შედეგად შეიძლება დავასკვნათ, რომ რეაგენტის სპექტრებში ყველა შემთხვევაში ჩნდება ახალი შთანთქმის გოლი 1520-1500 სმ^{-1} -ის გლერებში, რომლებიც შეიძლება მივაკუთვნოთ ამოჯგუფების (-N=N-) რხევით სიხშირეებს. ლიგერატურაშიცნობილია, რომ ამოჯგუფების რხევითი სიხშირეების დაკვირვება ხდება 1650–1400 სმ^{-1} ინტერვალში.

რეაგენტების სპექტრებში არის ფართო ინტენსიური შთანთქმის მოლები $3500-3450\text{ სმ}^{-1}$ და $1270-1220\text{ სმ}^{-1}$ ზღვრებში. პირველი მათგანი მიეკუთვნება ბენზოლის ბირთვის OH - ჯგუფების ვალენტურ, ხოლო მეორე დეფორმაციულ რხევებს. ლიგერატურის მონაცემებზე დაყრდნობით ეს მოლები შეიძლება მივაკუთვნოთ აღგზნებული წყალბადური ბმების OH-ჯგუფების რხევებს. 3400 სმ^{-1} -ზე მევით შთანთქმის მოლების არ არსებობა ბაღებს ეჭვს, რომ წყალბადურ ბმებში მონაწილეობს ყველა OH-ჯგუფი. თუმცა, რთულია თქმა როგორი წყალბადური ბმებია - მოლეკულურია თუ მოლეკულათშორისი.

არომატული ბირთვის არსებობას ადასტურებს შთანთქმის მოლები 3030 სმ^{-1} -ზე. გარდა ამისა, რეაგენტების სპექტრებში დაკვირვება შთანთქმის მოლები $1610-1595\text{ სმ}^{-1}$; $1510-1500\text{ სმ}^{-1}$; $764-734\text{ სმ}^{-1}$ და $714-700\text{ სმ}^{-1}$ ზღვარში, რომლებიც ასევე მიეკუთვნებიან ბენზოლის ბირთვის.

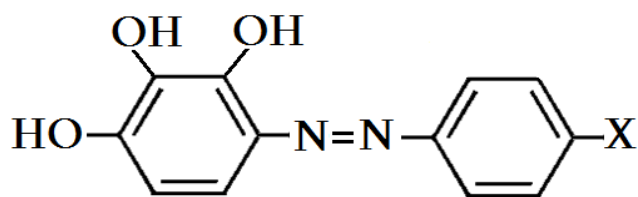
შთანთქმის მოლები $1350-1300\text{ სმ}^{-1}$ და $1160-1140\text{ სმ}^{-1}$ ზღვარში განპირობებულია C-NO_2 -ისა და $\text{-SO}_3\text{H}$ -ის რხევების შესაბამისად.

სტრუქტურულ-სიხშირული მიკუთვნების იწ სპექტროსკოპული მეთოდით შესწავლა კიდევ ერთხელ ადასტურებს მიღებული სინთეზირებული ნაერთების აღნაგობას.

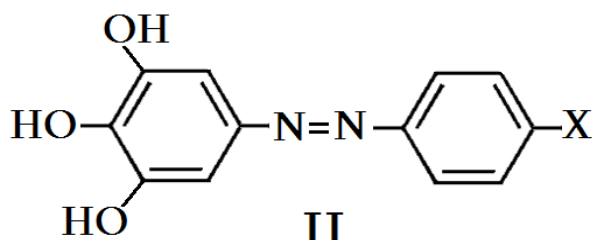
2.4.4. რეაგენტების ბმრ სპექტრები

რეაგენტების აღნაგობის დასადგენად მოცემულ შემთხვევაში ყველაზე სანდო აღმოჩნდა ბმრ - სპექტოსკოპული მეთოდი. სინთეზირებული რეაგენტების აღნაგობის დადგენის მიზნით გადავიღეთ მათი ^1H და ^{13}C ბმრ სპექტრები.

შესაძლებელია ორი სხვადასხვა შესაძლო სტრუქტურის განვიხილვა, რომლებიც პრინციპში შეიძლება წარმოიქმნას პიროგალოლისა და არომატული ანინების ამოშეუღლების რეაქციით.



I



II

სურათი 3. პიროგალოლისა და არომატული ანინების აზოშეუღლების რეაქციით. მიღებული რეაგენტის ორი შესაძლო სტრუქტურა

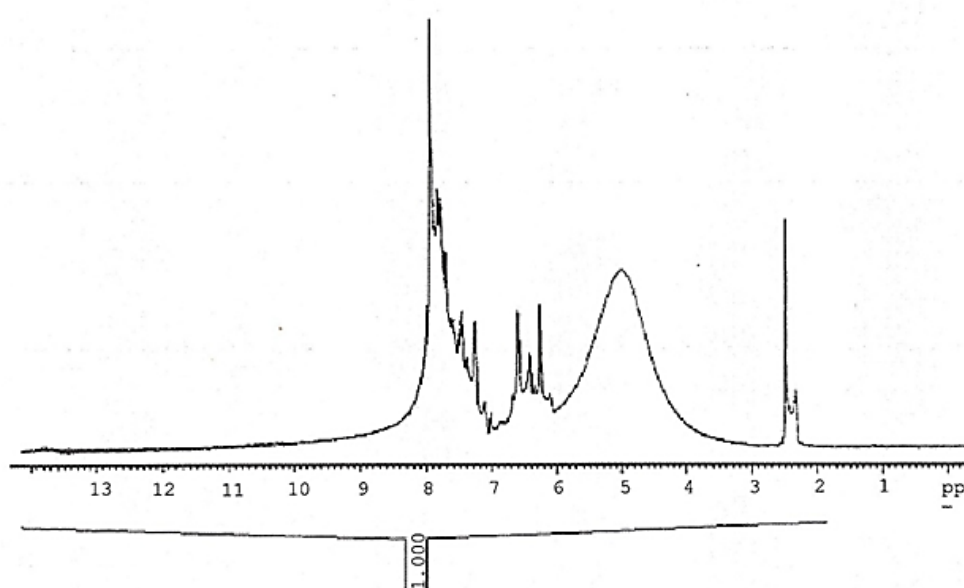
როგორც მოცემული I ფორმულებიდან ჩანს, პიროგალოლის ბენზოლის ბირთვში ჩაუნაცვლებელი პროტონებიერთმანეთისგან შედარებით განსხვავდებიან მდგომარეობით. I სტრუქტურის თანახმად, პროტონები ერთმანეთთან მიმართებაში პიროგალოლის ბენზოლის ბირთვში იმყოფებიან ორთო-მდგომარეობაში და სპექტრში შეიძლება ქონდეთ ორი დუბლეტური სიგნალი ინტეგრალური ინტენსივობების შეფარდებით 1 : 1 -თან, ხოლო სტრუქტურა II-ში პიროგალოლის ბენზოლის ბირთვის პროტონები ერთმანეთთან მიმართებაში მეტა-მდგომარეობაშია და სპექტრში შეიძლება ქონდეთ ორი დუბლეტური სიგნალი ინტეგრალური ინტენსივობების შეფარდებით 1 : 1 - თან. წარმოდგენილი სტრუქტურული ფორმები ერთმანეთისგან განსხვავდებიან აღნაგობით, შესაბამისად სავარაუდოა მეტალების იონებთან კომპლექსწარმოქმნის განსხვავებული, სხვადასხვა მექანიზმი.

რეაგენტების ბმრ სპექტრების ზუსტი ინტერპრეტაციისთვის გადაღებულ იქნა ^1H და ^{13}C ბმრ სპექტრები, სიხშირეზე 300 (^1H) და 62.901(^{13}C) ჰც დეიტერირებულ გამხსნელებში (D_2O , DMSO) და ტეტრაჰედილსილანის - TMC შიდა სტანდარტით.

ოთახის ტემპერატურაზე, გამხსნელისდმსო-ის ბმრ ^1H სპექტრშიდაიკვირვება ექვსი სიგნალი, რომელთა შორის ორი დუბლეტურია,

ხოლო ოთხი სინგლეტური. ორი დუბლეტი 6.1 და 6.7 ppm ინტეგრალური ინტენსივობის თანაფარდობით 1 : 1 მიეკუთვნება პიროგალოლის ფრაგმენტის პროტონს R_2 -ში. სინგლეტები 7.6 და 7.8 ppm ინტეგრალური ინტენსივობის თანაფარდობით 1 : 1 მიეკუთვნება ამინის ფრაგმენტის პროტონს R_2 -ში. ორისინგლეტი 4.6 და 11.2 ppm ინტეგრალური ინტენსივობის თანაფარდობით 4 : 1 მიეკუთვნებატრიოქსი ჯგუფის ფრაგმენტის R_2 -ში. 7.50 ppm(1HAr – F), 7.85 ppmმიეკუთვნება ბენზოლის ბირთვის პროტონს.

^{13}C სპექტრში პროტონის ფართოზოლიანი დათრგუნვა ვლინდება რეაგენტის ნახშირბადის ყველა ატომის სიგნალი, ასევე პიროგალოლისა და ამინების სიგნალები. ბმრ-ის მონაცემების მიხედვით, რომლებიც მიეკუთვნებიან R_2 რეაგენტს და პიროგალოლს ჩანს, რომ ^{13}C ბმრ-ის სიგნალები პასუხობენ პიროგალოლმინახშირბადის C_3 ($\delta^{13}\text{C}_3 = 103.3$ ppm) ბირთვს, ხოლო C_1 ($\delta^{13}\text{C}_1 = 103.3$ ppm) შეესაბამება R_3 რეაგენტის პიროგალოლის ფრაგმენტის ნახშირბადის ატომის ბირთვს, რომელიც იმყოფება სხვადასხვა, განსხვავებულ სიხშირულ დიაპაზონში. დაიკვირვება მნიშვნელოვანი გადანაცვლება ($\Delta\delta^{13}\text{C}_1 = 19,2$ ppm) სიგნალის სუსტ ველში, რომელიც მიეკუთვნება R_2 რეაგენტის პიროგალოლის ფრაგმენტის ნახშირბადის ატომის C_1 ბირთვს და პიროგალოლის ნახშირბადის ატომის C_3 ბირთვს. აქედან გამომდინარე, შეიძლება დავასკვნათ, რომ რეაგენტ R_2 - ს აქვს I-ის შესაბამისი აღნაგობა, სტრუქტურა.



სურათი 4. 2, 3, 4,-გრიჰიდროქსი-4-ფგორაზობენზოლის ბმრ სპექტრი (R) (H)

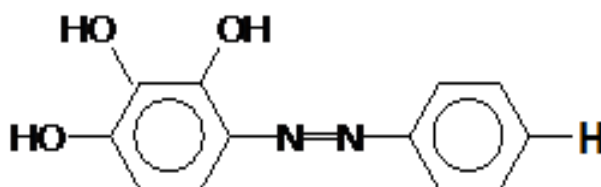
თავი 3. კვლევის შედეგები და მათი განსჯა

3.1. პიროგალოლის აზოწარმოებულებთან Fe(III)-ის კომპლექსნაერთების კვლევა

პარამეტრების მგძნობელობისა და შერჩევითობის გაზრდის მიზნით რეაგენტებიდან განსაკუთრებული ადგილი უკავია პიროგალოლის აზოწარმოებულებს. მათი გამოყენება საშუალებას იძლევა მოიძებნოს რკინის მიკრორაოდენობის აღმოჩენის კიდევ უფრო ქვედა ზღვარი, არსებულთან შედარებით და ანალიზური რეაქციების მაღალი შერჩევითობა, რომელიც გამოიხატება ბინარულიდან სამკომპონენტიან სისტემაზე გადასვლით. თანამედროვე ანალიზურ ქიმიაში ფართოდ გამოიყენება ის რეაგენტები, რომლებიც შეიცავენ OH და -N=N-ჯგუფებს [126]. ამ მიზნით შესწავლილია Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა 2,3,4-ტრიოქსიაზობენზინთან, 2,3,4-ტრიოქსი-4-ფთორაზობენზინთან, 2,3,4-ტრიოქსი-4-ბრომაზობენზინთან, 2,3,4-4-იოლაზობენზინთან დადგენილია კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური პირობები.

3.1.1. რეაგენტის 2,3,4-ტრიოქსიაზობენზინის სინთეზი და აღნაგობა

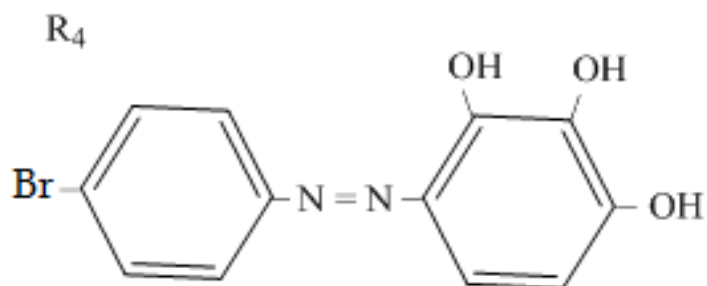
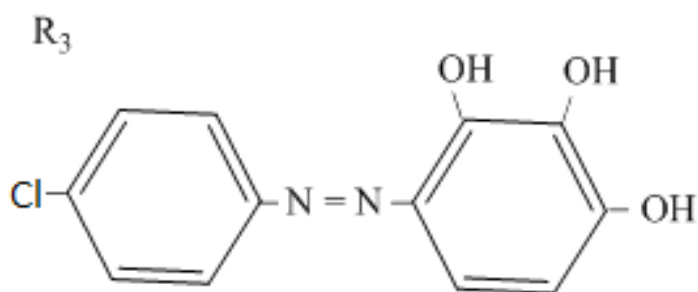
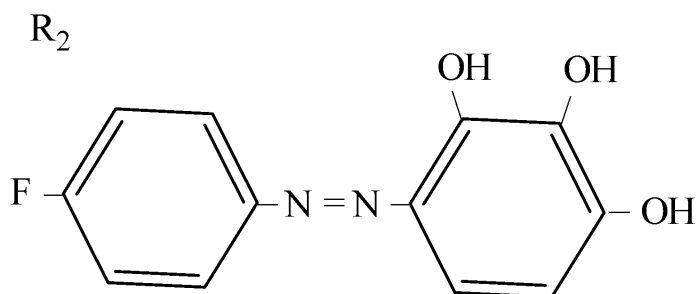
რეაგენტი 2,3,4-ტრიოქსიაზობენზინი სინთეზირებულია ცნობილი მეთოდიკით [126], მისი შედგენილობა და აღნაგობა დადგენილია ანალიზის სხვადასხვა ფიზიკურ-ქიმიური მეთოდით.

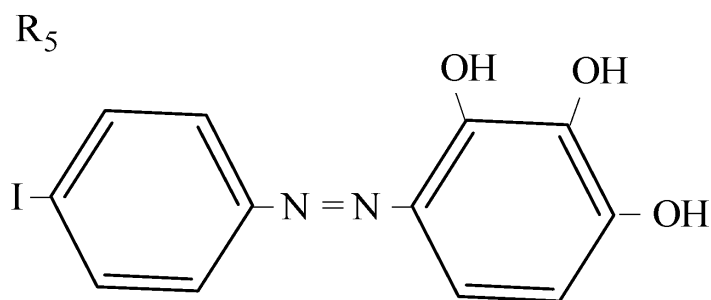


სურათი 5. რეაგენტი 2,3,4-ტრიოქსიაზობენზინის (R₁) სტრუქტურა

რკინის საწყის სხნარს ($1 \cdot 10^{-1} M$) ვამზადებდით მეგალური რკინის ბურბუშელას ზუსტი წონაკის გახსნით კონცენტრირებულ HCl-ში, გაცხელებისას [126]. მუშა სხნარები რკინის ნაკლები შედგენილობით დამზადდა საწყისი სხნარის განზავებით.

