



UDK: 543.251:541.25:541.13:541.8

Maqsud SAYFIYEV,
O'zbekiston Milliy universiteti stajyor-o'qituvchisi
E-mail: msayfiyev351@gmail.com
Qudrat BOQIYEV,
O'zbekiston Milliy universiteti stajyor-o'qituvchisi
Eliyor RUSTAMOV,
O'zbekiston Milliy universiteti magistranti
Dilshod ZIYAYEV,
O'zbekiston Milliy universiteti dotsenti

Toshkent farmatsevtika insituti dotsenti B.I.Muxamedova taqrizi asosida

RUX IONINI INVERSION VOLTAMPEROMETRIK USULDA OQAVA SUVLAR TARKIBIDAN ELEKTROKIMYOVIY SENSOR YORDAMIDA ANIQLASH

Natijalar: rux ionini oqava suvlar tarkibidan aniqlashda foydalaniladigan ishchi elektrodni to'g'ri tanlash, uni ishga tayyorlash, fon elektrolitining maqbul konsentratsiyasi, analiz olib borishda foydali cho'qqi balandligiga elektrolizorga beriladigan tok kuchi, yig'ilish vaqti eritma pH muhitini ta'siri o'rganildi va inversion voltamperometrik usulda rux ionini aniqlashning maqbul potentsiallari tanlab olindi. Yuqoridagi o'rganishlar asosida tanlab olingan parametrlardan foydalanilgan holda rux ionini oqava suvlar tarkibidan inversion voltamperometrik aniqlashning yangi usuli ishlab chiqildi. Ishlab chiqilgan usul turli xil real namunalar tahlilida qo'llanildi.

Kalit so'zlar: mikroelement, oqava suvlar, rux, fon elektroliti, inversion voltamperometriya, yondosh kationlar, bufer aralashma, elektrokimyoviy sensor.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНА ЦИНКА В СТОЧНЫХ ВОДАХ ИНВЕРСИОННЫМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО СЕНСОРА

Аннотация

Результаты: правильный выбор рабочего электрода для определения ионов цинка из состава сточных вод, его подготовка, оптимальная концентрация фоновой электролиты, мощность тока, подаваемого на электролизер, до высоты полезного для анализа пика, время сбора, изучено влияние pH среды раствора и подобраны оптимальные потенциалы для определения ионов цинка инверсионно-вольтамперометрическим методом. На основании вышеизложенных исследований разработана новая методика инверсионно-вольтамперометрического определения иона цинка из состава сточных вод с использованием выбранных параметров. Разработанный метод применялся при анализе различных реальных образцов.

Ключевые слова: микроэлемент, сточные воды, цинк, фоновый электролит, инверсионная вольтамперометрия, побочные катионы, буферная смесь, электрохимический сенсор

DETERMINATION OF ZINC ION IN WASTEWATER BY INVERSION VOLTAMPEROMETRIC METHOD USING AN ELECTROCHEMICAL SENSOR

Abstract

Results: correct selection of the working electrode used for the determination of zinc ion from the composition of wastewater, its preparation, optimal concentration of the background electrolyte, the current power supplied to the electrolyzer to the peak height useful for the analysis, the collection time, the influence of the pH environment of the solution was studied and optimal potentials for zinc ion determination by inversion voltammetric method were selected. Based on the above studies, a new method of inversion voltammetric determination of zinc ion from the composition of wastewater was developed using selected parameters. The developed method was used in the analysis of various real samples.

Key words: trace element, wastewater, zinc, background electrolyte, inversion voltammetry, side cations, buffer mixture, electrochemical sensor.

Kirish. Bugungi kunda insonlarning sanoat, xo'jalik, oziq-ovqat, mahsulotlariga bo'lgan talabi yildan-yilga ortib bormoqda, bu esa atrof muhitga xususan oqava suvlarga chiqariladigan turli xil chiqindilarning miqdori oshishiga olib kelmoqda [1-2]. Atrof muhitga chiqadigan chiqindilar natijasida flora va faunaning zararlanishi keskin ortishi kuzatilmoqda, bu esa hozirgi kun analitiklari oldiga yanada aniq, to'g'ri usullarni ishlab chiqish mas'uliyatini oshirmoqda. Sababi birinchidan bu mahsulotlarni zamon talabiga javob berishi uchun sifatini nazorat qilish, ikkinchidan bu mahsulotlarni ishlab chiqish mobaynida ajralib chiqayotgan chiqindilarni atrof-muhit ob'yektlarini zararlashini oldini olish, uchinchidan og'ir metallarning oqava suvlar tarkibida ko'payib insonlar sog'lig'iga zarar yetkazishi dolzarb muammolar qatoriga kirib bormoqda. Ayniqsa sanoat va xo'jalik korxonalaridan ajralib chiqayotgan chiqindilar oqava suvlarning og'ir metallar bilan zararlanishiga va bu suvlarning turli yo'llar bilan inson organizimiga kirishi tufayli turli xildagi og'ir kasalliklarga sabab bo'lmoqda. Yuqoridagi muammolarni hisobga olgan holda ushbu tadqiqot ishi yuqori kanserogen ionlar qatoriga kiruvchi rux ionini oqava suvlar tarkibidan aniqlashga bag'ishlanadi.

