



UDK: 543.251:541.25:541.13:541.8

Maxsuda NAZAROVA,
Toshkent davlat texnika universiteti tayanch doktoranti
E-mail: maxsudaqaxramonovna@gmail.com
Qudrat BOQIYEV,
O'zbekiston Milliy universiteti tayanch doktoranti
Maqsud SAYFIYEV,
O'zbekiston Milliy universiteti o'qituvchisi, PhD
Dilshod ZIYAYEV,
O'zbekiston Milliy universiteti dotsenti, PhD

Toshkent farmatsevtika instituti dotsenti, f.f.n. B.Muxamedova taqrizi asosida

DETERMINATION OF Fe(III) IONS IN LIPSTICK USING A MODIFIED GRAPHITE ELECTRODE BY INVERSION VOLTAMMETRIC METHOD

Annotation

The article highlights the determination of Fe(III) ions in cosmetic products - lipsticks - using the inversion voltammetric (IV) method with a chitosan-modified graphite-based electrode. The study investigated the possibility of directly detecting the trivalent form of iron (Fe^{3+}) based on the electrochemical signal without a reduction step. It was demonstrated that chitosan modification significantly enhances the sensitivity and selectivity of the electrode, reduces background noise, and ensures high analytical accuracy toward heavy metal ions. The results showed that the iron content in lipstick samples considerably exceeded international standards, emphasizing the urgency of addressing the hygienic safety of such products. The proposed approach, due to its environmental friendliness, cost-effectiveness, and rapidity, offers an efficient tool for monitoring heavy metal ions in cosmetic products.

Keywords: Fe(III) ion, inversion voltammetry, chitosan, lipstick, selectivity.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ Fe(III) В СОСТАВЕ ГУБНОЙ ПОМАДЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА НА ОСНОВЕ МОДИФИЦИРОВАННОГО ГРАФИТОВОГО ЭЛЕКТРОДА

Аннотация

В статье рассмотрено определение ионов Fe(III) в составе косметических средств - губных помад с использованием инверсионно-вольтамперометрического (ИВ) метода на основе графитового электрода, модифицированного хитозаном. В исследовании изучена возможность прямого определения трёхвалентного железа (Fe^{3+}) по электрохимическому сигналу без стадии восстановления. Показано, что модификация хитозаном существенно повышает чувствительность и селективность электрода, снижает фоновые шумы и обеспечивает высокую точность анализа по отношению к ионам тяжёлых металлов. Результаты выявили, что содержание железа в образцах губных помад значительно превышает международные стандарты, что подчёркивает актуальность проблемы их гигиенической безопасности. Предложенный подход отличается экологической чистотой, низкой стоимостью и быстротой, что делает его эффективным инструментом для мониторинга ионов тяжёлых металлов в косметических средствах.

Ключевые слова: ион Fe(III), инверсионно-вольтамперометрия, хитозан, губная помада, селективность.

INVERSION-VOLTAMPEROMETRIK USULDA MODIFIKATSIYALANGAN GRAFIT ASOSIDAGI ELEKTROD YORDAMIDA Fe(III) IONINI LAB BO'YOG'I TARKIBIDAN ANIQLASH

Annotatsiya

Maqolada inversion-voltamperometrik (IV) usulda xitozan bilan modifikatsiyalangan grafit asosidagi elektrod yordamida kosmetik mahsulot - lab bo'yoqlari tarkibidagi Fe(III) ionlarini aniqlash yoritilgan. Tadqiqotda temirning uch valentli shakli (Fe^{3+}) qaytarilmasdan elektrokimyoviy signal asosida bevosita aniqlash imkoniyati o'rganildi. Xitozan modifikatsiyasi elektrod sezuvchanligi va selektivligini sezilarli darajada oshirib, fon shovqinlarini kamaytirishi hamda og'ir metall ionlariga nisbatan yuqori tahlil aniqligini ta'minlashi ko'rsatib berildi. Natijalarda pomada namunalarda temir miqdori xalqaro standartlardan ancha yuqori ekanini aniqlanib, bunday mahsulotlarning gigienik xavfsizligi masalasi dolzarb ekanini ta'kidlandi. Taklif etilgan yondashuvning ekologik tozaligi, arzonligi va tezkorligi uni kosmetik vositalarda og'ir metall ionlarini monitoring qilishda samarali vosita sifatida qo'llash imkonini beradi.