სინთეზირებულ რეაგენტთან F-, Cl, -Br, და -J- ის იონების ჩანაცვლების საფუძველზე მიღებული (R_2, R_3, R_4) $1 \cdot 10^{-3} M$ ამონაერთების სხნარები მიღებულ იქნა ეთანოლში გახსნით, ხოლო რეაგენტი (R_5)-ის ამოგის სხნარი აცეგონში გახსნით. საჭირო მეაფიანობის შესაქმნელად ვიყენებდით HCl (pH 1-2) ფიქსონალს დაამიაკურ-აცეგატურ სხნარებს (pH 3-11). სხნარების pH ვაკონტროლებდით მინის ელექტროდიანი იონომეტრის II-130 საშუალებით.





სურათი 6. 2,3,4-გრიოქსი-4-ფთორაზობენზინთან (R_2), 2,3,4-გრიოქსი-4-ბრომაზობენზინთან (R_3) და 2,3,4-4-იოლაზობენზინთან (R_4) სტრუქტურა

3.1.2. სინთეზირებული რეაგენტის 2,3,4-გრიოქსიაზობენზინის სპექტროფოტომეტრული კვლევა

სინთეზირებული რეაგენტი რეინასთან წარმოქმნის შეფერილ კომპლექსს. კომპლექსწარმოქმნის დამოკიდებულების შესწავლამ გარემოს მქავეიანობასთან აჩვენა, რომ ბინარული კომპლექსის მაქსიმალური გამოსავალი შეინიშნება, როცა $\text{pH}=4$ ($\lambda_{\text{მაქს}}=405$ ნმ) შესაბამისად, ხოლო რეაგენტის მიერ მაქსიმალური სინათლის შთანთქმავლინიშნა, როცა $\text{pH}=4$ ($\lambda_{\text{მაქს}}=375$ ნმ). კომპლექსურ ნაერთში რეინის სრული შეკავშირება მიიღწევა, რეაგენტის ჭარბად აღებისას-რეაგენტის რაოდენობა ორჯერ უნდა აღემატებოდეს რეინის რაოდენობას. კომპლექსწარმოქმნის რეაქციის წონასწორობა მყარდება მყისიერად, ხოლო ხსნართა ოპტიკური სიმკვრივე უცვლელია ერთი დღის განმავლობაში.

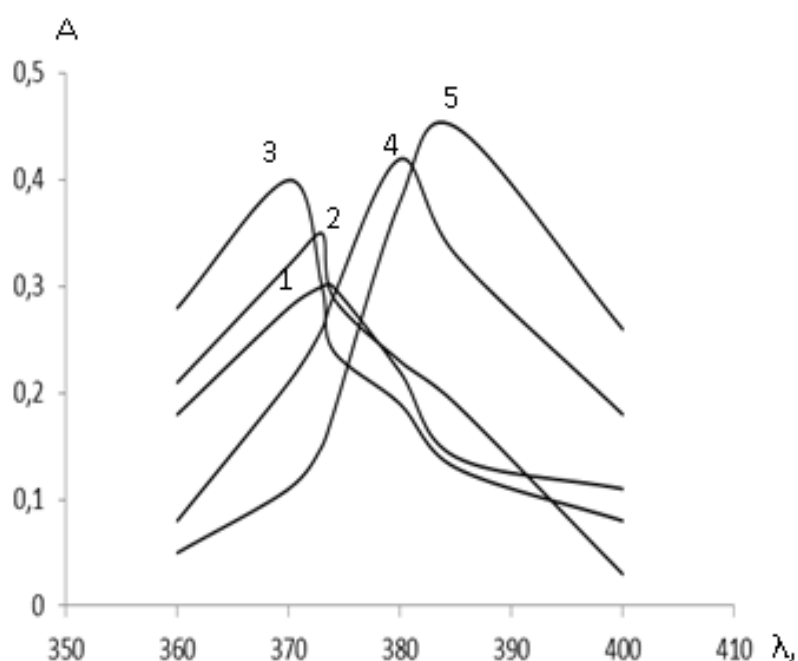
ხსნარების ოპტიკურ სიმკვრივეს ვზომავდით სპექტროფოტომეტრზე «Lambda-40» (ფირმა «PerkinElmer») კომპიუტერული უზრუნველყოფით და ფოტოელექტროკოლორიმეტრზე KFK-2 1 სმ ფენის სისქის კიუვეტში. ხსნარების pH ვაკონტროლებდით pH-121 მარკის მინის ელექტროდიანი pH -მეტრით.

მონახულ და დადგენილ იქნა კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური პირობები. ასევე შესწავლილი იქნა კომპლექსების სპექტროფოტომეტრული მახასიათებლები. სხვადასხვა მეთოდებით განსაზღვრულ იქნა მათი შედგენილობა.

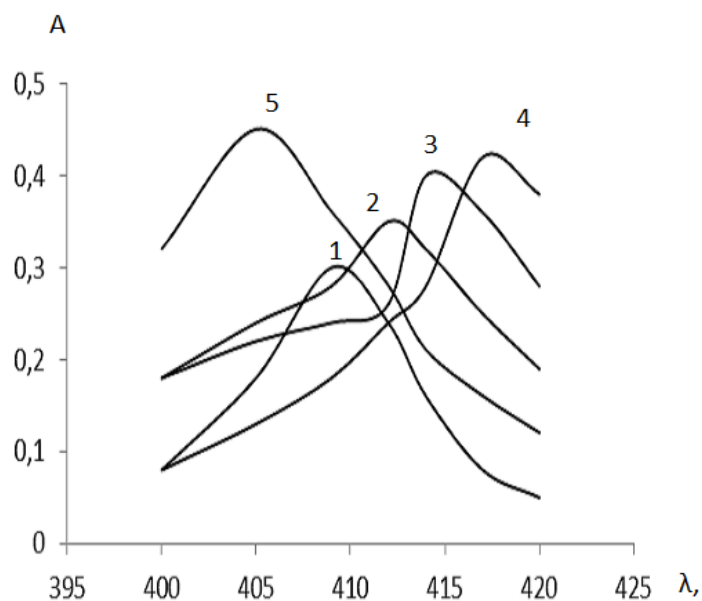
შესწავლილ იყო გარე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა კომპლექსწარმოქმნაზე, ასევე რეინა(III)-ისკომპლექსების შთანთქმის მოლარული კოეფიციენტები და მდგრადობის კონსტანტები. დადგენილდა, რომ

ერთგვაროვან ნაერთებში მორეაგირე კომპონენტების თანაფარდობაა 1:2-თან.მონახულ იქნა ბერის კანონზე დაქვემდებარების ინგერვალი.

იზომოლარული სერიის, სტარიკ-ბარბანელის მიახლოებითი გამოსავლიანობის და წონასწორობის გადანაცვლების მეთოდებით დადგენილ იქნა მიღებული შეფერილი ნაერთების შედგენილობა და თანაფარდობა რადიკალთან [126]. კვლევის შედეგად აგებულ იქნა მაგრაღუირებული გრაფიკები და განსაზღვრულ იქნა კონცენტრაციის დიაპაზონები.



სურათი 7. რეაგენტთა ხსნარების შთანთქმის სპექტრები შესაბამისი სისტემების
pH-ის ოპტიმალური მნიშვნელობისას 1.R₁;2.R₂ 3.R₃; 4.R₄;5.R₅.
C=1·10⁻³მ; C_{r,1,2,3,4,5}=1·10⁻³მ;



სურათი 8. რკინა(III)-ის რეაგენტთან კომპლექსების შთანთქმის სპექტრები შესაბამისი სისტემების pH-ის ოპტიმალური მნიშვნელობისას.
 1. Fe-R₁; 2.Fe-R₂; 3.Fe-R₃; 4.Fe-R₄; 5.Fe-R₅C=1·10⁻³M;
 C_{1,2,3,4,5}=1·10⁻³მ; λ -40 , l=1სმ, ფონი-H₂O.

ცხრილი 2. სინთეზირებული რეაგენტების (R₁-R₅) ძირითადი ფოტომეტრული მახასიათებლები

რეაგენტი	Λ _{მაქს} , ნმ	λ _R , ნმ	pH	Fe:R	ε×10 ⁻³	lgε	ბერის კანონზე დაქვემდებარების ინტერვალი მკგ/მლ
ტაბ(R ₁)	409	372	3	1:2	6,4±0,01	6,72±0,05	0,45-5,38
ტქაბ(R ₂)	412	370	3	1:2	7,6±0,01	6,63±0,06	0,45-3,58
ტფაბ(R ₃)	414	367	4	1:2	7,2±0,01	6,78±0,04	0,45-3,58
ტბაბ(R ₄)	417	379	4	1:2	8,6±0,01	6,88±0,06	0,22-2,74
ტიაბ(R ₅)	405	384	5	1:2	10,4±0,01	6,97±0,05	0,22-2,74

დადგენილია კონცენტრაციის ინტერვალი, სადაც დაცულია ბერის კანონი – 0,45-5,38 (FeR₁), 0,45-3,58 (FeR₂), 0,45-3,58 (FeR₃), 0,22-2,74 (FeR₄), 0,22-2,74 (FeR₅) შესაბამისად (ცხრილი. 2).

ასტახოვის მეთოდით განესაზღვრეთ პროტონების რაოდენობა, რომელიც გამოიყო კომპლექსწარმოქმნის შედეგად და დადასტურდა კომპლექსებში კომპონენტების მითითებული თანაფარდობა.

კომპლექსების მდგრადობის მუდმივები იანგარიშება ცნობილი მეთოდით [126]. გაანგარიშებათა მიხედვით (ცხრილი.2) $\lg K_1 = 6,72 \pm 0,05$ (FeR_1), $\lg K_1 = 6,63 \pm 0,06$ (FeR_2), $\lg K_1 = 6,78 \pm 0,04$ (FeR_3), $\lg K_1 = 6,88 \pm 0,06$ (FeR_4), $\lg K_1 = 6,97 \pm 0,05$ (FeR_5).

როგორც ცხრილიდან ჩანს, ტაბ (R_1)-ის შენთხვევაში კონპექსწარმოქმნის მაქსიმალური შექმთანთქმა შეინიშნება $\lambda = 372-469$ ნმ ტალღის სიგრძეზე, მისი მოლური შთანთქმის კოეფიციენტი $\epsilon = 6,4 \pm 0,01$, კომპექსწარმოქმნის შედეგად არსებული კომპლექსის მდგრადობის მუდმივაა $\lg \beta = 6,72 \pm 0,05$, გარემოს მჟავიანობა $\text{pH} = 3$, კომპონენტების თანაფარდობა სინთეზირებულ კომპლექსში არის 1:2-თან. აღნოჩნდა, რომ ბერის კანონზე დაქვემდებარების სწორხაზოვნების ინტერვალი არ ირღვევა და ტოლია $0,45-5,38$ მკგ/მლ.

რეაგენტ ტაბ (Fe)-ის კომპლექსწარმოქმნის მაქსიმალური შექმთანთქმა შეინიშნება $\lambda = 370-412$ ნმ ტალღის სიგრძეზე, მისი მოლური შთანთქმის კოეფიციენტი $\epsilon = 7,6 \pm 0,01$, კომპექსწარმოქმნის შედეგად არსებული კომპლექსის მდგრადობის მუდმივაა $\lg \beta = 6,63 \pm 0,06$, გარემოს მჟავიანობა $\text{pH} = 3$, კომპონენტების თანაფარდობა არსებულ კომპლექსში არის 1:2-თან. აღნოჩნდა, რომ ბერის კანონზე დაქვემდებარების სწორხაზოვნების ინტერვალი არ ირღვევა და ტოლია $0,45-5,58$ მკგ/მლ.

რეაგენტ ტაბ (R_3)-ის კომპლექსწარმოქმნის მაქსიმალური შექმთანთქმა შეინიშნება (ცხრილი.2) $\lambda = 367-414$ ნმ ტალღის სიგრძეზე, მისი მოლური შთანთქმის კოეფიციენტი $\epsilon = 7,2 \pm 0,01$, კომპექსწარმოქმნის შედეგად არსებული კომპლექსის მდგრადობის მუდმივაა $\lg \beta = 6,78 \pm 0,04$, გარემოს მჟავიანობა $\text{pH} = 4$, გადაინაცვლებს უფრო ნაკლებად მჟავა გარემოსკენ, კომპონენტების თანაფარდობა არსებულ კომპლექსში არის 1:2-თან. აღნოჩნდა, რომ ბერის კანონზე დაქვემდებარების სწორხაზოვნების ინტერვალი არ ირღვევა და ტოლია $0,45-3,58$ მკგ/მლ.

რეაგენტ ტაბ (R_4)-ის კომპლექსწარმოქმნის მაქსიმალური შექმთანთქმა შეინიშნება $\lambda = 379-417$ ნმ ტალღის სიგრძეზე, მისი მოლური შთანთქმის კოეფიციენტი $\epsilon = 8,6 \pm 0,01$, კომპლექსწარმოქმნის შედეგად არსებული კომპლექსის მდგრადობის მუდმივაა $\lg \beta = 6,88 \pm 0,06$, გარემოს მჟავიანობა $\text{pH} = 4$, კომპონენტების თანაფარდობა არსებულ კომპლექსში არის 1:2-თან. აღნოჩნდა,

რომ ბერის კანონზე დაქვემდებარების სწორხაზოვნების ინტერვალი არ ირღვევა და გოლია 0,22-2,74 მკგ/მლ.

რეაგენტ ციბა (R_5)-ის კომპლექსწარმოქმნის მაქსიმალური შექმთანთქმა შეინიშნება $\lambda=384-405$ ნმ გალღის სიგრძეზე, მისი მოლური შთანთქმის კოეფიციენტი $\epsilon=10,4\pm0,01$, კომპლექსწარმოქმნის შედეგად არსებული კომპლექსის მღგრადობის მუღმიგაა $\lg\beta=6,97\pm0,05$, გარემოს მკაფიანობა $pH=5$ გადაინაცვლებს კიღვე უფრო ნაკლებად მკაფა გარემოსკენ, კომპონენტების თანაფარღობა არსებულ კომპლექსში არის 1:2-თან. აღნოჩნღა, რომ ბერის კანონზე დაქვემდებარების სწორხაზოვნების ინტერვალი არ ირღვევა და გოლია 0,22-2,74 მკგ/მლ. (ცხრილი.2)

გემოთაღნიშნულ ყვეღა სინთეზირებულ კომპლექსნაერთთან წარმოქმნილ კომპლექსურ ნაერთებში შემაღალი კომპონენტების თანაფარღობა არ იცვლება და გოლია 1:2-თან [126].

3.1.3. სინთეზირებულ რეაგენტებზე გარეშე იონების და შემნიღბავი ნივთიერებების გავღენა

შესწავღიღ იქნა გარეშე იონების და შემნიღბავი ნივთიერებების გავღენა პიროგაღღის საფუძვეღზე სინთეზირებულ რეაგენტსა - და რკინა(III)-ის კომპლექსწარმოქმნაზე.