Tajriba qismi. Materiallar va uslublar. Analiz natijalari grafit asosidagi elektrokimyoviy sensor, to'yingan kaliy xloridli solishtirma elektrod, hamda katta yuza sathiga ega yordamchi grafit elektrodidan tuzilgan elektrolizyor, xamda kompyuter bilan ta'minlangan ABC-1.1 qurilmasi yordamida qayd qilindi. Bundan tashqari tadqiqot ishida analitik tarozi: ACZET PVT LTD CY 224C; Shvetsariyada ishlab chiqarilgan pH metr pH/Mv/TEMP m FiveEasy F20 va magnitli aralashtirgich MS-H280-Pro qurilmalaridan foydalanildi [3].

Biz ushbu tadqiqot ishini birinchi navbatta ishchi qurilmamiz, hamda elektrokimyoviy sensorni ishga tayyorlashdan boshladik. Buning uchun:

1. Voltanalizatorni ishga tayyorlash.

Analizator, elektrokimyoviy sensor "EM-04 moduli" va shaxsiy kompyuterni kuchli elektromagnit maydon manbalaridan (kuch transformatorlari, elektr dvigatellari, elektr pechlari) minimal tebranishlari bo'lgan xonadagi stolga o'rnatilmaydi.

ABC - 1.1 voltametrik analizatorining orqa panelidagi mos keladigan ulagichga kabel orqali "EM-04 moduli" ni mikroprosessor blokiga ulanadi.

Analizator va kompyuterni quvvat manbaiga ulanadi.

2. Elektrodni ishlatishga tayyorlash.

2.1. EVL - 1M4 solishtirma elektrodini tayyorlash.

Ishlatishdan oldin elektrodni quyidagicha tayyorlash kerak:

- Kauchuk halqani pastga siljiladi;
- Elektrod bo'shlig'ini bidistillangan suv bilan yuviladi;
- To'ldirish teshigidan pipetka yordamida elektrod bo'shlig'ini kaliy xloridning to'yingan eritmasi bilan to'ldiriladi;
- Elektrodni kaliy xloridning to'yingan eritmasida 48 soat davomida qoldiriladi;

2.2. O'lchov (ishchi) elektrodini tayyorlash.

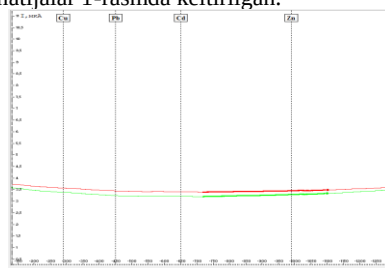
Ishchi elektrod (ES)ni ishlatishdan oldin o'lchov elektrodining ishchi yuzasi etil spirti bilan artib, bidistillangan suv bilan yuvilishi kerak, bu esa tishli teshikka namlik tushishiga yo'l qo'ymaydi.

Keyingi ishlarimizda rux ionini inversion voltamperometrik(IV) usulda ES yordamida aniqlashning qulay sharoitlarini tanladik. Birinchi navbatta rux ionini IV usulda aniqlashda fon elektrolitning tasiri o'rganildi.

Elektrokimyoviy reaksiyani nazorat qilish muhitning proton berish aktivligida fon elektroliti va bufer aralashmasining rolini va aniqlanuvchi ionning konsentratsiyasini butun elektroliz davomida qat'iy belgilangan chegaralarda nazorat qilish talab qilinadi. Tajribalar davomida quyidagi eritmalar fon elektrolit sifatida ishlatiladi: 0,1 M H_3PO_4 ; 0,2 M HCl; 1,0 M KSCN; 0,1 M H_3PO_4 + 0,1 M KNO_3 ; 1,0 M KCl + 0,2 M HNO_3 ; 1,0 M LiCl; 1,0 M KNO_3 va 1,0 M $NaNO_3$ + 1,0 M HF. Ushbu fon elektrolitlari, hamda buffer aralashmalaridan foydalanishda biz ularning turli xil hajm va konsentratsiyalaridan foydalandik [4].