Kalit so'zlari: Fe(III) ion, inversion-voltamperometriya, xitozan, lab bo'yoqi, selektivlik.

Kirish. Temir va uning birikmalari, ayniqsa temir oksidlari (Fe_2O_3 , Fe_3O_4) kosmetik vositalar tarkibida keng qo'llanadi. Buning asosiy sababi shundaki, ular tabiiy pigment sifatida turli xil ranglar — qizil, jigarrang, sariq va qora tuslarni hosil qiladi. Shu bois, lab bo'yoqlari, tenlar va rumyanalarda rang beruvchi asosiy komponent sifatida ishlatiladi. Temir oksidlari yorug'lik va tashqi muhit ta'siriga chidamli bo'lgani uchun kosmetik vositalarda rangning uzoq muddat saqlanishini ta'minlaydi. Temir oksidlari ayrim hollarda kosmetik mahsulotlarning tuzilishi va fizik xususiyatlarini yaxshilashda ham qo'llanadi. Ular mahsulotning zichligi va yopishqoqligini ta'minlab, teriga bir xil taqsimlanishiga yordam beradi.

Temir inson organizmida muhim biologik funksiyalarni bajaruvchi mikroelement hisoblanadi. U asosan gemoglobin, mioglobin va ba'zi fermentlarning tarkibiy qismi sifatida kislorod tashish va metabolik jarayonlarda faol ishtirok etadi. Shu bilan birga, temirning ortiqcha miqdori organizmga toksik ta'sir ko'rsatishi, stressni kuchaytirishi, teri, jigar hamda yurak faoliyatiga salbiy ta'sir qilishi mumkin. Kosmetik mahsulotlar, jumladan, lab bo'yoqlari tarkibiga temir oksidlari pigment sifatida yoki texnologik zarurat tufayli qo'shiladi. Xalqaro me'yorlarga ko'ra, kosmetik vositalarda og'ir metallarning, xususan temirning ruxsat etilgan darajadan oshib ketishi salomatlik uchun xavfli hisoblanadi [1]. Shu bois, bunday mahsulotlarda Fe(III) ionlarini aniqlash va ularning miqdorini nazorat qilish dolzarb masala hisoblanadi.

An'anaviy kimyoviy analiz usullari (atom-absorbsiya spektroskopiyasi, ICP-MS va b.) yuqori aniqlikka ega bo'lsada, ularning asbob-uskunalar qiymati bo'lib, murakkab namunalarni tayyorlash bosqichini talab qiladi. So'nggi yillarda esa elektrokimyoviy tahlil usullari, xususan, inversion-voltamperometriya (IV) usuli tezkorligi, sezuvchanligi va arzonligi bilan ajralib turadi. Ayniqsa, elektrod sirtini modifikatsiyalash orqali aniqlanish chegarasini yanada kamaytirish va ionlarga nisbatan selektivlikni oshirish mumkin [2]. Ushbu maqolada xitozan modifikatsiyasiga ega bo'lgan grafit asosidagi elektrod yordamida kosmetik pomada tarkibidagi Fe(III) ionlarini qaytarish bosqichsiz bevosita aniqlash imkoniyati o'rganildi. Tadqiqotda ishlab chiqilgan elektrokimyoviy yondashuv sezuvchan, selektiv va ekologik toza bo'lib, kosmetik mahsulotlardagi og'ir metall ionlarini monitoring qilishda amaliy ahamiyatga ega ekanini ko'rsatildi.