(ცხრილი.3)-ღან ჩანს, რომ გარეშე ნივთიერებების ღასაშვები თანაფარღობა მათი ბინარული კომპლექსების სახით გუგე მეგაღები R_1 , R_2 , R_3 , R_4 და R_5 რეაგენტებთან ღასაშვები ღიღი რაოღენობით 1200-ღან -1360-მღე მკგ/მლ შემცვეღობით ხელს უმღიან კომპლექსწარმოქმნას, ხოღო $Ca(II)$,

ცხრილი 3. რკინა (III)-ის იონებთან გარეშე ნივთიერებების ღასაშვები მნიშვნეღობები ბინაღურ კომპლექსებში განსაზღვრისას (ცღომიღება 5%)

იონი ან ნივთიერება	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5
გუგე ლიოთონები	1100	1360	1210	1200	1180
$Ca(II)$	560	670	615	630	620
$Mg(II)$	545	655	610	630	615
$Ba(II)$	790	820	800	810	505

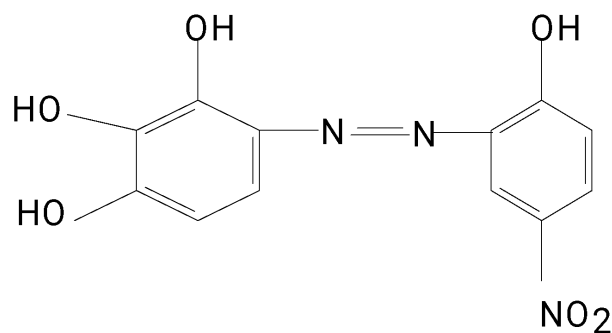
Cu(II)	170	205	180	180	150
Co(II)	425	450	405	420	400
Ni(II)	510	540	490	480	470
Zn(II)	720	750	710	710	680
Pb(II)	280	310	270	275	250
Mn(II)	470	500	465	460	450
Be(III)	250	280	260	250	235
Cr(III)	150	170	140	140	120
Cd(II)	150	155	130	145	120
Mo(VI)	28	45	30	25	23
W(VI)	220	245	200	205	190
F-	160	170	150	150	135
ლიმონის მჟავა	40	40	30	30	25
ლვინის მჟავა	14	20	15	15	13

Mg(II), Ba(II), Co(II), Ni(II), Zn(II) და F- ხელს უშლიან აღნიშნულ რეაგენტებთან კომპლექსწარმოქმნას, ხოლო ორგანული ნივთიერებები ლიმონმჟავა 25-40მკგ/მლ და ლვინის მჟავა 13-20მკგ/მლ რაოდენობით ხელს უშლიან კომპლექსწარმოქმნას.

შესწავლილ იქნა გარეშე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა პიროგალლის საფუძველზე სინთეზირებულ რეაგენტსა და რკინა(III)-ის კომპლექსწარმოქმნაზე.

3.2. პიროგალლის და 2-ოქსი-5-ნიგროამინის საფუძველზე სინთეზირებულ 2,2',3,4-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიგროამინოზოლთან Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნის კვლევა

პიროგალლის და 2-ოქსი-5-ნიგროამინის საფუძველზე სინთეზირებულია 2,2',3,4-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიგროამინოზოლთან რეაგენტი ცნობილი მეთოდით [127], მისი შედგენილობა და აღნაგობა დადგენილია ანალიზის სხვადასხვა ფიზიკურ-ქიმიური მეთოდით.



სურათი 9. 2,2',3,4-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიტროაზობენზოლი

რეაგენტი კარგად გაფხსენით ეთანოლში. გამოვიყენეთ რეაგენტის $10^{-3}M$ ეთანოლის ხსნარი. რკინის საწყისი ხსნარი $1 \cdot 10^{-1}M$ დამზადდა მეტალური რკინის (ს.ა.) ზუსტი წონაკის გახსნით კონცენტრირებულ მარილმჟავაში გაცხელებისას [127]. მუშა ხსნარები რკინის ნაკლები შედგენილობით დამზადდა საწყისი ხსნარის განზავებით.

საჭირო მეკვიანობის შესაქმნელად გამოვიყენეთ ფიქსონალი HCl (pH 1-2) და ამიაკურ-აცეტატური ხსნარები (pH 3-11). ხსნარების pH ვაკონტროლებდით მინის ელექტროდიანი იონომეტრის H-130 საშუალებით.

ცნობილია, რომ პიროგალოლის საფუძველზე ამონაერთები წარმოადგენენ პერსპექტიულ რეაგენტებს მეტალების [127] ზოგიერთი იონის განსაზღვრისთვის. ეს განპირობებულია იმით, რომ პიროგალოლის სამი ჰიდროქსილის ჯგუფი კომპლექსების წარმოქმნის საშუალებას იძლევიან ამოჯგუფის ამოცის აგომის უშუალო მონაწილეობით, რის შედეგადაც აღიძვრება ბმა მეტალი-ამოტი [127]. ლიგერატურული მონაცემებით დადგენილია, რომ პიროგალოლის ამოჩამნაცვლებლების გამოყენებისას არაორგანული იონების ფოტომეტრული განსაზღვრისას იმრდება არა მარტო მგრძნობელობა, ამავე დროს, ზოგიერთ შემთხვევაში განსაზღვრის არჩევითობაც. მოცემული კვლევა მიეძღვნა რკინის 2,2',3,4-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიტროაზობენზოლთან ურთიერთქმედების სპექტროფოტომეტრულ შესწავლას დიფენილგუანიდინის (დფგ), გრიფენილგუანიდინის (გფგ) და ფენანტროლინის (ფენ) თანაობისას.

სპექტროფოტომეტრული მეთოდით შესწავლილია პიროგალოლის და 2-ოქსი-5-ნიტროამინის საფუძველზე სინთეზირებულ ამონაერთებთან რკინის (III) კომპლექსწარმოქმნა. შესწავლილია მესამე კომპონენტის გავლენა ბინარული

კომპლექსების კომპლექსწარმოქმნაზე. შესწავლილია კომპლექსების სპექტროფოტომეტრული მახასიათებლები, სხვადასხვა მეთოდით განსაზღვრულია მათი შედგენილობა. შესწავლილია გარე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა კომპლექსწარმოქმნაზე.

სინთეზირებული რეაგენტი რკინასთან წარმოქმნის შეფერილ კომპლექსს. კომპლექსწარმოქმნის დამოკიდებულების შესწავლამ გარემოს მეაფიანობასთან აჩვენა, რომ ბინარული კომპლექსის მაქსიმალური გამოსავალი შეინიშნება, როცა $pH=4$ ($\lambda_{\text{მაქს}}=405$ ნმ) შესაბამისად. ხოლო რეაგენტის მიერ მაქსიმალური სინათლის შთანთქმავლინიშნა, როცა $pH=4$ ($\lambda_{\text{მაქს}}=375$ ნმ) რკინის სრული შეკავება კომპლექსში მიიღწევა რეაგენტის ორმაგად ჭარბად აღებისას. კომპლექსწარმოქმნის რეაქციის წონასწორობა მყარდება მყისიერად, ხოლო ხსნართა ოპტიკური სიმკვრივე უცვლელია ერთი დღის განმავლობაში.

3.2.1. Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნა პიროგალოლის და 2-ოქსი-5-ნიგროამინის საფუძველზე სინთეზირებულ 2,2',3,4-ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიგროამობენზოლთან მესამე კომპონენტის თანაობისას

დადგინდა, რომ მესამე კომპონენტების არსებობისას (ფენ, ღფგ, ტფგ) წარმოიქმნება სხვადასხვა ლიგანდებიანი კომპლექსები. მათი მიღებისას შეინიშნება ბაგოქრომული გადანაცვლება ბინარული კომპლექსის სპექტრთან შედარებით, ხოლო კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური pH გადაინაცვლებს უფრო მეაფა გარემოსკენ $pH=1$ (ფენ), $pH=2$ (ღფგ, ტფგ). კომპლექსების მიერ მაქსიმალური სინათლის შთანთქმავლინიშნება 413 ნმ Fe(III)-R-ღფგ-სთვის, 411 ნმ Fe(III)-R-ტფგ-სთვის და 417 ნმ Fe(III)-R-ფენ-სთვის. Fe(III)-R ბინარული კომპლექსის გამოსავალი მაქსიმალურია, როცა რეაგენტის (R) კონცენტრაციაა $8 \cdot 10^{-5} M$; ხოლო სხვადასხვა ლიგანდებიანი კომპლექსებისთვის - Fe(III)-R-ღფგ $8 \cdot 10^{-5} M$ და $4,8 \cdot 10^{-5} M$ ღფგ, Fe(III)-R-ტფგ $8 \cdot 10^{-5} M$ და $5,2 \cdot 10^{-5} M$ ტფგ; Fe(III)-R-ფენ $8 \cdot 10^{-5} M$ და $4 \cdot 10^{-5} M$ ფენ შესაბამისად.

კომპონენტების ხსნარების შერევისას ყველა კომპლექსი წარმოიქმნება მყისიერად, მაგრამ ისინი განსხვავდებიან მდგრადობით. მაგალითად, თუ ბინარული კომპლექსი მდგრადია ერთი დღის განმავლობაში და გაცხელებისას

60°C-მდე, სხვადასხვა ლიგანდიანი კომპლექსები მდგრადია ერთ დღეზე უფრო ხანგრძლივად და 80°C-მდე გაცხელებისას.

მიღებული კომპლექსების შედგენილობაში შემავალი კომპონენტების თანაფარდობა დადგენილია იზომოლარული სერიის, სტარიკ ბარბანელის მიახლოებითი გამოსავლიანობის და წონასწორობის გადანაცვლების მეთოდებით [128].

კომპლექსების შთანთქმის მოლური კოეფიციენტები გაანგარიშებულია ნაჯერობის მრუდიდან.

კვლევის შედეგად აგებულ იქნა დაგრაღირებული გრაფიკები და განსაზღვრულ იქნა საკვლევი ხსნარების კონცენტრაციების დიაპაზონები, ინტერვალები, სადაც დაცულია ბერის კანონი.

დადგენილია მიღებული შეფერილი ნაერთების შედგენილობა და გოლია 1:2. აღნიშნული კვლევის მონაცემები მოცემულია (ცხრილ. 3)-ში.

ცხრილიდან ჩანს, რომ შერეულილიგანდიანი კომპლექსები წარმოიქმნება უფრო მეტად გარემოში, ვიდრე ბინარულში. Fe(III)-ის წყალხსნარებში კომპლექსწარმოქმნა ბინარული კომპლექსებისათვის შეიძლება მაქსიმალური შექშთანთქმა 405ნმ-გაღლის სიგრძეზე, ხოლო მისი კონტრასტულობა $\Delta\lambda=30$. კომპლექსწარმოქმნის დროს მოლური შთანთქმის კოეფიციენტი იყო $\epsilon=4,70\pm0,01$, ხოლო $pH=4$, შეინიშნება ოპტიმალური მქაფიანობა. ბინალურ კომპლექსნაერთებში შემავალი კომპონენტების თანაფარდობაა 1:1-თან.

ცხრილი 4. რკინა (III)-ის კომპლექსწარმოქმნის ძირითადი ფოტომეტრული მახასიათებლები მესამე კომპონენტების თანაობისას

კომპლექსური ნაერთები	pH	$\Lambda_{\text{თპ}}$	$\Delta\lambda$	$\epsilon \cdot 10^{-3}$	კომპონენტების თანაფარდობა	გრად.გრაფიკის სწორხაზოვნობის ინტერვალი მკგ/მლ
Fe(III)-R	4	405	30	$4,70\pm0,01$	1:1	0,90-5,38
Fe(III)-R-ღუგ	2	413	38	$6,20\pm0,01$	1:1:1	0,45-3,58
Fe(III)-R-გუგ	2	411	36	$6,90\pm0,01$	1:1:1	0,45-3,58
Fe(III)-R-ფენ	1	417	42	$8,6\pm0,01$	1:1:1	0,22-2,74

აღნიშნული მონაცემებიდან გამომდინარე, სწორხაზოვნების გრადუს-გრაფიკის ინტერვალი დაცულია, ასევე დაცულია ბერის კანონზე დაქვემდებარების ინტერვალი და ბინარული კომპლექსნაერთებისათვის ის არის $0,90-5,38$ მკგ/მლ, ხოლო რაც შეეხება შერეულიგანდიან კომპლექსებს, მესამე კომპონენტების თანაობისას, $\text{Fe(III)-R-ღფგ-ისთვის}$ მაქსიმალური შექმთანთქმა შეინიშნება 413 ნმ ტალღის სიგრძეზე, ხოლო კონგრასტულობა $\Delta\lambda=38$ პირობებში. მოლური შექმთანთქმა აღნიშნული შერეულიგანდიანი კომპლექსისათვის არის $\varepsilon=6,20\pm0,01$, ხოლო რაც შეეხება მეაფიანობას pH გადაინაცვლებს უფრო მეაფა გარემოსაკენ და გოლია $\text{pH}=2$. კომპლექსნაერთში შემავალი კომპონენტების თანაფარდობაა $1:1:1$, გრადუს-გრაფიკის სწორხაზოვნების ინტერვალი დაცულია და არის $0,45-3,58$ მკგ/მლ.

Fe(III)-R-გფგ კომპლექსური ნაერთის წყალხსნარში ოპტიმალური შექმთანთქმა შეინიშნება $\lambda_{\text{მაქს}}=411$ ნმ ტალღის სიგრძეზე და მისი მოლური კონგრასტულობა $\Delta\lambda=36$. კომპლექსწარმოქმნის შექმთანთქმა შეინიშნება $\varepsilon=6,90\pm0,01$ -ზე, ხოლო კომპლექსში შემავალი კომპონენტების თანაფარდობა არის $1:1:1$. აქაც დაცულია ბერის კანონი და გრადუს-გრაფიკის სწორხაზოვნების ინტერვალია $0,45-3,58$ მკგ/მლ, ხოლო რაც შეეხება მეაფიანობას pH -ის მაჩვენებელი გადაიწევს უფრო მეაფა გარემოსაკენ და იგი გოლია $\text{pH}=2$ -ის.

3.2.2. Fe(III) -ისსინთეზირებულ რეაგენტებზე გარეშე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა

გარე იონების გავლენის შესწავლამ რკინის განსაზღვრაზე ბინარული და სხვადასხვა ლიგანდიანი კომპლექსების სახით აჩვენა, რომ მესამე კომპონენტების თანაობისას საგრძნობლად მაგულობს რეაქციის შერჩევითობა (ცხრ. 3) [128].

როგორც ცხრილიდან ჩანს Fe(III)-R-თან ბინარულ კომპლექსებში კომპლექსწარმოქმნას ხელს არ უშლის გუგე მეგალები 920 მკგ/მლ-ში დასაშვები რაოდენობით, ხოლო შერეულ ლიგანდიანი კომპლექსების დროს მესამე კომპონენტების: Fe(III)-R-ღფგ , Fe(III)-R-გფგ , Fe(III)-R-ფენ-ის თანაობისას გუგე მეგალები კომპლექსწარმოქმნას ხელს არ უაშლიან მაშინაც კი, როცა დასაშვები რაოდენობა შეიძლება იყოს $1620-1710$ მკგ/მლ.

დიდი რაოდენობით: Cu(II), Ba(II), Ni(II), Zn(II), ვოლფრამისა და ფთორის იონები ხელს არ უშლიან, როგორც ბინარულ ასევე შერეულიგანდიანი კომპლექსნაერთების წარმოქმნას. ორგანული ნივთიერებების ლიმონისა და ღვინის მეავს შემთხვევაში გარეშე იონების არსებობა დასაშვები რაოდენობით 20 მკ/მლ ბინარულ ნაერთებში და 40 მკ/მლ შერეულიგანდიან ნაერთებში ხელს არ უშლიან კომპლექსწარმოქმნას. ღვინის მეავს შემთხვევაშიც გარეშე იონების არსებობა კომპლექსწარმოქმნის პროცესზე დასაშვები რაოდენობით 45 მკგ/მლ-80მკგ/მლ-მდე არსებობა ხელს არ უშლის კომპლექსწარმოქმნას.

დადგინდა, რომ მესამე კომპონენტის არსებობა მნიშვნელოვნად ზრდის რეაგენტის მგრძნობელობას და სელექტიურობას, რაც ხელს უწყობს რეაქციის შერჩევითობას.