Fon elektrolit tannlashdan oldin oddiy bidistillangan suv ishtirokida rux ionini aniqlab ko'rildi. Bunda dastavval aniqlanayotgan ionimiz, yani rux ionlarini o'zida saqlagan aniq konsentratsiyali standart eritmadan (10000 mkg/dm^3) 1,0 ml olib elektrokimyoviy yacheykaga solindi va ustiga 24 ml bidistillangan suv qo'shildi. Hosil bo'lgan eritma tahlil qilinganda hech qanday analitik signal kuzatilmadi. Sababi eritmaning elektr o'tkazuvchiligi pastligi, hamda eritmada aniqlanayotgan metal ionlarining aktivligi past bo'lishidir. Bunday hollarda fon elektrolit eritmalaridan foydalanish maqsadga muvofiq bo'ladi va tahlilning ishonchligini taminlaydi. Olingan natijalar 1-rasmda keltirilgan.

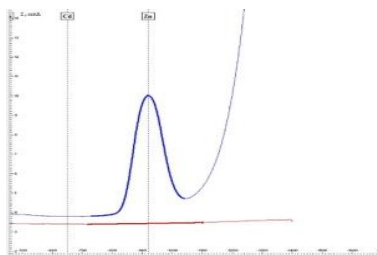
1 – rasm. Rux ionini standart eritmasidan fon elektrolitsiz aniqlash grafigi



Ushbu rasmdan shuni xulosa qilish mumkinki, biz o'zida rux ionini saqlagan eritmalarini to'g'ridan to'g'ri bidistillangan suv ishtirokida aniqlash imkoniyatiga ega bo'lmaymiz. Bunday hollarda fon elektrolitlari hamda buffer aralashmalaridan foydalanish zarur va maqsadga muvofiq bo'ladi [5].

Yuqoridagilarni hisobga olgan holda ruxning standart eritmasidan 1,0 ml olib turli xil hajm va konsentratsiyalarda fon elektrolitlaridan va buffer aralashmalardan qo'shib borildi. Bu jarayonda rux ionini intensiv cho'qilari hosil bo'lishi kuzatildi va eng yaxshi analitik signalga qarab tegishli fon elektrolitining hajmi va konsentratsiyasi tanlab olindi. Olingan natijalar 2-rasm va 1-jadvalda keltirilgan.

2 – rasm. Rux ionini standart eritmadan aniqlashda fon elektrolit tasiri



1 - jadval

Rux ionini inversion voltamperometrik aniqlashda fon elektrolit ta'siri (tok kuchi = 2,0 mA; $t = 120 \text{ s}$; $C_{Zn^{2+}} = 10 \text{ mkg/dm}^3$)

Fon elektrolit tabiati va konsentratsiyasi	Zn^{2+}	
	E, mV	I_{sp} , mkA
0,1 M H_3PO_4	-900	8

0,2 M HCl	-920	18
0,1 M KSCN	-1100	11
0,1 M H ₃ PO ₄ +0,1 M KNO ₃	-990	22
1,0 M KCl+0,2 M HNO ₃	-930	17
1,0 M LiCl	-790	12
1,0 M KNO ₃	-830	10
1,0 M NaNO ₃ + 1,0 M HF	-880	13

1 – jadval natijalardan ko'rinib turibdiki, ruxning 0,1 M H₃PO₄ + 0,1 M KNO₃ fon elektrolitida aniqlanganda eng yaxshi natijalar kuzatildi. Shuning uchun keyingi barcha tadqiqotlari shu fon elektrolitining belgilangan optimal konsentratsiyalariga mos ravishda olib borildi.

Keyingi tadqiqotlarimizda rux ionini inversion voltamperometriya usuli yordamida aniqlashga tok miqdori va yig'ilish vaqtining ta'siri o'rganildi.

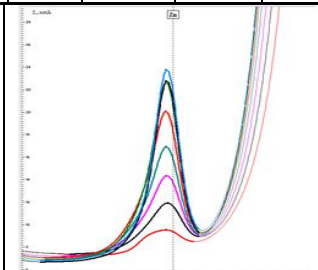
Ma'lumki [6 - 7], tahlil jarayonlarini tashkil etishda va olib borishda aniqlash natijalariga sezilarli ta'sir etuvchi asosiy omillardan biri bu tahlil olib boriladigan vaqtdir. Shuni hisobga olgan holda biz, tadqiqot ishimizda metall ionlarini ESning yuza sathida yig'ilish vaqtining anod va katod cho'qqilari balandligiga hamda aniqlash natijalarida sezilarli ta'sir etishini o'rgandik.