Mavzuga oid adabiyotlar tahlili. So'nggi yillarda ekologik toza va biologik mos modifikatorlar asosida ishlab chiqilgan elektroanalitik sensorlar keng ko'lamda qo'llanilmoqda. Xitozan-tabiyy polisaxarid bo'lib, u yengil modifikatsiyalanish xususiyatiga ega, polikationik tabiatli va metall ionlari bilan kation-almashinish reaksiyalariga kirisha oladi. Xitozan modifikatsiyasiga ega elektrodlar Fe(III), Pb(II), Cd(II) kabi og'ir metall ionlarini aniqlashda yuqori sezuvchanlik va selektivlik namoyon qilmoqda. Zhao va hammualliflar tomonidan tayyorlangan maqolada xitozan modifikatsiyasi bilan ishlov berilgan elektrodning elektrokimyoviy xossalari, ion almashish qobiliyati va barqarorligi keng ko'lamda tahlil qilingan [3]. Xitozan o'zining qator xavfli og'ir metallarni adsorbsiyalashdagi ajoyib xususiyatlari sababli suv eritmalaridan metallni olib tashlash uchun istiqbolli vosita hisoblanadi. Ushbu sharhda biosorbsiyaga oid g'oyalarga, uning turlariga, tuzilishi va xususiyatlariga, shuningdek, modifikatsiyalangan xitozan, aralashmalar va kompozitlardan suvdagi og'ir metallarni ajratib olishda foydalanishga asosiy e'tibor qaratiladi [4]. Xitozan past narxi va yuqori adsorbsiya salohiyati tufayli ifloslantiruvchi moddalarini ushlashda adsorbent sifatida keng qo'llanilmoqda. Uning tarkibida og'ir metall ionlarini bog'lay oladigan ko'plab gidroksil va amin guruhlar mavjud [5]. Xitozan bilan modifikatsiyalangan elektrodlar esa IV usulning sezuvchanligini ayniqsa Fe(III) ionlariga nisbatan sezilarli darajada oshiradi.

Shuningdek, lab bo'yoqlari kosmetik sanoatda eng keng tarqalgan mahsulotlardan biri hisoblanadi. 2020-yildan boshlab olib borilgan tadqiqotlarda pomada tarkibidagi og'ir metallarning — ayniqsa Fe, Pb, Cr va Al kabi elementlarning xavfsizlik darajasi va inson organizmiga ta'siri muntazam ravishda o'rganib kelinmoqda. Hindistonda sotilayotgan pomada namunalari tahlil qilinganda temirning ayrim hollarda ruxsat etilgan darajadan yuqori ekanligi aniqlangan [6]. Bunday hollarda temir teri orqali so'rilib, stressni kuchaytirishi, melanin sinteziga ta'sir qilishi yoki teri kasalliklarini keltirib chiqarishi mumkin.

Tadqiqot metodologiyasi. Tadqiqot ishimizda Shvetsariya ishlab chiqarilgan pH metr pH/Mv/TEMP m FiveEasy F20, magnitli aralashtirgich MS-H280-Pro va Germaniyada ishlab chiqarilgan Nabertherm rusumli mufel pech qurilmalaridan foydalanib o'rganildi. Tahlil natijalari grafit asosidagi elektrokimyoviy sensor, to'yingan kaliy xloridli solishtirma elektrod, hamda katta yuza sathiga ega yordamchi grafit elektrodidan tuzilgan elektrolizyor, kompyuter bilan ta'minlangan ABC-1.1 qurilmasi yordamida qayd qilindi [7].

Tahlil va natijalar. Xitozan bilan modifikatsiyalangan grafit elektrodni tayyorlash. Tajribalarda xitozan bilan modifikatsiyalangan grafit elektrod tayyorlash quyidagi bosqichlarda amalga oshirildi:

1. *Xitozan eritmasini tayyorlash.* 0,5 g *Apis Mellifera* xitozan olindi. 2% li sirka kislotasi eritmasida (50 ml) eritildi. Eritma magnitli aralashtirgichda 2 soat davomida uzluksiz aralashtirildi va xona haroratida tayyorlandi. So'ngra, eritma filtdan o'tkazilib, xiralikdan tozalandi

2. *Grafit elektrodni tayyorlash.* Ishchi elektrod sifatida 3 mm diametrli grafit elektrod plindi va sirtiga dastlab mexanik tozalash silliqlash orqali amalga oshirildi. So'ngra etanol va distillangan suvda ultratovushli vannada 5 daqiqa davomida tozalandi va quritildi.

3. *Elektrodni modifikatsiyalash.* Tozalangan grafit elektrod sirtiga 0.01 ml tayyorlangan xitozan eritmasidan mikropipetka yordamida tomizildi. Elektrod xona haroratida 24 soat davomida quritishga qoldirildi. Quriganidan so'ng, elektrod sirtida bir jinsli yupqa xitozan qavati hosil bo'ldi. Tayyorlangan X-GE elektrod ishlatishdan oldin neytral pH (fosfat bufer eritmasi, pH 7.0) bilan yuvildi. Modifikatsiyalangan elektrodlar xona haroratida toza sharoitda, quruq idishda saqlandi.