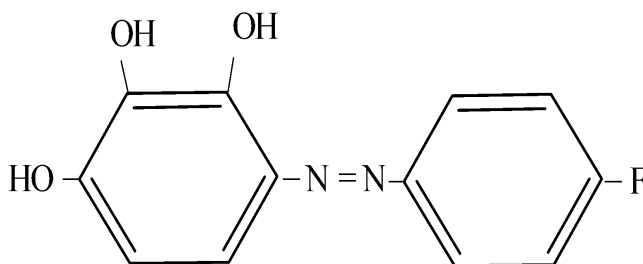
ცხრილი 5. გარე ნივთიერებათა დასაშვები ჯერადი რაოდენობები რკინის (III)იონებთან მიმართებაში მისიბინარული და შერეულიგანდებიანი კომპლექსების სახით განსაზღვრისას (ცდომილება 5%)

იონი ან ნივთიერება	Fe(III))-R	Fe(III)- R-ღუგ	Fe-(III)- R-ტუგ	Fe(III))-R-უ ენ	ბისაც ეტილ აცეტ ონ-ე თილე ნდიიმ ინი	ო-ფენა ნგრო ლინი
ჯამური მატარებელი	920	1640	1620	1710		500
Ca(II)	480	690	695	825	200	500
Mg(II)	435	640	680	720		
Ba(II)	690	810	840	920	200	
Cu(II)	80	140	165	260		
Co(II)	310	445	463	505		
Ni(II)	420	500	480	525	30	2
Zn(II)	640	710	750	825	66	10
Pb(II)	205	250	230	280	105	
Mn(II)	380	430	455	470	110	
Al(III)	180	210	210	295		

Cr(III)	60	100	110	145		
Cd(II)	80	160	175	210	30	50
MoO ₄ ²⁻	15	27	25	80		
WO ₄ ²⁻	170	205	190	255		
F ⁻	140	270	280	315	250	5
ლიმონმჟავა	20	45	40	80		
ღვინის მჟავა	4	20	35	60	30	

3.3. Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნის შესწავლა 2,3,4-ტრიოქსი-4'-ფთორაზობენზოლით, დიანგიპირილმეთანის და მისი ჰომოლოგების თანაობისას

გამოყენებული რეაგენტი 2,3,4-ტრიოქსი-4'-ფთორაზობენზოლი სინთეზირებული პიროგალოლისა და პ-ფთორანილინის საფუძველზე. შედგენილობა და აღნაგობა სინთეზირებული ნაერთებისა დადგენილია ელემენტური ანალიზის მეთოდით იწ და ბმრ სპექტროსკოპით.



სურათი 10. რეაგენტ 2, 3, 4-ტრიოქსი-4'-ფთორაზობენზოლის აღნაგობა

კომპლექსწარმოქმნის შესწავლის მიზნით გამოყენებულია $8 \cdot 10^{-5}$ M რეაგენტის ხსნარი; $1 \cdot 10^{-2}$ M ეთანოლწყალხსნარი (დაპმ); დიანგიპირილმეთანი (დამ); დიანგიპირილოპროპილი მეთანი და დიანგიპირილოფენილმეთანი (დაფმ).

რკინის სტანდარტული ხსნარი $1 \cdot 10^{-1}$ (მოლ) მოვამზადეთ მეგალური რკინის ზუსტი წონაკის გახსნით კონც. HCl-ში გაცხელებისას, თანაფარდობით (1:1), ხოლო სამუშაო ხსნარები რკინის ნაკლები შედგენილობით დამზადდა სტანდარტული ხსნარის განზავებით. საჭირო მუდგენის შესაქმნელად გამოყენებულია ფიქსონალი HCl (pH =1 – 2) და ამიაკურ-აპეტიტური ხსნარები pH=3–11 ანუ ბუფერული ხსნარები. ხსნარში pH კონტროლდება მინის ელექტროდით იონომეტრი И-130 -ი.

Fe(III) მიეკუთვნება გარდამავალ ელემენტებს და წარმოქმნის ძალიან ძლიერ კოორდინატულ ნაერთებს ნებისმიერ დონორული ატომების მქონე ლიგანდებთან, მათ შორის ჟანგბადშემცველ ორგანულ რეაგენტებთან. რის წყალობითაც ისინი ფართოდ გამოიყენებიან [129]. Fe(III)-ის მრავალლიგანდიანი კომპლექსები აღნიშნულ რეაგენტებთან ფლობენ ბევრად მეტ ანალიზურ მახასიათებლებს. აქედან გამომდინარე, აქტუალურად ითვლება, Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნის შესწავლა 2, 3, 4-ტრიოქსი-4¹-ფთორობენზოლით.

მოცემული კვლევები ეძღვნება სპექტროფოტომეტრული მეთოდით, Fe(III)-კომპლექსწარმოქმნის შესწავლას 2, 3, 4-ტრიოქსი-4¹-ფთორობენზოლით, დიანგიპირილმეთანისა და მისი ჰომოლოგების თანაობისას. დადგენილია კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური პირობები.

გამოთვლილია კომპლექსების ძირითადი სპექტროფოტომეტრული მახასიათებლები. შესწავლილია გარე იონებისა და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა ბინარულ და მრავალლიგანდიან Fe(III)-კომპლექსწარმოქმნაზე.

მოცემული კვლევები ეძღვნება სპექტროფოტომეტრული მეთოდით, Fe(III)-კომპლექსწარმოქმნის შესწავლას 2,3,4-ტრიოქსი-4¹-ფთორობენზოლით, დიანგიპირილმეთანისა და მისი ჰომოლოგების თანაობისას. დადგენილია კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური პირობები. გამოთვლილია კომპლექსების ძირითადი სპექტროფოტომეტრული მახასიათებლები.

შესწავლილია გარე იონებისა და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა ბინარულ და მრავალლიგანდიან Fe(III)-კომპლექსწარმოქმნაზე [129].

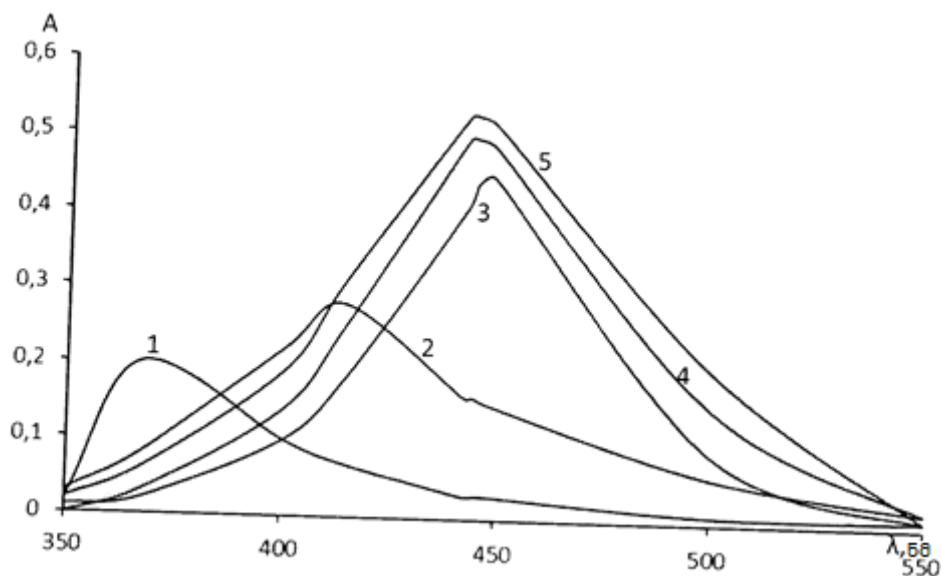
3.3.1. დიანგიპირილმეთანის და მისი ჰომოლოგების გავლენა Fe(III)-R სისტემის ქიმიურ-ანალიზურ თვისებებზე

გამოყენებული რეაგენტი 2,3,4-ტრიოქსი-4¹-ფთორობენზოლი სინთეზირებული პიროგალოლისა და პ-ფთორანილინის საფუძველზე. შედგენილობა და აღნაგობა სინთეზირებული ნაერთებისა დადგენილია ელემენტური ანალიზის მეთოდით იწ და ბმრ სპექტროსკოპით [129].

კომპლექსწარმოქმნის შესწავლის მიზნით გამოყენებულ იქნა $8 \cdot 10^{-5} M$ რეაგენტის ხსნარი; $1 \cdot 10^{-2} M$ ეთანოლწყალხსნარი (ღაპმ); დიანგიპირილმეთანი (ღაპმ); დიანგიპირილოპროპილ მეთანი და დიანგიპირილოფენილმეთანი (ღაფმ).

რკინის სტანდარტული ხსნარი $1 \cdot 10^{-1}$ (მოლ) მოვამზადეთ მეტალური რკინის (ს.ა) ზუსტი წონაკის გახსნით კონც. HCl-ში გაცხელებისას, თანაფარდობით (1 : 1), ხოლო სამუშაო ხსნარები რკინის ნაკლები შედგენილობით დამზადდა სტანდარტული ხსნარის განზავებით. საჭირო მკაფიანობის შესაქმნელად გამოვიყენეთ ფიქსონალი HCl (pH =1 – 2) და ამიაკურ-აპეტიტური ხსნარები pH =3 – 11 ანუ ბუფერული ხსნარები. ხსნარში pH კონტროლდება მინის ელექტროდით იონომეტრის II -130 .

„dam“-ის და მისი ჰომოლოგების არსებობა აუმჯობესებს 2, 3, 4-გრიოქსი-4-ფთორაზობენზოლის კომპლექსწარმოქმნას. სურ.1-ზე წარმოდგენილია რეაგენტის შთანთქმის სპექტრი ბინარული და მრავალლიგანდიანი კომპლექსებისა. რეაგენტის მაქსიმალური შთანთქმადება 367 ნმ. (მრუდი 1), ხოლო მისივე ბინარული კომპლექსისა Fe(III)-თან ხდება 414 ნმ. (მრუდი 2). უნდა აღინიშნოს, რომ მრავალლიგანდიანი კომპლექსების წარმოქმნა შესაძლებელია მხოლოდ რიგითობის მკაცრი დაცვით Fe(III)-ის ხსნარების მესამე კომპონენტთან და რეაგენტთან. რის შემდეგაც წარმოიქმნება მრავალლიგანდიანი კომპლექსები, რომლებიც ასე გამოისახება: Fe(III)-R-ღაპმ (ღაპმ; ღაფმ) რიგითობის არ დაცვის შემთხვევაში წონასწორობა ხსნარებში დამყარდება 2-სტ-ის შემდეგ. როგორც ნახ. 1-დან ჩანს მაქსიმალური შთანთქმა კომპლექსებისა Fe(III)-R-ღაპმ; Fe(III)-R-ღაფმ და Fe(III)-R-ღაპმ ხორციელდება შესაბამისად: 448, 444 და 442 ნმ-ზე მრუდების (3, 4 და 5) შესაბამისად.

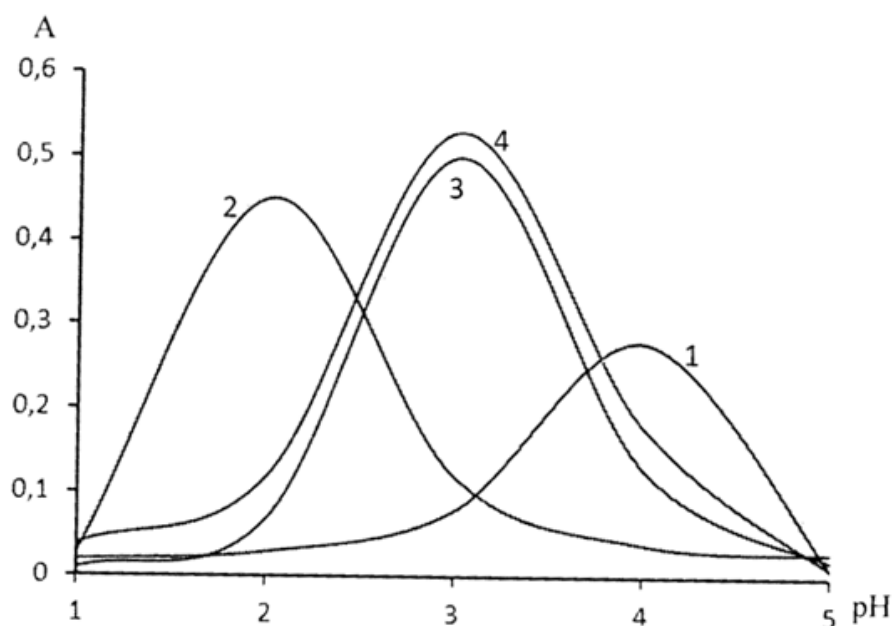


სურათი 11. რეაგენტის და Fe(III)-თან მისი კომპლექსების ხსნარების შთანთქმის

სპექტრები დამ, დაპმ და დაფმის თანაობისას და მათ გარეშე სისტემაში: 1. R, 2. Fe-R, 3. Fe-R-დამ, 4. Fe-R-დაპმ და 5. Fe-R-დაფმ სისტემებში pH-ის ოპტიმალური მნიშვნელობისას

ხსნარის ოპტიკური სიმკვრივის დამოკიდებულების შესწავლამ pH-ზე აჩვენა, რომ Fe(III)-ის ბინარული და მრავალლიგანდიანი კომპლექსები წარმოიქმნებიან $\text{pH} = 2,0 - 4,0$ დროს. (სურ. 2) რეაგენტის შეფერილობაც pH-ის იგივე შუალედზეა დამოკიდებული, ამიტომ კომპლექსების შთანთქმის სპექტრები შესწავლილ იქნა ცდების განსაკუთრებული დაკვირვების საფუძველზე (რეაგენტი + მესამე კომპონენტი).

დადგინდა, რომ ბინარული და მრავალლიგანდიანი კომპლექსებისათვის ოპტიკური სიმკვრივე მაქსიმალურია 440 ნმ-ზე. შესწავლილი მორეაგირე ნივთიერებების კონცენტრაცია, ტემპერატურა და დრო ბინარული და მრავალლიგანდიანი კომპლექსების წარმოქმნისა. Fe(III)-ის ყველა კომპლექსი წარმოიქმნება მყისიერად ხსნარში არსებული კომპონენტების შერევისას და გამოირჩევიან მდგრადობით.



სურათი 12. Fe(III)-ის კომპლექსების ხსნარების ოპტიკური სიმკვრივის pH-ზე დამოკიდებულების მრუდი 1. R, 2. Fe-R, 3. Fe-R-დამ, 4. Fe-R-დაპმ და 5. Fe-R-დაფმსისგემებში λ -სოპტიმალური მნიშვნელობისას

ამრიგად, თუ Fe(III)-R-დაფმ და Fe(III)-R-დაპმ კომპლექსები მდგრადია ორი საათის განმავლობაში და უძლებენ 60°C -მდე გახურებას, აღმოჩნდა, რომ კომპლექსი Fe(III)-R-დამ მდგრადია ერთ დღე-ღამეზე მეტ ხანს და უძლებს 80°C -მდე გახურებას [129].

3.3.2. სისტემების Fe-R, Fe-R-დამ, Fe-R-დაპმ და Fe-R-დაფმ სტექიომეტრია და მდგრადობის კონსტანტების შესწავლა

წარმოქმნილ კომპლექსებში შემაჯალი კომპონენტების თანაფარდობა დადგენილ იქნა იზომოლალური სერიების მეთოდით, მიახლოებითი გამოსავლიანობის სტარიკ-ბარბანელის, წონასწორობის გადანაცვლებით. აქამდე შესწავლილმა ყველა მეთოდმა აჩვენა, რომ ბინარულ კომპლექსებში -Fe(III)-R კომპონენტთა თანაფარდობა გოლია 1:2-თან; ხოლო სხვადასხვალიგანდიანი კომპლექსებისათვის 1:2:1-თან. ასტახოვის მეთოდით განსაზღვრულია ამოცოროცნილი პროტონების რიცხვი კომპლექსწარმოქმნის დროს, რაც ადასტურებს კომპლექსნაერთებში კომპონენტების მითითებულ თანაფარდობას.