Dastlabki ikki xususiyatdan foydalanish samarasi, odatda, ko'p ishlatiladigan qurilmaning konstruksiyasiga bog'liq, depolyarizator yig'ilish vaqtining AS qiymatga ta'siri esa aniqlangan ionlarning tabiati va konsentratsiyasiga bog'liq. Elektrodda aniqlanayotgan moddaning miqdori bilan inversion analizda elektroliz davomiyligi o'rtasidagi bevosita to'g'ri (chiziqli) munosabat muhim va alohida ahamiyat kasb etadi. Kalibrofkalash grafigi (KG) va qo'shimchalar qushish (QQ) usullarida kerakli mezonlar ishchi elektrodda depolyarizator to'planishining davomiyligi va elektroaktiv moddaning tahlil qilingan eritmada erishi, shuningdek, elektroliz jarayonlari bo'lib, ular barcha o'lchovlarda bir xil bo'lishi kerak.

O'rganishlar natijasi 2 - jadval va 3 - rasmda keltirilgan bo'lib, bunda rux ionlarini grafit asosidagi ishchi elektrod yuzasiga yig'ilish vaqti va analitik signalning balandligi o'rtasidagi bog'liqlik keltirilgan.

2 - jadval

Rux ionini ishchi elektrod yuza qismiga yig'ilish vaqtining analitik signalga bog'liqlik jadvali Zn²⁺ fon – 0,1 M H₃PO₄+0,1 M KNO₃; t.k. = 2,0 mK; E = - 0,99 V; C_{Zn²⁺} = 1,0 mkg/ml

Cho'qqi balandligi, H, mK	1,3	3,3	5,7	8,2	9,6	11,2	12,3	13,8
Yig'ilish vaqti t, s	30	50	70	90	110	120	200	300
3 - rasm. Rux ionini inversion voltamperometrik usulda aniqlashda analitik signalni rux ionlari konsentratsiyasiga bog'liqligi grafigi 								

2 - jadval va 3 - rasmdan ko'rinib turibdiki, rux ionini ishchi elektrod yuzasiga yig'ilishining optimal vaqt 120 soniyani tashkil etar ekan, chunki elektroliz vaqtining yanada ortishi bilan cho'qqi balandliklari ularni to'planish funksiyalari bo'lib qoladi va doimiy qiymatlarga aylanadi va shuning uchun uni yanada oshirish maqsadga muvofiq emas.

Ruxni inversion voltamperometriya usuli yordamida aniqlashning eng yaxshi optimal shartlarini tanlab olish va olingan eksperimental ma'lumotlarni to'g'riligi va ishonchligini rux ionini har xil konsentratsiyalarida aniqlashlar olib bormay turib aytib bo'lmaydi. O'rganilayotgan metallni aniqlash bo'yicha ishlab chiqilgan usullarning aniqligini baholash maqsadida quyidagi olingan natijalarni parallel solishtirishlar bilan ko'rsatilgan.

3-jadval

Inversion voltamperometrik usulda rux ioniturlu miqdorlarda individual eritmasida aniqlash natijalari

Ion va fonining tabiati	Kiritildi Zn ²⁺ , mkg	Topildi Zn ²⁺ , mkg	n	S	S _r
Zn ²⁺ Fon: 0,1 M H ₃ PO ₄ +0,1 M KNO ₃	1,0	1,09 ± 0,11	5	0,09	0,083
	2,0	1,96 ± 0,14	5	0,11	0,056
	4,0	4,08 ± 0,25	4	0,16	0,040
	8,0	7,90 ± 0,29	4	0,18	0,037
	16,0	16,81 ± 0,23	5	0,21	0,031
	32,0	31,92 ± 0,26	5	0,24	0,038

Keltirilgan natijalardan shuni xulosa qilish mumkinki, ruxni ishlab chiqilgan inversion voltamperometrik usul yordamida alohida eritmalaridan aniqlashlarda yaxshi natijalarga erishildi, chunki barcha hollarda nisbiy standart chetlanish (S_r) 0.083 dan oshmaganligi kuzatildi, bu esa sistematik xatoliklarning yo'qligini ko'rsatadi.

O'rganilayotgan kationlar (tahlildagi va standart eritmadagi) cho'qqilari balandliklarining to'liq mos kelishi bilan olingan ma'lumotlarning to'g'riligi bo'yicha xulosa qilinadi, qo'shimchalar hisobiga AS ning ortishi bilan esa aniqlanayotgan metallning aniq miqdori hisoblanadi. Rux va uning individual eritmaları aniq konsentratsiyalarini aniqlab bo'lingandan so'ng model aralashmalarining tahliliga o'tiladi.

