



UDK:543.42.062.546.712-31

Zulayxo SMANOVA,
O'zbekiston Milliy universiteti professori, kimyo fanlari doktori
E-mail:zulayxo1670@gmail.com
Bunyod BOBOJONOV,
O'zbekiston Milliy universiteti izlanuvchisi
E-mail:bobojonovbunyod1988@mail.ru
O'tkir MADATOV,
O'zbekiston Milliy universiteti katta o'qituvchisi, (PhD)
E-mail:o.madatov@mail.ru
Samariddin RAXIMOV,
O'zbekiston Milliy universiteti dotsenti v.b., (PhD)
E-mail:raximov_s87@mail.ru

IMMOBILLANGAN 1,8-DIOKSINAFTALIN-3,6-DISULFOKISLOTANING IKKI NATRIYLI TUZI BILAN XROM (VI) IONLARNI ANIQLASHNI TEZKOR TEST USULI

Аннотация

Ushbu ishda Cr (VI) ionini sorbsion-spektrofotometrik usullar bilan aniqlashda immobillangan 1,8-dioksinaftalin-3,6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi (DNNDK) ning polietilenpoliamin poliakrilonitril (PPA) matritsasidagi analitik xususiyatlari titrlash, spektroskopik tahlil, skanerlovchi elektron mikroskop usullari yordamida o'rganildi.

Kalit so'zlar: 1,8-dioksinaftalin-3,6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi, analitik reagent, xrom (VI) ion, polietilenpoliamin, poliakrilonitril, immobillash, sorbsion-spektrofotometriya, nur qaytarish koeffitsienti, skanerlovchi elektron mikroskop.

ЭКСПРЕСС-ТЕСТ-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ ХРОМА (VI) С ДВУМЯ НАТРИЕВЫМИ СОЛЯМИ ИММОБИЛИЗИРОВАННОЙ 1,8-ДИОКСИНАФТАЛИН-3,6-ДИСУЛЬФОКИСЛОТЫ

Аннотация

В работе изучены аналитические свойства иммобилизованной динатриевой соли 1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислоты (ДНДК) в матрице полиэтилен-полиаминполиакрилонитрила (ППА) при определении иона Cr (VI) сорбционно-спектрофотометрическими методами. определяли методами титрования, спектроскопического анализа и растровой электронной микроскопии.

Ключевые слова: Динатриевая соль 1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислоты, аналитический реagent, ион хрома (VI), полиэтилен-полиаминполиакрилонитрил, иммобилизация, абсорбционно-спектрофотометрия, коэффициент отражения, сканирующий электронный микроскоп.

EXPRESS TEST METHOD FOR THE DETERMINATION OF CHROMIUM (VI) IONS WITH TWO SODIUM SALTS OF IMMOBILIZED 1,8-DIOXYNAPHTHALENE-3,6-DISULPHIC ACID

Annotation

The analytical properties of the immobilized disodium salt of 1,8-dioxynaphthalene-3,6-disulfonic acid (DNDA) in a matrix of polyethylene-polyaminepolyacrylonitrile (PPA) were studied in the study of the Cr(VI) ion by sorption-spectrophotometric methods, determined by titration, spectroscopic analysis and scanning electron microscopy.

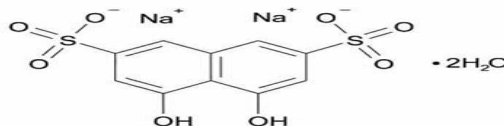
Key words: 1,8-dioxynaphthalene-3,6-disulfonic acid disodium salt; analytical reagent; chromium(VI) ion; polyethylenepolyaminepolyacrylonitrile, immobiliation, absorption spectrophotometry, reflection coefficient, scanning electron microscope.

Kirish. Tuproq o'simliklardagi xromning asosiy manbai hisoblanadi. Tuproqdagi xrom miqdori uning asosiy jinsdagi konsentratsiyasi bilan belgilanadi[1]. Olti valentli xrom o'simliklar o'zlashtirilishi uchun eng qulay hisoblanadi, u tuproq sharoitiga qarab osongina uch valentli xromga aylanadi va aksincha[2]. Poliakrilonitril asosidagi tolali materiallar so'nggi paytlarda organik reagentlarni immobillash uchun matritsa sifatida keng qo'llanilmoqda [3]. Boshqa sorbentlardan farqli o'laroq, polimer tolalari yuqori darajada rivojlangan o'ziga xos sirt maydoniga, regeneratsiya qobiliyatiga va yaxshilangan kinetik xususiyatlarga ega [4].