მრუდების გადაკვეთის მეთოდით ბინარული კომპლექსისათვის - Fe(III)-R დადგენილ იქნა სტექიომეტრიული და მდგრადობის მუდმივები. აღნიშნული

მეთოდით მიღებული შედეგები დადასტურებულია სტექომეტრიის განსაზღვრისას და შესაბამისად მონახულია, რომ $\log \beta = 7,2 \pm 0,01$. სხვადასხვალიგანდიან კომპლექსებში კომპონენტების მოლალი თანაფარდობების გათვალისწინებით განსაზღვრულ იქნა მდგრადობის მუდმივები. დადგინილია, რომ ღამ-ის და მისი ჰომოლოგების არსებობისას ორჯერ უფრო მეტად იზრდება კომპლექსების მდგრადობა, შესაბამისად

$$\lg \beta(Fe(III) - R - \text{ღამ}) = 13,1 \pm 0,02;$$

$$\lg \beta(Fe(III) - R - \text{ღაფმ}) = 12,7 \pm 0,03;$$

$$\lg \beta(Fe(III) - R - \text{ღაპმ}) = 12,4 \pm 0,02.$$

კონდუქტომეტრული ტიტრის მეთოდით განსაზღვრულ იქნა კომპლექსების კუთრი ელექტროგამტარობა და დადგინდა, რომ $pH = 3$ შუალედში ტიტრისას თავდაპირველად ელ. გამტარობა ხსნარებისა მცირდება, ხოლო შემდეგ იძენს მუდმივ სიდიდეს, არც იზრდება არც მცირდება. $9,87 \cdot 10^{-5}(Fe(III)-R)$, $4,8 \cdot 10^{-5}(Fe(III)-R-\text{ღამ})$, $5,20 \cdot 10^{-5}(Fe(III)-R-\text{ღაფმ})$, $5,24 \cdot 10^{-5}(Fe(III)-R-\text{ღაპმ})$. ხოლო მეკვიანობის კონსტანტები ღამ და მისი ჰომოლოგებისთვის ღებულობს შემდეგ მნიშვნელობებს:

$$pK(\text{ღამ}) = 11,85;$$

$$pK(\text{ღაპმ}) = 10,70;$$

$$pK(\text{ღაფმ}) = 11,20.$$

მონაცემთა შედარებას, ზოგიერთ ქიმიურ-ანალიზურ მახასიათებლებთან, რომელსაც ადგილი აქვს $Fe(III)$ -ის კომპლექსწარმოქმნისას, შეიძლება აღინიშნოს შემდეგი კორელაცია: მოცემული მესამე კომპონენტის არსებობისას იზრდება კომპლექსის მდგრადობა და მცირდება ხვედრითი ელ. გამტარობა. $Fe(III)-R$ სწორხაზოვნების მაგრადუირებელი გრაფიკის კონცენტრაციის დიაპაზონია $0,45-3,58$ მკგ/მლ, $0,22-2,74$ მკგ/მლ ($Fe(III)-R-\text{ღამ}$, $Fe(III)-R-\text{ღაფმ}$, $Fe(III)-R-\text{ღაპმ}$ შესაბამისად. შექმთანოქმის მოლური კოეფიციენტები, და ასევე კომპლექსების ქიმიურ-ანალიზური მახასიათებლები

მოყვანილია ცხრილი 5-ში. როგორც ცხრილიდან ჩანს მესამე კომპონენტის შეყვანით იზრდება მოლური კოეფიციენტების მნიშვნელობები.

ცხრილი 6. Fe(III) კომპლექსების ძირითადი ფოტომეტრული მახასიათებლები მესამე კომპონენტის თანაობისას

კომპლექსი	pH	$\lambda_{\text{მაქს.ნმ}}$	ε_{MeR}	თანაფარდობა	ბერის კანონზე დაქვემდებარება მკგ/მლ
Fe(III)-R	4	414	7200	1 : 2	0,45 – 3,58
Fe(III)-R-დამ	2	448	12000	1 : 2 : 1	0,22 – 2,74
Fe(III)-R-დაპმ	3	442	12500	1 : 2 : 1	0,22 – 2,74
Fe(III)-R-დაფმ	3	444	14200	1 : 2 : 1	0,22 – 2,74

როგორც ცხრილიდან ჩანს ბინარულიდან Fe(III)-R სამკომპონენტთან: Fe(III)-R-დამ, Fe(III)-R-დაპმ, Fe(III)-R-დაფმ მესამე კომპონენტის თანაობისას. კომპლექსწარმოქმნის პროცესში შეინიშნება გარემოს მეჰაფიანობის ცვლილება. რის ხარჯზეც აღგილი აქვს კომპლექსში შემავალი კომპონენტების განსხვავებულ თანაფარდობას. ბინარულ კომპლექსნაერთებში Fe(III)-R კომპონენტთა თანაფარდობაა 1:2, ხოლო მრავალლინგანდიანი: Fe(III)-R-დამ, Fe(III)-R-დაპმ, Fe(III)-R-დაფმ კომპლექსებისათვის კომპონენტთა თანაფარდობაა 1:2:1. ბინარული კომპლექსისათვის სინათლის მაქსიმალური შექმთანთქმა ფიქსირდება 414 ნმ. ტალღის სიღრმეზე, მოლური შთანთქმის კოეფიციენტი არის 7200, გარემოს მეჰაფიანობა მესამე კომპონენტის არ არსებობის შემთხვევაში გადაინაცვლებს უფრო ნაკლებად მეჰაფა გარემოსკენ pH=4, ხოლო არსებული მესამე კომპონენტის თანაობისას, გარემოს მეჰაფიანობის მაჩვენებელი გადაინაცვლებს უფრო მეჰაფა გარემოსკენ და pH=2-3. მაქსიმალური შექმთანთქმა შეინიშნება 442-448 ნმ ტალღის სიღრმეზე, ხოლო მაქსიმალური მოლური შთანთქმა ხორციელდება 12000-14200 შუალედში. დაცულია ბერის კანონზე დაქვემდებარების ინტერვალი და სწორხაზოვნების პრინციპი 0,22-2,74 მკგ/მლ შუალედში [129].

3.3.3. Fe (III)-ის კომპლექსწარმოქმნაზე რეაგენტ 2, 3, 4-გრიოქსი-4¹-ფთორბენზოლით გარეშე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა

შესწავლილ იქნა გარეშე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გავლენა Fe(III) კომპლექსწარმოქმნაზე. დადგინდა, რომ მესამე კომპონენტის არსებობისას იზრდება რეაქციის შერჩევითობა ცხრილი 7 [128].

როგორც ცხრილიდან ჩანს კომპლექსწარმოქმნის პროცესზე გარეშე იონების გავლენა ბინარულ და სამ კომპონონენტის სისტემებისთვის ხელის შემშლელ პირობას არ წარმოადგენს. ტუტე მეტალები Fe-R კომპლექსებთან დასაშვები ზღვრული მნიშვნელობით 1360მკგ/მლ. ხელს არ უშლიან კომპლექსწარმოქმნას.

ცხრილი 7. გარე ნივთიერებათა დასაშვები ჯერადი რაოდენობები Fe(III) იონებთან მიმართებაში. მისი ბინარული და შერეულიგანდიანები კომპლექსების სახით განსაზღვრისას (ცდომილება 5%)

იონი ან ნივთიერება	Fe - R	Fe – R-ლამ	Fe – R-ლაპმ	Fe – R-ლაუმ	ო-ფენანგროლი ნი [10]
ტუტე მეტალები	1360	1560	1540	1575	500
ტუტემიწათა მეტალები	670	810	840	820	500
Ni(II)	520	680	635	614	2
Co(II)	425	590	550	585	10
Zn(II)	720	960	920	900	10
Mn(II)	470	650	630	640	500
Cu(II)	170	260	230	250	10
Cd(II)	150	240	230	225	50
Cr(III)	150	260	240	235	20
MoO_4^{2-}	28	46	40	40	5
WO_4^{2-}	220	360	350	350	5
F ⁻	160	210	200	190	500
ლიმონმჟავა	40	65	60	60	
ლვინისმჟავა	14	25	25	20	

მესამე კომპონენტის არსებობისას ტუტე მეტალების გავლენა დასაშვები ზღვრული მნიშვნელობით წარმოადგენს 1540-1575 მკგ /მლ. ხელს არ უშლის კომპლექსწარმოქმნას. ხოლო Fe-R კომპლექსთან Ni(II), Cu(II), Zn(II), Mn(II) იონების დიდი რაოდენობით 220-520 მკგ /მლ. არსებობა ხელს არ უშლის კომპლექსწარმოქმნას. რაც შეეხება ორგანულ ნივთიერებებს : ლიმონის მჟავას და ლეინის მჟავას მათი დასაშვები ჯერადი რაოდენობებით 40-60 მკგ/მლ ხელს არ უშლიან Fe-R-თან კომპლექსწარმოქმნას. აგრეთვე მესამე კომპონენტის შემთხვევაშიც მათი დასაშვები არსებობა (14-25 მკგ/მლ) ხელს არ უშლიან კომპლექსწარმოქმნას.

4 . რკინა(III)-ის რაოდენობრივი განსაზღვრისთვის შემუშავებული სხვადასხვა მეთოდიკა

ბუნებრივ და სამრეწველო ობიექტებში სპექტროფოტომეტრული მეთოდით რკინის შემცველობის განსაზღვრა ანალიზური ლაბორატორიების უმნიშვნელოვანეს ამოცანას წარმოადგენს.

ანალიზურ ქიმიის ზოგადი პრობლემების გადაჭრა, საკვლევ ნივთიერებაში შემაჯავალი ცალკეული კომპონენტების იდენტიფიკაციის და რაოდენობრივი განსაზღვრის ახალი ეფექტური მეთოდების შემუშავება მნიშვნელოვან ამოცანას წარმოადგენს.

პრაქტიკული მნიშვნელობა ენიჭება ანალიზის ფოტომეტრულ მეთოდს, რომელიც დამყარებულია საკვლევი ნივთიერების მიერ ინფრაწითელი, ხილური და ულტრაიისფერი გამოსხივების ან შთანთქმის ინტენსივობის გამომავალზე. ფოტომეტრულ მეთოდებს მიეკუთვნება; ატომურ-აბსორბციული ანალიზი, მოლეკულურ-აბსორბციული ანალიზი, სპექტროფოტო-მეტრული ანალიზი და სხვა. ფოტომეტრულ მეთოდებს დღეისთვის ფართო გამოყენება აქვს მთის ქანებში, ჩამდინარე წყლებში, სხვადასხვა მასალებში, შენაღობებში მეტალების

განსაზღვრისთვის, ამ მეთოდების გამოყენებით ხორციელდება სამკურნალო საშუალებებისა და სუბსტანციების ანალიზი მათი იდენტიფიკაციის, სისუფთავის დასადგენად,

4.1. მდინარის წყალში რკინა(III)-ის 2,3,4 - გრიოქსი - 4' - ქლორაზობენზოლით ჰიდროფობური ამინებით ფოტომეტრული განსაზღვრის მეთოდიკა

პიროგალოლის საფუძველზე სინთეზირებული 2,3,4 - გრიოქსი - 4' - ქლორაზობენზოლით ჰიდროფობური ამინებით დადგინდა, რომ რეაგენტი რკინის იონთან Fe(III)-ის წარმოქმნის შეფერილ კომპლექსურ ნაერთს, რომელიც გამოიყენება Fe(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისათვის.

შესწავლილ იქნა სინთეზირებულ რეაგენტზე მესამეკომპონენტის - პაპავერინის (პაპ); დიბაზოლის (დიბ)-ის; უროგროპინის - (ურ)-ის თანაობისას, ანალური რეაქციების მგრძნობელობის, კონტრასტულობის და შერჩევითობის განსაზღვრის მიზნით მრავალფეროვანი კომპლექსებზე გავლენა. ეს მეთოდიკა გამოვიყენეთ მდინარის წყალში Fe(III)-ის განსაზღვრისათვის.

ანალიზის მსვლელობა: ნიმუშად ავიღეთ მდინარე მტკვარი. ბუნებრივი ნიმუში 2ლ. წყალი, გაფილტრულ და გასუფთავებულ იქნათიხისა და ქვიშის მინარეებისაგან, შემდეგ აღუღდა და დუღილის შემდეგ დავიდა 10 - მლ-ზე. ამ კონცენტრირებული წყლიდან აღებულ იქნა ალიქოგური ნაწილი (2 - 5 მლ), რომელსაც ათავსებენ 25 მლ-იან კოლბაში, უმატებენ 2 მლ $1 \cdot 10^{-3} M$ რეაგენტის და 1,5 მლ-იან $1 \cdot 10^{-1}$ დიბაზოლის ხსნარს და განაზავებენ ჭდეზე $pH = 3$ ბუფერული ხსნარით. მიღებული შეფერილი ხსნარებისათვის ოპტიკური სიმკვრივე გამოვიღო იქნა 1 სმ - სისქის მქონე კიუვეტებით KΦK - 2 ფოტოკოლორიმეტრზე წინასწარ აღებულ მაგრადუირებული გრაფიკის მეშვეობით.

შედეგები: გამოთვლილ იქნა რკინის შემცველობა საანალიზო ნიმუშში (ნაპოვნია Fe 0,49 მგ/ლ; Sr = 0,035). მიღებული შედეგები გადამოწმებული იქნა ატომურ-აბსორბციული ანალიზით (Fe 0,50 მგ/ლ; Sr = 0,042).

4.2. რკინის შემცველობის განსაზღვრა მარწყვში

შემუშავებულ იქნა რკინის განსაზღვრის მეთოდის 2,3,4-გრიოქსიაზობენზოლით, ფენანტროლინისა და α, α -დიპირიდინის თანაობისას. შერჩევითობის მონაცემები საშუალებას გვაძლევს გამოვიყენოთ შემუშავებული მეთოდის რკინის ფოტომეტრული განსაზღვრისთვის მრავალ ლიგანდიანი კომპლექსების სახით მარწყვში.

ანალიზის მსვლელობა: 200 გ. გამომშრალი მარწყვი გადატანილ იქნა გრაფიტის ტიგელში და მოთავსდა მუფელურ ლუმელში $500-750^{\circ}\text{C}$ -ზე გამოწვის მიზნით. მიღებული ნაცარი გაიხსნა 15 მლ მარილმჟავასა და 5 მლ ამოტმჟავას ნაზავში. დამუშავდა სამჯერ 4-5 მლ მარილმჟავით, $60-70^{\circ}\text{C}$ -ზე ამოტის სრული აორთქლებისთვის. დარჩენილი მასა გაიხსნა გამობლილ წყალში. შემდეგ გადატანილ იქნა 50 მლ-იან საზომ კოლბაში და შეივსო ჭდეზე გამობლილ წყლით. იგივე ხსნარის ალიკვოტური ნაწილი გადავიტანეთ 25 მლ-იან კოლბაში, რომელსაც დაემატა 2 მლ $2 \times 10^{-3} M$ რეაგენტის ხსნარი R, 2 მლ $2 \times 10^{-3} M$ ფენანტროლინის ხსნარი და კოლბა შევავსეთ ჭდეზე ბუფერული ხსნარით, რომლის $\text{pH}=2$. ხსნარის ოპტიკური სიმკვრივის გასაზომად გამოყენებულ იქნა ხელსაწყო KFK-2, კიუვეტის სისქე $L=1$ სმ-ს. მაქსიმალური შექმთანოქმა მოხდა 440 ნმ ტალღის სიგრძეზე. რკინის შემცველობა განისაზღვრა წინასწარ აგებული მაგრადულირებელი გრაფიკის მეშვეობით.

შედეგები: მოცემული მეთოდით მარწყვში განისაზღვრა რკინის შემცველობა: $(1,11 \pm 0,05) \times 10^{-3}$ მკგ/მლ-ში R-ის 2,3,4-გრიოქსიაზობენზოლის დამატებისას. $(1,27 \pm 0,06) \times 10^{-3}$ მკგ/მლ-ში განისაზღვრა რკინის შემცველობა რეაგენტზე ფენანტროლინის დამატებისას. მიღებულმა შედეგებმა აჩვენა, რომ მესამე კომპონენტის თანაობისას მიიღება უფრო ზუსტი შედეგი.