Lab bo'yog'i namunasini tayyorlash. Tadqiqotda mahalliy bozordan tasodifiy tanlab olingan 1 xil turdagi lab bo'yog'i (pomada) namunasi tahlil qilindi. Namunadagi Fe(III) ionlarini aniqlash uchun quyidagi bosqichlarda tayyorlov ishlari olib borildi: pomadadan 0,5 g miqdorida analitik tarozida tortib olindi. Pomada namunasi ustiga 10 ml konsentrlangan HNO₃ tomizilib, 5 daqiqa xona haroratida reaksiyaga kirishishi kutildi. So'ngra eritma chinni kosachada mufel pechda 80–90 °C haroratda 30 daqiqa davomida qizdirildi. Bu vaqtda organik qismi parchalanib, Fe(III) eriydi. Eritma to'liq rangsizlangan holga kelguncha qizdirish davom ettirildi. Zarurat tug'ilganda 1–2 ml H₂O₂ (3%) tomizildi. Qolgan cho'kma va erimagan moddalar filtr qog'ozi orqali filtrlab ajratildi. Filtrat toza hajm o'lchov kolbaga yig'ildi va 50 ml hajmga distillangan suv bilan to'ldirildi. Tayyor eritmaning pH darajasi fosfat bufer eritmasi (pH=5,5–6,0) bilan moslashtirildi. Bu pH oralig'i Fe(III) ning barqaror shaklda bo'lishi va elektroaktivligi uchun optimal hisoblanadi. Tayyorlangan namunalarda foydalanish vaqtigacha muzlatkichda +4 °C haroratda saqlandi.

Fon elektrolit tanlash. Elektrokimyoviy o'lchovlarda signalning aniqligi va elektrod yuzasidagi reaksiyaning samaradorligi fon elektrolit tanloviga bevosita bog'liq. Ushbu tadqiqotda Fe(III) ionlarini aniqlash uchun turli bufer eritmalarining ta'siri tahlil qilindi va optimal sharoit aniqlandi.

1-jadval

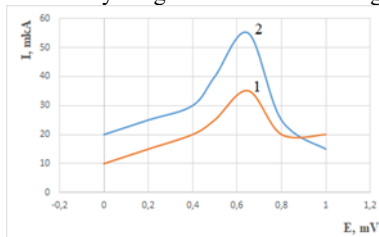
Fe(III) ionini aniqlashda fon elektrolitlari va bufer aralashmalarining ta'siri
(t.k.=2,5 mKA; t= 120 s; C_{Fe}= 10 mkg/dm³)

Fon elektrolit	pH oralig'i	Konsentratsiyasi
Atsetat bufer eritmasi	4.0–5.5	0,1 mol/l
Fosfat bufer eritmasi	5.0–7.0	0,1 mol/l

Nitrat eritmasi (NaNO_3)	–	0,1 mol/l
Sulfat eritmasi (Na_2SO_4)	–	0,1 mol/l

Tajribalar natijalariga ko'ra, fosfat bufer eritmasi pH 5,5 qiymatida eng barqaror va aniqligi yuqori bo'lgan voltamperometrik signal berdi. Ushbu sharoitda Fe(III) ionining aniq cho'qqi kuzatildi. Fosfat bufer eritmasi Fe(III) ionlari bilan barqaror kompleks hosil qilmaydi, bu esa ularning elektrod yuzasiga erkin diffuziyasini ta'minlaydi. pH 5,5 qiymatida xitozan qisman protonlangan bo'lib, elektrod yuzasida Fe(III) ionlarini jalb qilishga yordam beradi. Eritmaning ion kuchi va o'tkazuvchanligi optimal bo'lib, fon shovqinlarini kamaytiradi. 0,1 mol/l Na_2HPO_4 va 0,1 mol/l KH_2PO_4 eritmaları kerakli nisbati aralashtirilib pH 5,5 ga keltirildi. pH metr yordamida nazorat qilindi.