Ushbu ishning maqsadi tabiiy ob'ektlardagi xrom ionlarini qattiq fazali sorbsion-spektrofotometrik aniqlash usulini ishlab chiqish uchun immobillangan 1,8-dioksinaftalin 3,6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi bilan xrom ionlarining kompleks hosil bo'lishini o'rganishdir.

Экспериментал qism.

Reaktivlar: Analitik reagentlarning standart eritmasi. 1,8-dioksinaftalin 3,6-disulfo kislotaning ikki natriyli tuzi Ximreaktivsnab (Rassiya) OOO "Sintreyd-Kazan" AG kompaniyasidan sotibolingan (TU 6-09-05-13-71-88). DNNDK eritmasini tayyorlash uchun 0,04 g reagent tortib olinib 100 ml kolbaga solindi va belgisigacha disstillangan suv qo'shildi. Ushbu eritma analitik reagent sifatida ishlatilgan. 1-rasmda DNNDK analitik reagentining molekulyar tuzilishi keltirilgan[5].



1-rasm. DNDK analitik reagentining molekulyar tuzilishi.

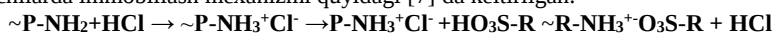
Reaktivlar: Xrom (VI) ning standart eritmasi $1 \cdot 10^{-2}$ M kaliy xromat eritmasini tayyorlash uchun, K_2CrO_4 (DST 4459-75) tuzidan 1,94 g analitik tarozida tortib olinib, 1l o'lchov kolbasiga o'tkazilib, bidistillangan suv bilan kolba belgisigacha yetkazildi, taxminiy 0.01M li xrom (VI) eritmasi tayyorlandi. Bu ishda DNDK da xrom ionlarini sorbsion-spektrofotometrik usulda aniqlash uchun biz xromning standart eritmasidan foydalandik

Buf eritmalar. Eritmalarining kislotaliligi va asosiligi universal bufer eritmaları bilan o'rnatildi ($H_3PO_4 + H_3BO_3 + CH_3COOH$). Ushbu bufer eritma eritmaning kislotaliligi va ishqoriyligini saqlab turish uchun immobillanish va kompleks hosil bo'lish jarayonlarida ishlatildi[7].

Polimer matritsasini tanlash. Ushbu tadqiqotda DNDK reagentini immobillash uchun polimer tashuvchi sifatida polietilenpoliamin poliakrilonitril (PPA) tanlangan. Ushbu matritsa poliakrilonitrilni polietilenpoliamin bilan ketma-ket modifikatsiyalash orqali olingan[7].

Ishlatilgan usullar va jihozlar: Eritmaning muhiti «Mettler-Toledo AG» va «I-130» potentsiometr-ionometri yordamida o'lchandi. Adsorbsion spektrlar «EMC-30PC-UV Spectrophotometer» va «UV-5100 UV VIS Spectrophotometer» spektrofotometrlarida o'lchandi. Reagentlar, tashuvchilar va immobillangan birikmalarining infraqizil spektrlari IQ-Fur'e-spektrometre «Bruker Invenio S-2021» olindi. Ushbu qurilmalar kompleks hosil bo'lishining optimal sharoitlarini tanlash, optik zichligi va nur yutilish sohasini aniqlash uchun ishlatildi.

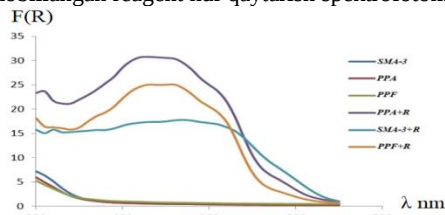
Tadqiqot metodologiyasi. Polimer matritsada immobillash jarayonlari: Tanlangan DNDK analitik reaktivini polimer tashuvchilarda immobillash mexanizmi quyidagi [7] da keltirilgan:



Birinchi jarayon polimer tashuvchini faolholatga ($\sim P-NH_3^+Cl^-$) o'tkazishdir. Buning uchun 0,2 g polimertashuvchini 50 ml li kolbaga solib, ustiga 30 ml (0,1 N) HCl eritmasi qo'shildi va hosil bo'lgan eritma xona haroratida 24 soat saqlandi. Bir sutkadan so'ng, tashuvchi polimerlar neytrall holatgacha (pH=7) distillangan suv bilan yuvildi. Natijada $\sim P-NH_3^+Cl^-$ hosil bo'ladi.

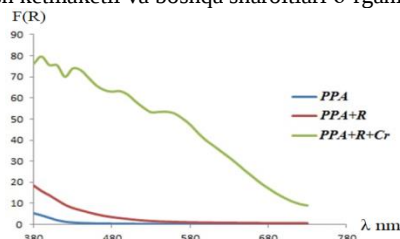
Natijalar va muhokama.