4.3. შემუშავებული მეთოდით რკინის რაოდენობის განსაზღვრა თეთრ და შავ ბაღში სინთეზირებული რეაგენტით (2,3,4-გრიოქსი-4-ფტორაზობენზოლით) ღიანტიპირილმეთანის თანაობისას.

ანალიზის მსვლელობა: 200 გ. გამომშრალი ბაღი გადატანილ იქნა გრაფიტის ტიგელში და მოთავსდა მუფელურ ლუმელში $500-750^{\circ}\text{C}$ -ზე გამოწვის

მიზნით. მიღებული ნაცარი გაიხსნა 15 მლ მარილმჟავასა და 5 მლ ამოტმჟავას ნაზავში. დამუშავდა სამჯერ 4-5 მლ მარილმჟავით, 60-70 °C –ზე ამოტის სრული აორთქლებისთვის. დარჩენილი მასა გაიხსნა გამოხდილ წყალში. შემდეგ გადატანილ იქნა 50 მლ-იან საზომ კოლბაში და შეივსო ჭდეშდე გამოხდილი წყლით. იგივე ხსნარის ალიკოტური ნაწილი გადავიტანეთ 25 მლ-იან კოლბაში, რომელსაც დამატდა 2 მლ $2 \times 10^{-3} M$ რეაგენტის ხსნარი R, 1,2 მლ $2 \times 10^{-3} M$ (დამ) -ის ხსნარი და კოლბა შევავსეთ ჭდეშდე ბუფერული ხსნარით, რომლის PH=3. ხსნარის ოპტიკური სიმკვრივის გასაზომად გამოყენებულ იქნა ხელსაწყო КФК-2 , კოუვეტის სისქე L=1 სმ-ს. მაქსიმალური შექმთანთქმა მოხდა 435 ნმ გალლის სიგრძეზე. რკინის შემცველობა განისაზღვრა წინასწარ აგებული მაგრალურიგებული გრაფიკის მეშვეობით.

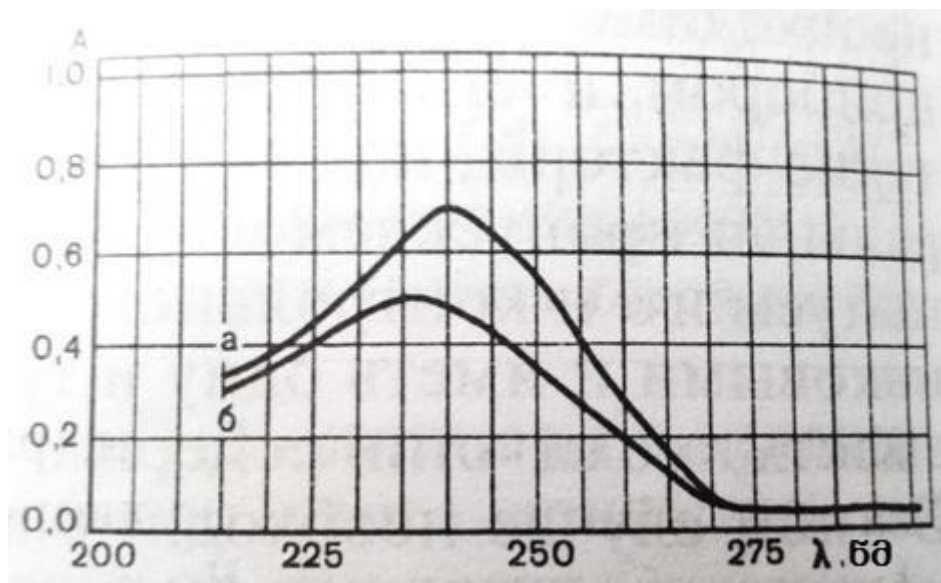
შედეგები: მოცემული მეთოდით თეთრ ბალში განისაზღვრა რკინის შემცველობა: $(3,45 \pm 0,18) \times 10^{-3}$ მკგ/მლ-ში R-ის 2,3,4-გრიოქსი-4-ფთორაზობენზოლის დამატებისას. $(5,51 \pm 0,17) \times 10^{-3}$ მკგ/მლ-ში განისაზღვრა რკინის შემცველობა რეაგენტზე R+(დამ) დამატებისას. მიღებულმა შედეგებმა აჩვენა, რომ მესამე კომპონენტის თანაობისას მიიღება უფრო ზუსტი შედეგი.

4.4. ზოგიერთი სამკურნალო პრეპარატის განსაზღვრის მეთოდოლოგია

სტეროიდული ჰორმონებისთვის გამხსნელად ხშირად გამოიყენება ეთილის (95% ან აბსოლუტური) ან მეთილის სპირტი. ესტროგენებისთვის, რომლებიც მოლეკულაში შეიცავენ ფენოლურ ჰიდროქსიდს, 95% სპირტის გარდა, შესაძლებელია ნატრიუმის ჰიდროქსიდის ხსნარის გამოყენებაც.

სტეროიდული ჰორმონების სპექტრები, რომელთა მოლეკულებიც შეიცავენ C-3-თან ორმაგ ბმას C-4 და C-5 შეუღლებულ კეტო ჯგუფს (კორტიკოსტეროიდები, ანდროგენები, ჰესტაგენები), ხასიათდებიან შთანთქმის მაქსიმუმებით 238-242 ნმ ინტერვალში.

კორტიკოსტეროიდების (კორტიზონის აცეტატის და ჰიდროკორტიზონის აცეტატის) შთანთქმის სპექტრები მოყვანილია ნახაზზე 5:



სურათი 13. კორტიკოსტეროიდების ულტრაიისფერი სპექტრები: a –
ჰიდროკორტიზონის აცეტატი (0.0015% ხსნარი); b –
კორტიზონის აცეტატი (0.0008% ხსნარი)

ინდივიდუალური ნივთიერების რაოდენობრივი შემცველობა (%)
იანგარიშება ფორმულებით:

$$x = \frac{A \cdot b}{E_{1\%}^{1\text{cm}} \cdot a}$$

სადაც, A – ოპტიკური სიმკვრივეა;

b – განზაფება;

a – წონაკი, გ;

$E_{1\%}^{1\text{cm}}$ – შთანქმის ხვედრითი მაჩვენებელი

$$x = \frac{A_1 \cdot C_0 \cdot b \cdot 100}{A_0 \cdot a}$$

A_1 – გამოსაკვლევი ხსნარის ოპტიკური სიმკვრივეა;

სადაც, A_0 – სტანდარტული ნიმუშის ოპტიკური სიმკვრივე

C_0 – სტანდარტული ნიმუშის კონცენტრაცია, $\frac{\text{გ}}{\text{მლ}}$

b – განზაფება;

a – წონაკი, გ

ხოლო აბეზში:

$$x = \frac{A_1 C_0 b q}{A_0 a}$$

$$x = \frac{A b q}{E_{1\%}^{1\%} a}$$

სადაც, q – აბის საშუალო მასაა, გ.

4.5. 0,01 და 0.005 გ აბებში პრედნიზოლონის განსაზღვრა

მეთოდика. პრეპარატის გასრესილი აბების ზუსტ წონაკს, რომლებიც შეიცავენ 0.001 გ პრედნიზოლონს, ათავსებენ 30 მლ ჩამტეობის მზომ კოლბაში, ამატებენ 25-30 მლ 95% სპირტს, ანჯღრევენ 5-6 წუთის განმავლობაში, ავსებენ ჭდეძლე 95% სპირტით და კელავ ურევენ, ფილტრავენ მშრალ კოლბაში, გაღალვრიან ფილტრატის პირველ 10-15 მლ; ფილტრატის 25 მლ პიპეტის საშუალებით გადაქვთ 50 მლ ჩამტეობის მზომ კოლბაში, უმატებენ 95% სპირტს ჭდეძლე და საზღვრავენ მიღებული ხსნარის ოპტიკურ სიმკვრივეს 242 ნმ სიგრძის ტალღაზე კიუვეტში ფენის სისქით 1 სმ. საკონტროლო ხსნარის სახით იყენებენ 95% სპირტს. იგივე გაზომვას იმეორებენ პრედნიზოლონის 0.001% -ის ხსნართან.

პრედნიზოლონის შემცველობა უნდა იოყოს 0.0009-0.0011 გ ან 0.0045-0.0055 გ ერთი აბის საშუალო მასაზე.

დასკვნა

1. რეაგენტი სინთეზირებულია აზოტშემცველი დიაზოტირებული 2, 3, 4 - ტრიოქსიაზობენზოლთან პიროგალლის საფუძველზე სუსტ ტუტე გრემოში.

მისი შედგენილობა და აგებულება დადგენილია იწ და ბმრ სპექტროსკოპის საშუალებით.

2. შესწავლილია პიროგალოლის საფუძველზე სინთეზირებული ექვსი რეაგენტი: 2, 3, 4 - გრიოქსი-4'-ფთორამობენზოლი; 2, 3, 4 - გრიოქსი-4'-ბრომამობენზოლი; 2, 3, 4 - გრიოქსი-4'-ქლორამობენზოლი; 2, 3, 4 - გრიოქსი-4'-იოდამობენზოლი; 2, 3, 4 - გრიოქსი-4'-ამობენზოლი; 2,2', 3, 4' - ტეტრაჰიდროქსი-5'-ნიგროამობენზოლი. სინთეზირებული რეაგენტების იდენტიფიკაცია ჩატარებულია იწ და ბმრ სპექტრებისა და მათი ფიზიკურ-ქიმიური ანალიზის შედეგების მიხედვით.
3. დადგენილია სინთეზირებული რეაგენტის სპექტროფოტომეტრული მახასიათებლები. 372-409 ნმ ტალღის სიგრძეზე შეინიშნება რეაგენტის მაქსიმალური შუქშთანთქმა ორი მაქსიმუმით და რეაგენტი იმყოფება ორ ტაუტომეტრულ ფორმაში. ესენია ამო და ხინონჰიდრაზონ ფორმა. ხინონჰიდრაზონის მაქსიმალური შუქშთანთქმა ახასიათებს 200-325 ნმ ხოლო ამოფორმათა მაქსიმალური შუქშთანთქმა ხდება 400÷325 ნმ ტალღის სიგრძეზე.
4. pH-მეტრული ტიტვრის მეთოდით განსაზღვრულია სინთეზირებული რეაგენტის დისოციაციის მუდმივა P^{K_1} ; P^{K_2} ; P^{K_3} .
5. დადგენილია, რომ P^{K_1} ახასიათებს OH-ჯგუფის დეპროტონიზაციას, რომელიც იმყოფება მოლეკულის არომატულ ნაწილში ორთო მდგომარეობაში. P^{K_2} -ს ახასიათებს (= N - NH -)დეპროტონიზაცია ჰიდრაზონული, ხოლო P^{K_3} -ს ხინონჰიდრაზონული დეპროტონიზაცია.
6. pH-მეტრული ტიტვრით განისაზღვრა მდგრადობის მუდმივა, დადგინდა, რომ კომპლექსის მდგრადობის ცვლილებების ხასიათი დაკავშირებულია ლითონთა იონების სხვადასხვა დონორულ ატომების მსგავსებაზე.
7. კონდუქტომეტრული ტიტვრის მეთოდით შესწავლილია საკვლევი კომპლექსურ ნაერთებში ხვედრითი ელექტროგამტარობა დადგენილია, რომ კომპლექსწარმოქმნისას ხსნარის ხვედრითი ელ. გამტარობის ბრდა დამოკიდებულია წყალბად იონების გამოყოფაზე. რაც უფრო მეტი

რაოდენობით წყალბადიონი გამოიყოფა, მით უფრო მდგრადია მიღებული კომპლექსური ნაერთი.

8. იზომოლალური სერიის და წონასწორობის გადანაცვლების მეთოდებით დადგენილია მიღებული შეფერილი ნაერთების ტაბ (R_1) ; ტქაბ (R_2) ; ტფაბ (R_3) ; ტბაბ (R_4) ; ტიაბ (R_5) შედგენილობა და გოლია 1 : 2.
9. დადგენილია ბერის კანონზე დაქვემდებარების ინტერვალი, რაც გულისხმობს სწორხაზოვან დამოკიდებულებას ხსნარის ოპტიკურ სიმკვრივესა და კონცენტრაციას შორის. დაცულია კონცენტრაციის ინტერვალი: 0,45 – 5,38(FeR_1) ; 0,45 – 3,58 (FeR_2) ; 0,45 – 3,58(FeR_3) ; 0,22 – 2,74(FeR_4) ; 0,22 – 2,74(FeR_5)
10. შესწავლილ იქნა გარეშე იონების და შემნილბავი ნივთიერებების გემოქმედება Fe(III)-ის პ-ჰალოგენჩანაცვლებულ ანილინთან კომპლექსწარმოქმნაზე. ანილინი: H – F; H – Cl; H-Br, H-I; – NO_2 .
11. შესწავლილია პიროგალოლის საფუძველზე სინთეზირებული რეაგენტის 2 ოქსი-5-ნიგროამინიის Fe(III)-ის-თან კომპლექსწარმოქმნა. მესამე კომპონენტების (ღფგ); (ტფმ და ფენანტროლის თანაობისას. მესამე კომპონენტების არსებობისას საგრძნობლად მაგულობს რეაქციის შერჩევითობა.
12. დადგინდა, რომ მესამე კომპონენტების (ფენ; ღფგ; ტფგ) თანაობისას წარმოიქმნება სხვადასხვა ლიგანდიანი კომლექსები. ხოლო კომპლექსწარმოქმნის ოპტიმალური pH გადაინაცვლებს უფრო მეტად გარემოსაკენ pH=1 (ფენ); pH = 2 (ღფგ; ტფგ). ხოლო კომპლექსების მიერ მაქსიმალური შექმთანთქმა შეინიშნება: 413 ნმ Fe(III)-R-ღფგ-სთვის; 411 ნმ Fe(III)-R-ტფგ-სთვის და 417 ნმ Fe(III)-R-ფენისთვის, ხოლო მოლური შთანთქმის მაქსიმალური კოეფიციენტი $\xi = 8,6 \pm 0,01$ ბერის კანონის სწორხაზოვნების ინტერვალი დაცულია კონცენტრაციის დიაპაზონში და

მრავალლიგანდიანი კომპლექსებისთვის არის 0,22 – 3,58 მკგ/მლ, ხოლო ბინარული კომპლექსისათვის 0,90 – 5,38 მკგ/მლ-ია.

13. დადგენილია, რომ მესამე კომპონენტების -ფენ; ლფგ; ტფგ თანაობისას წარმოქმნილ კომპლექსნაერთებში შემავალი კომპონენტების თანაფარდობა ბინარული ნაერთებისათვის Fe(III)-R არის 1 : 2-თან, ხოლო შერეულ ლიგანდიანი კომპლექსებისათვის 1 : 2 : 1.
14. დადგენილია, რომ სინთეზირებული მონაზონაერთები Fe(III)-ის იონებთან წარმოქმნის შეფერილ კომპლექსნაერთებს. რკინის იონების სრული შებოჭვა მიიღწევა რეაგენტის ორჯერადი სიჭარბით. კომპლექსწარმოქმნის რეაქციის მიმდინარეობისას წონასწორობა მყარდება მყისიერად, ხოლო ხსნარების ოპტიკური სიმკვრივე არ იცვლება დროის განმავლობაში.
15. რეაგენტის და მისი კომპლექსების შთანთქმის სპექტრები შესწავლილი იქნა სხვადასხვა pH-ზე გალღის სიგრძის ფართო ინტერვალში.
16. მონაცემთა შერჩევითობის მიხედვით შემუშავებული მეთოდი შესაძლებლობას იძლევა მოიძებნოს რკინის რაოდენობრივი განსაზღვრის ქვედა ზღვარი არსებულთან შედარებით. შემუშავებული მეთოდიკა გამოყენებულ იქნა Fe(III)-ის ფოტომეტრული განსაზღვრისათვის.
სხვადასხვა ლიგანდიანი კომპლექსების სახით ბუნებრივ და სამრეწველო ობიექტში. ექსპერიმენტი ჩატარებულია ზღვის წყალში, მარწყვში; თეთრ და შავ ბალში; სამკურნალო პრეპარატებში Fe(III)-ის აღმოსაჩენად.