- 1- modifikatsiya qilinmagan elektrod bilan olingan analitik signal;
- 2-xitozan bilan modifikatsiyalangan elektrod bilan olingan analitik signal.



1-rasm. Fe(III) ionining inversion-voltamperometrik tahlili.
(t.k.=2,5 mA; t= 120 s; $C_{\text{Fe}} = 10 \text{ mg/dm}^3$)

Modifikatsiyalangan va modifikatsiya qilinmagan elektrod bilan solishtirganda 0,65 mV potensialda signal balandlashgani kuzatildi. Shuning uchun modifikatsiyalangan uglerod pastali elektrodidan foydalanish analitik signalini sezilarli darajada yaxshilash imkonini berdi. Bu grafik orqali ko'rinadiki, Xitozan bilan modifikatsiyalangan elektrod Fe(III) ionlarini aniqlashda eng samarali natijani beradi.

Analitik signalga begona ionlar ta'sirini o'rganish. Modifikatsiyalangan elektrodning selektivligi begona ionlarning ta'siri bilan baxolandi. Aniqlashda boshqa metall ionlarining turli xil konsentratsiyalari Fe(III) ionlarini aniqlashda xalaqit berish darajasi o'rganildi.

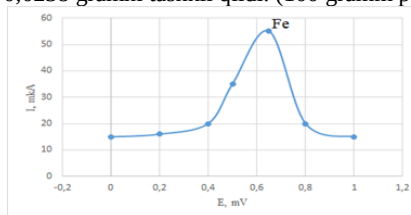
2-jadval

Fe(III) ionini inversion-voltamperometrik aniqlashda yondosh va begona kationlarning ta'siri. ($P=0,95$; $n=5$; fon 5,5 pH li fosfat bufer eritma; t.k. 2,5 mA; t=120 s.)

Aniqlanayotgan ion	[Me]:[X]	Nisbat	Topilgan Me, mg/dm ³	S_r
Fe(III)=1,0 mg/dm ³	Fe:Cu(II)	1:100	0,94±0,03	0,027
	Fe:Cd(II)	1:100	0,95±0,04	0,034
	Fe:Zn(II)	1:100	0,95±0,04	0,038
	Fe:Mn(II)	1:100	0,95±0,05	0,043
	Fe:Pb(II)	1:100	0,95±0,05	0,046

Olingan natijalardan ko'rinib turibdiki tabiati va konsentratsiyasi bo'yicha begona kationlar ishtirokida aniqlash mumkin, bular o'z navbatida Fe(III) ionini aniqlashga, analitik signaliga xalaqit bermaydi va tabiiy obyektlar tarkibidagi Pb(II), Cu(II), Cd(II) va Zn(II) ionlari birga uchraganda ham aniqlash mumkin. **Modifikatsiyalangan elektrod yordamida Fe(III) ionini lab bo'yog'i namunalari tarkibidan aniqlash va betaraf usullar bilan solishtirish.** 2-rasmda inversion-voltamperometrik analiz usulida lab bo'yog'i tarkibida Fe(III) ionini aniqlash uchun bzorda hamyonbob va ko'p miqdorda sotiladigan xitoyda ishlab chiqarilgan mahsulot tanlandi, namuna tayyorlab olingandan keyin diapazon -2, vaqt-120 daqiqa, maks 650 da belgilab olindi.

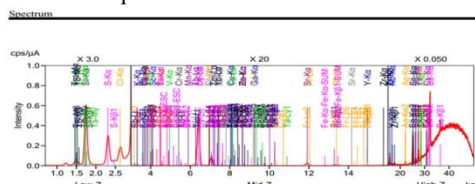
Namuna 0,05 g olinganda natijada 0,0238 grammni tashkil qildi. (100 gramm pomadada 47,6 gram)



2-rasm. Fe(III) ionini inversion-voltamperometrik aniqlash.

($P=0,95$; $n=5$; fon 5,5 pH li fosfat bufer eritma; t.k. 2,5 mA; t=120 s.)

Rentgen-fluorescent tahlili element tahlili sifatida foydalanilib, bunda rentgen nurlarining tahlil qilinadigan modda bilan o'zaro ta'siriga asoslangan rentgen spektrini tahlil qilish usullaridan biridir.