Binar, uchlamchi va murakkab sun'iy aralashmalar real ob'ektlar konsentratsiyalari va tarkiblariga muvofiq tayyorlandi, bunga ko'ra ushbu metallar hamda begona kationlar va halaqit beruvchi anionlar tabiatda ular bilan birga uchraydi.

Ruxni aniqlash bo'yicha modelli aralashmalar tahlilidan kelib chiqib biz tomondan olingan ayrim ma'lumotlar quyidagi 6 - jadvalda keltirilgan.

4 - jadval

Rux ionini murakkab model aralashmalar takibidan inversion-voltamperometrik aniqlash natijalari (T.k=2,0 мкА; t=120 с. P=0,95)

Taxlil qilinadigan aralashma tarkibi, mkg	Topilgan Zn^{2+} , mkg (P=0,95; n=5)		
	$\bar{x} \pm \Delta X$	S	S_r
Zn(1,0)+Cr(2,0)+Cu(1,0)	1,04±0,13	0,11	0,105
Zn(1,0)+Cr(2,0)+Cd(0,1)	0,981±0,084	0,07	0,075
Zn(2,0)+Cr(1,0)+Pb(15)	1,99±0,10	0,09	0,045
Zn(1,0)+Cr(1,0)+Cd(0,3)+Cu(10,0)	0,971±0,122	0,11	0,109
Zn(3,0)+Cr(5,0)+Fe(15,0)+Mn(10,0)	2,90±0,29	0,25	0,086
Zn(0,5)+Cr(3,0)+Cd(0,5)+Cu(10,0)+Fe(30,0)	0,509±0,072	0,06	0,123

Ushbu jadvaldagi natijalardan ko'rinish turibdiki, real tabiiy ob'ektlarni, xususan tuproq tarkibi asosida tuzilgan murakkab modeli aralashmalarda ruxni IVA aniqlashning imkonini bor, bunda S_r qiymati barcha holatlarda 0,123 dan oshmaydi, bu esa o'z navbatida ishlab chiqilgan usulning aniqligi va samaradorligidan dalolat beradi.

Xulosa: Yaratilgan inversion voltamperometrik usul yordamida modeli binar, uchlamchi va murakkab aralashmalar analizida o'rganilayotgan metallni inversion voltamperometrik aniqlashda olingan natijalardan shunday xulosa chiqarish imkonini berdiki, bunga ko'ra ishlab chiqilgan usullar o'zining tabiati va konsentratsiyasi bo'yicha real tabiiy ob'ektlarda va tuproqda qo'llanilishi mumkinligini ko'rsatdi.

ADABIYOTLAR

1. Baban Kumar Bansod, Tejinder Kumar, Ritula Thakurc, Shakshi Rana, Inderbir Singh. A review on various electrochemical techniques for heavy metal ions detection with different sensing platforms // Biosensors and Bioelectronics Volume 94, 15 August 2017. –P.443-455.
2. Lateef Ahmad Malik, Arshid Bashir, Aaliya Qureashi, Altaf Hussain Pandith. Detection and removal of heavy metal ions: a review // Environmental Chemistry Letters 17(46) 28 May 2019. –P. 1495-1521.
3. Sayfiyev M., Nazarova M., Ziyayev D., Mamajanov M. Qo'rg'oshin va mis(II) ionlarini inversion voltamperometrik usulda kosmetik vositalar tarkibidan aniqlash // ЎзМУ хабарлари № 3/2/1. 2022. –С. 418-421.
4. Зияев Д.А., Сайфиев М.Н., Атакулова Н.Т., Ахмаджонов У.Г. Инверсионное вольтамперометрическое определение меди (II) и цинка с применением графитсодержащих электродов, модифицированных ЭДТА // Ўзбекистон кимё журналы № 5. 2021. –С. 71-76.
5. Люре Ю.Ю. Справочник по аналитической химии – Москва “Химия”-1989 г. С.446
6. Сайфиев М.Н., Зияев Д.А., Хўжакулова Д., Атакулова Н.Т. Рух ва мис(II) ионларини инверсион вольтамперометрик усулда тупроқ таркибидан аниқлаш // ЎзМУ хабарлари № 3/2/ 2021. –С. 289-293.
7. Зияев Д.А., Сайфиев М.Н., Атакулова Н.Т., Ахмаджонов У.Г., Бокиев Қ.С.. Угольно-пастовые электроды, модифицированные различными органическими реагентами // UNIVERSUM № 10 (88) 2021 й. –С.126-132.