გამოყენებული ლიტერატურა

1. 1. Алиева Р.А., Чырагов Ф.М., Мамедова Ф.М., Валиев В.Н. Определение констант диссоциации и констант устойчивости комплексов шиффовых оснований на основе ацетилацетона // Доклады НАНА, 2004, С. 60, № 5-6. с.120
2. Алиева Р.А., Мамедова Ф.М., Чырагов Ф.М. Спектрофотометрическое исследование окрашенного соединения железа (III) с

- бис-[2,34-тригидроксифенилазо]бензидином в присутствии 1,10-фенантролина // Химия комплексных соединений, III научная конференция республики, Баку: Бакинский Университет, 2006, с.72-74
3. Алиева Р.А., Мамедова Ф.М., Чырагов Ф.М. Спектрофотометрическое исследование железа (III) с 2-оксопропил-N-[2-гидрокси-3,5-дисульфофенил]азометином в присутствии дифенилгуанидина // новости Бакинского Университета, 2004, № 3. с.26-30
 4. Алиева Р.А., Мамедова Ф.М., Чырагов Ф.М. 2-[2-гидрокси-3,5-дисульфофенил]пентанон в присутствии дмантипирилфенилметана как аналитический реагент для фотометрического определения железа (III) // Химический журнал Азербайджана, 2005, № 4. с.16-18
 5. Алиева Р.А., Мамедова Ф.М., Чырагов Ф.М. Спектрофотометрическое исследование комплексообразования железа (III) с 2-оксопропил-N-[2-окси-3-сульфо-5-нитрофенил]азометином в присутствии цетилпиридинбромид // Материалы IX научной конференции «Неорганическое материаловедение и физико-химический». Баку: Бакинский Университет, 2004, с.242-246
 6. Мамедова Ф.М. Спектрофотометрическое исследование железа (III) с бис-[2,34-тригидроксифенилазо]бензидином в присутствии цетилпиридинаммоний бромид // II научная конференция республики «Молодой химик». Баку: Бакинский Университет, 2006, с.95-96
 7. Проблемы химии и применения β -дикетонатов металлов // Под ред. В.И. Спицына. М.: Наука, 1982, 265 с
 8. Мамедова Ф.М. Фотометрическое определение железа (III) 2-[2-гидрокси-3-сульфо-5-нитрофенилимин]пентаном в присутствии 2-амино-4-нитро-6-сульфофенола // Журнал химических проблем, 2006, №1. с.151-152
 9. Гордон Дж. Органическая химия растворов электролитов. М.: Мир, 1979, 712 с

10. Инцеди Я. Применение комплексов в аналитической химии. М.: Мир, 1979, 368 с
11. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. М.: Metallurgy, 1964, 386 с
12. Мухамед О.Р. Изучение аналитических возможностей новых производных бензоилацетона и экстракционно-фотометрическое определение некоторых неорганических ионов: Дис. канд.хим.наук. Баку, 1991, 166 с
13. Новопольцева В.М., Осипов А.К., Нищев К.Н., Гурвич Л.Г. Способ фотометрического определения железа(3+) в растворах чистых солей // Патент. Россия RU.Дата публикации 10.09.2008
14. Основы аналитической химии // Под ред. Ю.А.Золотова: В 2-х т. Т. 1. М.: Высшая школа, 1999, 351 с
15. Попова Т.В., Демрачева О.В., Винокуров А.И. Применение бисацетил-ацетонэтилендиимина для фотометрического определения железа в цветных сплавах // Журнал заводская лаборатория, 1991, Т. 57, № 1, с.7-8,
16. Рустамов Н.Х., Алиева А.А. Изучение разнолигандного комплекса железа(III) с п-нитробензолазосалициловой кислотой и хлоридом цетилпиридиния // Материалы всероссийской конференции по аналитической химии «Аналитика России» посвященной 100-летию со дня рождения академика И.П. Алимарина. Москва, 2004, с. 361
17. Умланд Ф., Янсен А., Тириг Д., Вюнш Г. Комплексные соединения в аналитической химии. М.: Мир, 1975, 531 с
18. Мамедова Ф.М.Спектрофотометрическое исследование комплексообразованияжелеза (III)азометиновыми производными ацетилацетона в присутствии третьих компонентов // XI научная конференция докторантов и молодых исследователей.Баку: Бакинский Университет, 2006, с.27 2,3
19. Аксенова А. Г., Гавриленко Н. А., Мокроусов Г. М. Определение железа(2+, 3+) реагентами, иммобилизованными в полиметакрилатную матрицу // Тезисы докладов VII

конференции «Аналитика Сибири и Дальнего Востока». Новосибирск: Институт катализа СО РАН, 2004, Т. 1. с. 175

- 20.Алексеевский В.А., Носирова Р.Н. Разделение и концентрирование в аналитической химии // Материалы международного симпозиума, посвященного юбилею академика Ю. А. Золотова, Краснодар, 2002. Краснодар 2002. с. 137-138
21. Алиева Р.А., Мамедов М.Ф., Чырагов Ф. М. 2,2',3,4-тетраокси-3'-сульфо-5'-нитроазобензол как аналитический реагент для фотометрического определения железа (3+) // Вести. Бакин. ун-та. Сер.естеств. н. N 4. 2005. ст. 25-28
- 22.Альберт А., Сергент Е. Константы ионизации кислот и оснований. М-Л.: Химия, 1964, 179
- 23.Алиева Р.А., Мамедова М.Ф., Чырагов Ф.М., Зейналова Н.М. Исследование комплексообразования железа (III) с бис-[2,3,4-тригидроксифенилазо] бензидином в присутствии поверхностно-активных веществ //VI Всероссийской конференции по анализу объектов окружающей среды «Экоаналитика-2006», с. 59
- 24.Гарновский А.Д., Васильченко И.С.Таутомерия и различные виды координации типичных хелатирующих лигандов с металлами // Успехи химии, 2005, Т. 74, № 3, с. 211-234
- 25.ГОСТ 15027-77. Бронзы безоловянные. Методы химического анализа
- 26.Мамедов С.Ш., Гаджиева С.Р., Ханларов Т. Г.Полимерные комплексообразование соединения как реагент для фотометрического определения ионов железа(III) // 18 Менделеевский съезд по общей и прикладной химии, Москва, 23-28 сент. 2007. т.4 ст. 180
- 27.Нагиев Х.Д., Чырагов Ф.М., Гамбаров Д.Г., и др. Экстракционно-фотометрическое определение железа(III) в медных сплавах // Журнал заводская лаборатория, 2009, Т. 63, № 7, с. 5-7
- 28.Польяк Л.Я. Колориметрическая реакция на железо с

диантипирилметаном // Журнал заводская лаборатория, 1997, Т. 26, № 4, с.388-389

29. Редди В.К., Редди С.М., Редди П.Р. и др. Одновременное спектрофотометрическое определение меди(2+), ванадия(5+) и железа(3+) с использованием бензоилгидразона 2-гидрокси-1-нафталальдегида // Журнал аналитической химии, 2000, Т. 55, № 5, с. 486-490
30. Рустамов Н.Х., Керимова А.А. Экстракционно фотометрическое определение железа(3+) с гетероциклическими диаминами и азопроизводными салициловой кислоты // Завод. лаб. Диагност.матер. №5, 2009. т. 75. ст. 3-8.
31. Упор Э., Мохай М., Новак Д. Фотометрические методы определения следов неорганических соединений. М.: Мир, 1985, 360 с
32. Чырагов Ф.М. Комплексные соединения металлов с производными β-дикетон: синтез, строение, свойства и аналитическое применение: Дис. док.хим.наук. Баку, 2003, 264 с
33. Эспанди Ф, Алиева Р.А., Бахманова Ф.Н., Гамидов С.З., Чырагов Ф.М. "Определение железа(III) в воде с предварительным концентрированием на хелатообразующем сорбенте" // Azərbaycan kimya jurnalı, №3, 2014
34. Саввин С.Б., Чернова Р.К., Штыков С.Н. Аналитические реагенты. Поверхностно-активные вещества. М.: Наука, 1991, 251 с
35. Кикнадзе Н.О., Кикнадзе М.О. Определение ионов железа в слабоминерализованных водах Аджарии // Хим. ж. Грузии №3. 2007. ст. 274-275
36. Основы аналитической химии. Практическое руководство // Под ред. Ю.А.Золотова. М.: Высшая школа, 2001, 463 с
37. Пилипенко А.Т., Тананайко М.М. Разнолигандные и разнометалльные комплексы и их применение в аналитической химии. М.: Химия, 1983, 221 с.
38. Кочелаева Г.А., Иванов В.М., Прохорова Г.В. Цветометрические характеристики двух- и трехкомпонентных комплексов

- молибдена(VI) с о,о'-диокси- или гетероциклическими азосоединениями // Журнал аналитической химии, 2008, Т. 55, № 1, с. 18-25
39. Нагиев Х.Д. Фотометрическое определение железа(III) в растворах лимонной кислоты // Тез.докл. респ. науч. конф. молодых ученых и аспирантов. 1998, Баку-1998. с.85
 40. Булатов М. И. Расчеты равновесий в аналитической химии. Л.: Химия, 1984, 185 с
 41. Бьеррум Я. Образование аминов металла в водном растворе. Теория обратимых ступенчатых реакций М.: ИЛ, 1961, 308 с
 42. Chi, Guangyu; Chen, Xin; Shi, Yi; Zheng, Taihui; Zhao, Muqiu. Method for detecting amorphous iron in soil by spectrophotometry with phenanthroline as color-developing agent // Faming Zhuanli Shenqing Gongkai Shuomingshu (2010), CN 101738391 A 20100616
 43. Ni, Renjie; Huang, Yu. Determination of micro Fe(II) in the water sample by Gemini cationic surfactant increasing sensitivity spectrophotometry // Guangdong Huagong (2013), 40(7), 166-167, 169.
 44. Мирзаева Х.А., Ахмедов С.А. Ацетилацетон как аналитический реагент для фотометрического определения железа(III) // Анал. объектов окруж. среды; Тез.докл. 4-й. Всерос. конф. "ЭКОАНАЛИТИКА-2000" с междунар. Участием. Краснодар, 2000, с.203
 45. Коломиец Л.Л., Пилипенко Л.А., Жмудь И.М., Панфилова И.П. Использование производной спектрофотометрии для избирательного определения никеля, кобальта, меди и железа (III) 4-(2-пиридилазо) резорцином в бинарных смесях // Журнал аналитической химии, 1999, Т. 54, №1, с. 34-36
 46. Tharpa, Kalsang; Basavaiah, Kanakapura. Bromatometric assay of simvastatin in pharmaceuticals // Journal of Analytical Chemistry (2009), 64(11), 1193-1198 24
 47. Lavudu, Petikam; Sekaran, Chandra Bala; Gayathri, Nallani; Srinu, Tumpara; Rani, AvulaPrameela. Analysis of pramipexole dihydrochloride by vis-spectrophotometric methods: development

and validation // Journal of Pharmacy Research (2011), 4(5), 1493-1496.

48. Нопи А.Н., Сурова Т.В., Икашина Т. В. Бензгидроксамовая кислота- реагент для аналитического определения железа (3+). Проблемы теоретической и экспериментальной химии. Тезисы докладов 14 Российской студенческой научной конференции посвященной 80-летию со дня рождения профессора В.Ф. Барковского. Екатеринбург, 2004. Екатеринбург: Изд-во Ур. ГУ. 2004. с.9
49. Гаммет Л. Основы физической органической химии. М.: Мир, 1972, 535 с.
50. Teixeira Leonardo S.G., Rosha Fabio R.P. A green analytical procedure for sensitive and selective determination of iron in water samples by flow-injection solid-phasespektrophotometry // Talanta N4. 2007. т. 71. ст. 1507-1511
51. Xia, Shiping. Simultaneous determination of iron (II) and cobalt (II) by spectrophotometry // HuaxueFenxiJiliang (2010), 19(1), 43-45.
52. Parikh, K. S.; Patel, R. M.; Patel, K. N. 2-Hydroxy-4-n-butoxy-5-bromopropiophenone thiosemicarbazone as spectrophotometric reagent for iron // Asian Journal of Chemistry (2010), 22(4), 2805-2810.
53. Zhao Jian-Ying Изучение синтеза реагента α -[(4-аминоантипирин) азо]- β -нафтилгидроксида и его цветной реакции с железом(3+) // Jiangxi shifan daxue. Ziran kexue ban. N2, 2006.т 30, ст. 148-150
54. Амрахов Т.И. Спектрофотометрическое исследование разнолигандных комплексов железа(3+) с 2,6-дитиол-4-третбутилфенолом в присутствии гуанидина и его производных //VI Республиканская научная конференция «Физико-химический анализ и неорганическое материаловедение», Баку, 2000, с.214-217
55. Астахов К.Б., Вериникин В.Б., Зимин В.И., Зверева А.Д. Спектрофотометрическое изучение комплексообразования некоторых редкоземельных элементов с нитрилоуксусной кислотой // Журнал неорганической химии, 1961, Т. 6, № 6, с. 2069-2076
56. Берштейн И.Я., Каминский Ю.Л. Спектрофотометрический

- анализ в органической химии. Л.: Химия, 1975, 232 с
57. Катанаева В.Г., Радгенка Н.А. Определение железа и никеля в растворах для металлического покрытия момент и его отходах методом спектрофотометрии // Анал. объектов окруж. среды; Анал. Тез.докл. 4-й Всерос. конф. «Экоаналитика -2000» с международ. участием. Краснодар, 2000, Краснодар 2000, с. 187-189
58. Кочелаева Г.А., Иванов В.М., Гусейнова А.Р. Комплексообразование в системе молибден(VI) – 3,5-ди-Br-ПААФ – гидроксиламин в растворе и на сорбенте // Вестник Московского Университета. Химия, 2009, Т. 43, № 3, с. 155-162
59. Лазарев А.И., Харламов И.П., Яковлев П.Я., Яковлева Е.Ф. Справочник химика-аналитика М.: Металлургия, 1976, 184 с
60. Нагиев Х.Д., Эспанди Ф.Э., Алиева Р.А., Гюллярди У.А., Чырагов Ф.М. Определение микроколичеств железа в фруктах // Аналитика и контроль, Т.17, №1, 2013, с.107-112
61. Рабинович В.А., Хавин З.Я. Краткий химический справочник. М.: Химия, 1978, 392 с
62. Бабаев А.К. Фотометрическое определение железа (III) и некоторых сопутствующих элементов β -дикетонами и их азометиновым производными: Дис. ... канд.хим.наук. Баку, 1982, 188 с
63. Рустамов Н.Х., Алиева А.А., Агамалиева М.М. Экстракционно-фотометрическое определение железа (3+) с ароматическими диаминами и динитробензолазосалициловой кислотой // Журнал хим. пробл., 2008, № 2, с.83-86
64. Булатов М. И., Калинин И. П. Практическое руководство по фотометрическим и спектрофотометрическим методам анализа. Л.: Химия, 1972, 407 с
65. Денисова С. А., Леснов А.Е., Петров Б. И. Экстракционно-фотометрическое определение ионов железа и кобальта с использованием системы вода-диантипирилметалнафтами 2-сульфо-кислота-тиоцианат ион // 7 Конференция "Аналитика Сибири и Дальнего Востока – 2004", Новосибирск, 11-16 окт., 2004; Тезисы докладов. Т. 1. Новосибирск; Изд-ва Ин-та катал. Со РАН. 2004, с. 214
66. Свердлова О.В. Электронные спектры в органической химии. Л.: Химия, 1985, 248с
67. Степин В.В., Силаева Е.В., Курбатова В.И., и др. Анализ цветных металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1974. с.12
68. Чырагов Ф.М. Новый реагент для фотометрического определения железа в медных сплавах // Журнал заводская лаборатория, 1999, Т. 65, № 9, с.25-26
69. Эспанди Ф. Изучение комплексообразования железа(III) с 3-(2-гидрокси-3-сульфо-5-нитрофенилазо)-пентан-2,4-диона в