3-rasm. Xitoyda ishlab chiqarilgan va O'zbekiston bozorida keng miqyosida sotilayotgan lab bo'yog'i tarkibinng rentgen-fluorescent tahlili

Pomadadagi temir miqdori 0.1–3% atrofida bo'lishi mumkin, ammo 47,6% kabi ko'rsatkich me'yordan ancha oshgan hisoblanadi. Pomadada ancha yuqori va standartlardan sezilarli oshib ketadi. Bunday yuqori konsentratsiya pomadaning rang

beruvchi qismi yoki og'ir metall aralashmasi sifatida bo'lishi mumkin, ammo bu kosmetik mahsulot uchun xavfli hisoblanadi. Bu miqdor terida qichishish, allergik reaksiyalar va boshqa salbiy ta'sirlarni keltirib chiqarishi mumkin.

3-jadval

Xalqaro standartlar

Tashkilot / Standart	Pomadada maksimal temir miqdori	Izoh
FDA (AQSh)	Taxminan 2-5% (temir oksidlari sifatida)	Kosmetik rang beruvchilar sifatida xavfsiz deb hisoblanadi
EU Cosmetics Regulation	Maksimal 5% gacha (temir oksidlari)	Teriga zarar keltirmasligi sharti bilan foydalaniladi
Japan Cosmetics Standards	Taxminan 1-3%	Organizmga zarar yetkazmasligi muhim
WHO (Jahon sog'liq tashkiloti)	Noaniq, ammo temir oksidlari xavfsiz qabul qilinadi	Organik va noorganik shaklda toksiklik kam
(TR CU) O'zbekiston texnik reglamenti	5-10 %	Kosmetik rang beruvchilar sifatida xavfsiz deb hisoblanadi

Xulosa va takliflar. O'tkazilgan tadqiqot natijalari shuni ko'rsatdiki, modifikatsiyalangan grafit asosidagi elektrod yordamida inversion-voltamperometriya usuli orqali pomada tarkibidagi Fe(III) ionlarini yuqori aniqlik va sezuvchanlik bilan aniqlash mumkin. Elektrod yuzasiga kiritilgan modifikatorlar signalni kuchaytirish, tahlil sezuvchanligini oshirishga xizmat qildi. Optimal elektrokimyoviy sharoitlar tanlab olindi. Usulning aniqlik darajasi, qayta ishlab chiqaruvchanligi va takrorlanuvchanligi yuqori bo'lib, u kosmetik mahsulotlar, xususan pomada tarkibidagi temir (III) ionlarini nazorat qilishda samarali analitik vosita bo'la oladi. Bu yondashuv ekologik xavfsiz, tezkor va iqtisodiy jihatdan qulay bo'lib, amaliyotda keng qo'llanilishi mumkin.

ADABIYOTLAR

1. European Commission. Regulation (EC) No. 1223/2009 of the European Parliament and of the Council on cosmetic products. Official Journal of the European Union, 30.11.2009, L 342, pp. 59–209.
2. Wang, J. Analytical Electrochemistry. Hoboken: John Wiley, Sons. 2006. –328 bet.
3. Zhao, H., Wang, X., Li, X., et al. *Chitosan-modified electrodes for the electrochemical detection of heavy metal ions – a review*. Electrochimica Acta. 2022, 417, 141993. pp. 1–11.
4. Shankar, S., Joshi, S., Srivastava, R. K. A review on heavy metal biosorption utilizing modified chitosan. Environmental Monitoring and Assessment. 2023, 195, 456.
5. Hsu, C.Y. Adsorption of heavy metal ions using chitosan/graphene nanocomposites: A review study. Journal of Water Process Engineering. 2024, 52, 104316.
6. Ghosh, M., Das, P., Bhattacharjee, P. *Assessment of heavy metals in lipsticks and their potential health risks*. Environmental Science and Pollution Research. 2022, 29, 37580–37589.
7. Nazarova M.Q., Boqiyev Q.S. Sayfiyev M.N., Ziyayev D.A., Ixtiyarova G.A. Xitozan bilan modifikatsiyalangan uglerod pastali elektrod bilan qo'rg'oshin miqdorini aniqlash. O'zMU xabarlari. 2025. №3[3/1]. -B.284-287.