- присутствии катионных поверхностно-активных веществ // Химические проблемы, 2012, №4, стр. 516-521
70. Эспанди Ф., Алиева Р.А., Алиева Ф.С., Чырагов Ф.М. Изучение комплексообразования железа(III) с 3-(2-гидрокси-3-сульфо-5-нитрофенилазо)-пентан-2,4-диона в присутствии диантипирилметана и его гомологов // Вестник БУ, Естественные науки, 2012, №3, стр. 30-37
 71. Бусев А.И. Синтез новых органических реагентов для неорганического анализа. М.: МГУ, 1972, 245 с
 72. Абдуллаев Р.А. Изучение аналитических возможностей новых производных ацетилацетона для экстракционно-фотометрического определения неорганических ионов: Дис. ... канд.хим.наук. Баку, 1990, 140 с
 73. Панталер Р.П., Тимченко А.К., Авраменко Л.И., Бланк А.Б. Экспрессное полуколичественное определение железа в питьевой воде с помощью индикаторной бумаги // Журнал аналитической химии, 1997, Т. 52, № 4, с. 384-386
 74. Пешкова В.М., Мельчакова Н.В. β-Дикетоны. М.: Наука, 1986, 200 с
 75. Kruanetr Senee, Liawruangrath Saisunee, Youngvises Napaporn. A simple and green analytical method for determination of iron based on micro flow analysis // Talanta N1. 2007. т. 73. ст. 46-53
 76. Anusuya Devi, V. S.; Krishna Reddy, V.; Mohan Reddy, K. Direct, derivative and simultaneous spectrophotometric methods of determination of iron(II) and uranium(VI) in various environmental, biological and ore samples // Archives of Applied Science Research (2011), 3(4), 265-279.
 77. Tang Ning-li, Zhon Yan-hong. Спектрофотометрическое определение протепка в форме комплекса трехвалентного железа с ализариновым красным С // GuilingongxueyuaneuebaoN4/ 2008. т. 28. ст. 539-541
 78. Tang Yi-Nan, Yan Yuan, Chen Xing, Zhu Ging Gong Nui, Gao Hong-Wen. Highly sensitive determination of iron ions in water with bromopyroqallol redly light absorption ratio variation spektrophotometry // Justrum. Sci. and Technol. N2. 2008. т. 37. р. 378-382.
 79. Нагиев Х.Д. Определение железа(III) с N-(2-нитро-3-сульфо-оксифенил)-4-(1-фенил-3-метилпиразолон-5)-фенилметаном // Тез.докл. респ. научн. конф. молод. уч. и аспирантов. 1995. Баку-1996. ч.1.с.48-49
 80. Нагиев Х.Д., Чырагов Ф.М., Гамбаров Д.Г., Магеррамова Л.М. Определение железа(III) в растворах трилона Б // Матер. научн. конф. посв. 80-летию Азерб.Демокр.Респуб. 1998. Баку-1998. ч.1. с.97
 81. Николов Н., Денчев Ж. Спектрофотометрическое определения железа в алюмоаммониевых квасцах при помощи

- 1,10-фенантролина // хим. и инд., 1989, Т.61, № 4, с.37
82. Нагиев Х.Д. Новые производные пиразолона, как аналитические реагенты для спектрофотометрического и экстракционно-атомно-абсорбционного определения железа(III), кобальта(II) и меди(II): Дис. канд.хим.наук. Баку, 1997, 207 с
 83. Ma, Hong-yan; Gao, Rui; Sun, Xue-hua; Zhao, Mei; Chen, Yan-kai. Study on the determination of vitamin C with sulfosalicylic acid-iron(III) system by spectrophotometry // HuaxueShiji (2009), 31(8), 619-621
 84. Cedillo, Diana M.; Smith, K. C. Spectrophotometric determination of acetaminophen content and release time from over-the-counter gel capsules // Abstracts of Papers, 245th ACS National Meeting & Exposition, New Orleans, LA, United States, April 7-11, 2013, CHED-471
 85. Jiang Ying, Yang Jing-yi, Zhang Bei-lei, Xu Xin-ru. Спектрофотометрическое определение железа при гидрокрекинге неочищенного масла // РЖХ-ин. 07.23-19 г.167. 2007
 86. Pourreza, Nahid; Rastegarzadeh, Saadat; Kiasat, Ali Reza; Yahyavi, Hossein. Spectrophotometric determination of iron(II) after solid phase extraction of its 2,2' bipyridine complex on silica gelpolyethyleneGlyco // Spectroscopy (New York, NY, United States) (2013), 548345, 6 pp
 87. Zhang, Qiu-Ju; Cui, Shi-Yong; Fan, Zhu-Feng; Yu, Ke. Spectrophotometric determination of trace iron with 5-Br-PADAP in the presence of hexadecylpyridinium bromide // GuangpuShiyanshi (2008), 25(2), 229-232.
 88. Basavaiah, K.; Krishna, V. Rama; Kumar, U. R. Anil. Quantification of an antiviral drug (stavudine) by three procedures based on redox and complex formation using Nbromosuccinimide // Indian Journal of Chemical Technology (2007), 14(3), 313-316.
 89. Vladescu Luminita, Radu Cristian F. Solochrome yellow 2 GS as organic reagent for spectrometric determination of iron(III) // Rev. roum. Chim. N1. 2009. Т. 54. Ст.85-92
 90. Ran, Guang-fen; Mai, Hai-zhou. Study on simultaneous determination of trace Fe²⁺ and Fe³⁺ in rock salt by spectrophotometry // YanhuYanjiu (2008), 16(1), 22-26.
 91. Swarna, C.; Purushotham Naidu, K.; Nagendrudu, G.; Naidu, N. V. S.; Saraswathi, K. Spectrophotometric method for the determination of carboxin in its formulations and environmental samples // E-Journal of Chemistry (2011), 8(4), 1680-1685
 92. Bagherian, Ghadamali; Chamjangali, Mansour Arab; Berenji, Zeinab. Determination of iron(II) in pharmaceuticals based on its catalytic effect on the bromate-crystal violet reaction by spectrophotometric

- detection // Eurasian Journal of Analytical Chemistry (2009), 4(3), 285–293.
93. Makhijani, Ritika M.; Barhate, V. D. Extractive spectrophotometric determination of iron (II) with [N-(o-methoxybenzaldehyde)-2-aminophenol] // International Journal of Current Pharmaceutical Research (2013), 5(2), 86–89.
 94. Dai, Yang-ye; Yang, Sheng-xiao; Xu, Xiu-quan; Wu, Chun-du. Determination of trace hydrogen peroxide in rain by malachite green-Fe(II) catalytic kinetic spectrophotometric system // GuangpuShiyanshi (2012), 29(4), 2079–2083.
 95. Anusuya Devi, V. S.; Krishna Reddy, V. Spectrophotometric determination of iron(II) and cobalt(II) by direct, derivative, and simultaneous methods using 2-hydroxy-1-naphthaldehyde-p-hydroxybenzoichydrazone // International Journal of Analytical Chemistry (2012), 981758, 12 pp.
 96. Гавриенко.Н.А., Мохова О.В. Сорбентонно-спектрофотометрическое определение железа(2+,3+) с использованием органических реагентов, иммобилизованных в полиметакрилатную матрицу // Ж. анал. химии. N11. 2008. т. 63. ст. 1141–1146
 97. Дёрффель К. Статистика в аналитической химии. М.: Мир, 1994, 268 с.
 98. Хаивинская Л.В., Емельянова Л.Н., Сидиророва Л.Г., Юшинов А.В., Гидробромид-2-морфолина-5-пиридил-2-1,2,3-тиадиазона в качестве реагента для фотометрического определения железа(III). А.С. 11 89862(СССР) Оpubл. в Б. Н. 1985, № 41
 99. Иванов В. М., Чин Тхи Май, Фигуровская В. Н., Мамедова А. М., Ершова Н. И. Цветометрические характеристики комплексов железа(2+, 3+) с 1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфокислотой // Ж. аналит. химии N.9, 2006. т. 61. ст. 932–937
 100. Кукушкин Ю.Н., Буданова В.Ф., Седова Г.Н. Термические превращения координационных соединений в твердой фазе. Л.: Ленинградского университета, 1981, 176 с
 101. Кришна Р.В., Мутта Р.С., Иенья А.Н., и др. Спектрофотометрическое определение железа, меди в сплавах, рудах, органах животных, сельскохозяйственных продуктах, воде β-дикетонатных аддуктов // Журнал аналитической химии, 2009, Т. 58, № 5, с. 499–503
 102. Прайс В.Дж. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия. М.: Мир, 1976, 355 с
 103. Рудомёткина Т.Ф., Иванов В.М. Сольватация тиазольных азосоединений органическими растворителями и ее аналитическое использование // Журнал аналитической химии, 1982, Т. 37, № 8, с. 1406–1415
 104. Поманова Е.П., Булатов М.И., Муховикова Н.П. Экстракционно-фотометрическое определение никеля(2+),

- железа(3+), цинка(2+) и хрома(3+) при их совместном присутствии // Журнал прикладной химии, 2004, с.5
105. Рустамов Н.Х., Алиева А.А., Агамалиева М.М. Исследование разнолигандных комплексов железа(3+) с-нитробензолазосалициловой кислотой и цетилтриметиламмоний бромидом // Тезисы докладов VII конференция «Аналитика Сибири и Дальнего Востока». Новосибирск: Институт катализа СО РАН, 2004, Т. 1. с. 308
 106. Алиева Р.А., Мамедова М.Ф., Чырагов Ф. М. Спектрофотометрическое определение железа(3+) с бис-(2,3,4-тригидроксифенилазо) бензидином и гидрофобными аминами в виде разнолигандных комплексов// Вест. Бакин. Ун-та. Сер.естест. н. N2. 2006. ст. 36-41
 107. Алиева Р.А., Мамедова М.Ф., Чырагов Ф.М. 2,2',3,4-тетраокси-3'-сульфо-5'-нитроазобензол как аналитический реагент для фотометрического определения железа (III) // Вестник бакинского университета, 2005, №4. с. 25-28
 108. Робертс Дж., Касерио М. Основы органической химии: В 2-х т. Т. 2. М.: Мир, 1978, 888 с
 109. Дедков Ю.М. Методы получения химических реактивов и препаратов: В 22. М.: ИРЕА, 1970, 56 с
 110. Брицке М.Э. Атомно-абсорбционный спектрохимический анализ. М.: Химия, 1982, 223 с
 111. Kamran T. Mahmudov,a,b Maximilian N. Kopylovich,a* MattiHaukka,cGunay S. Mahmudova,a,bEspandi F. Esmaeila,b,dFamir M. Chyragov,b Armando J. L. Pombeiroa,* Aqua complex of iron(III) and 5-chloro-3-(2-(4,4-dimethyl-2,6-dioxocyclohexylidene)hydrazinyl)-2-hydroxybenzenesulfonate: structure and catalytic activity in Henry reaction // Journal of Molecular Structure, 2013, Vol.1048, pp. 108-112
 112. ГОСТ 6689.5-92. Никель, сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения железа
 113. Грибанова А. В., Рыкова. А. И. Химические тест- методы определения Fe⁺ в водной среде // Проблемы теоретической и экспериментальной химии. Тезисы докладов XV Российской студенческой научной конференции, посвященной 85-летию Уральского Государственного Университета им. А. М.Горького, Екатеринбург, 2005, Изд-во Ур. ГУ. 2005. с.73-74
 114. Zheng Xiaomin, Wang Xuemi, Yang Ping Определение железа в наноструктурах диоксида титана методом спектрофотометрии с 1,10-фенантролином // G tie fan tai. N1. 2006.т 27. ст. 64-67
 115. Qiu, Shan; Qiu, Xingchu; Huang, Shuming. Rapid determination of micro iron in acid copper plating bath by spectrophotometry // Diandu Yu Tushi (2003), 22(3), 51-52.

116. Miyauchi Toshiyuki, Kuroki Kazuki, Uoe Konsuke, Mori Hidehiko, Makato Синтез органофосфатов трехвалентного железа, содержащих фосфоновую кислоту и его применение в качестве реагента для спектрофотометрического определения // РЖХ-ин. 07.23-19 г.9. 2007
117. Нагиев Х.Д., Чырагов Ф.М., Гамбаров Д.Г., и др. Экстракционно-фотометрическое определение железа(III) с N-(1-фенил-2,3-диметил-пиразолон-5)-С-(1-фенил-3-метилпиразолон-5)-фенилазометином // Сб. научн. тр. молод.исследователей. Баку, 1996, с.170-175
118. Беллами Л. Инфракрасные спектры сложных молекул. М.: ИЛ, 1963, 500 с.
119. Саввин С.Б., Кузин Э.Л. Электронные спектры и структура органических реагентов. М.: Наука, 1974, 277 с
120. Singh, Kaman; Mohan, Sudhanshu. Sensitive extractive spectrophotometric determination of iron in sugar and it's allied products with pyridoxal-4-phenyl-3-thiosemicarbazone (PPT) // International Sugar Journal (2003), 105(1259), 531-534.
121. Гусейнов Ф. Э. Исследование и аналитическое применение комплексообразования редкоземельных элементов с азопроизводными пирогаллола и хромотроповой кислоты. Канд. диссерт. Баку. 2007, 24 с.
122. Махмудов К. Т. Исследование и аналитическое применение комплексов, образованных азопроизводными β-дикетонс с медью (II). Дис.канд. хим. наук. Баку. 2007, 215 с.
123. Саввин С. Б. Органические реагенты группы арсеназо III. М.: Атомиздат, 1972, 352 с.
124. Бейтс Р. Определение pH. Теория и практика. Л.: Мир. 1972. 400 с.
125. Немодрук А. А., Абалакина В. М., Морейская Л. В., Бурмистров М. Т. Руководство методы аналитического контроля в интенсивной металлургии. М.: 1983. Т.9. 92 с.
126. ი.უგრეხელიძე, მ.ცინცაძე, ა.ნაგერამოვი. პიროგალლოლის ამოწარმოებულებთან Fe(III)-ის კომპლექსნაერთების სინთეზი და კვლევა. კერანიკა, Vol. 19.2(38), 2017. გვ. 57-60
127. ნ.იმნაძე, ი.უგრეხელიძე. სპექტროფოტომეტრიული მეთოდით Fe(III)-ის კომპლექსწარმოქმნის შესწავლა. სტუდენტთა 85-ელია საერთ. სამეცნ. კონფ.. სტუ. თბილისი. 2017.
128. И.Р.Угрехелидзе, Н.Имнадзе, Т.Тусиашвили, М.Г.Цинцадзе, А.Магемаров. Изучение комплексообразования железа(III) с 2,3,4-триокси-4-фторазобензолом в присутствии диантипирилметана и его гомологов спектрофотометрическим методом. Химический журнал Грузии. Т.17 №1. 2017. С.12-16
129. И.Угрехелидзе. спектрофотометрическое изучение комплексообразования железа(III) с 2,3,4-триокси-4-хлоразобензолом в присутствии третьего компонента. Межд. Научн. конф. „Химия коорд.соед. актуальные проблемы аналит. химии“. Тезисы докл. Баку 2017. С.77-78