Immobillanishning nur qaytarish spektrofotometrik tahlili: Dastlab reagent uchun tashuvchi tanlandi. Buning uchun turli funksional guruhga ega bo'lgan tolali sorbentlar olindi va xlorid kislotasi bilan faollashtirildi. Xlorli formaga o'tgan tashuvchini immobillash maqsadida 20 ml $1 \cdot 10^{-2}$ M Immobillangan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi eritmasiga tushurildi, so'ngra tola va immobillangan reagent nur qaytarish spektrofotometrida tahlil qilindi.



2-rasm. Nur qaytarish spektrlarining Kubelka-Munka funksiyasida ifodalanishi.

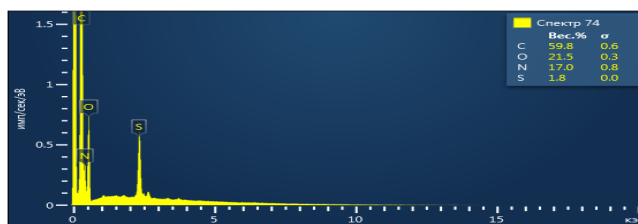
Olingan natijalarga ko'ra fenilfluoronni immobillashda eng kata optik zichlikka reagent+PPA tashuvchi bilan erishildi va eng yaxshi tashuvchi sifatida polietilenpoliaminni poliakrilonitril bilan modifikatsiya qilingan (PPA) tola tanlab olindi. PPA tolasiga immobillangan Immobillangan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disul-fokislotaning ikki natriyli tuzini Cr (VI) ionlari bilan kompleks hosil qilishining optimal sharoitlari o'rganildi. Bunda eritma muhiti (pH=2,5), muhitni hosil qilishda buffer eritma tabiati (universal bufer), komponentlarning quyilish ketmaketli va boshqa sharoitlari o'rganildi va natijalar analiz qilindi.



3-rasm. Nur qaytarish spektrlarining Kubelka-Munka funksiyasida ifodalanishi: (1) PPA polimeri, (2) immobillangan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disul-fokislotaning ikki natriyli tuzi va (3) immobillangan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disul-fokislotaning ikki natriyli tuzi bilan Cr (VI) ionlari hosil qilgan kompleksi.

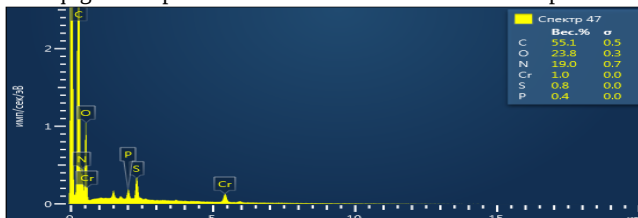
Shuni ta'kidlash kerakki, 1.8-dioksinaftalin 3.6-disul-fokislotaning ikki natriyli tuzining yutilish spektrlari (taxminan 460 nm) Cr (VI) ioniga bog'langanda o'zgargan. Cr (VI) ionlari bilan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disul-fokislotaning ikki natriyli tuzi kompleksining adsorbsion spektrlari qattiq fazada 590 nm gacha botoxrom siljish kuzatilgan. Qayd etilganidek, reagent molekulasida $-SO_3$ guruhlari mavjud bo'lib, bu yerda kislorod elektron akseptor sifatida ishlaydi. Natijada Cr (VI) ionlari bu guruhlar bilan birlashadi. Keyinchalik, Cr (VI) ionlari bilan intensiv rangli va yetarlicha barqaror kompleks birikmalar hosil qiladi.

Skannerlovchi elektron mikroskop (SEM) tahlili: Morfologik tadqiqotlar va tolalarning elementar tarkibi SEM-EVO MA 10 (Zeiss, Germaniya) skanerlash elektron mikroskopiya yordamida amalga oshirildi. Tahlil qilish uchun tayyorlangan namunaga tegishli muhitda immobillangan fenilfluoron solindi va 15 daqiqadan so'ng olindi, so'ngra skanerlovchi elektron mikroskop ostida tekshirildi. Natijalar 4-5-raslarda keltirilgan.



4-rasm. Skanerli electron mikroskop ostida olingan PPA tolasida immobillangan DNDK ning SEM spektri.

Spektr va jadvaldan aytish mumkin xlor tashuvchidagi xlor o'rnini 1.8-dioksinaftalin 3.6-disul-fokislotaning ikki natriyli tuzi olgan, chunki azot atomlarini massasidan xlor ionlarining massa nisbati anchayin kam. So'ngra immobillangan reagentni xrom (VI) ion bilan hosil qilgan kompleksini skanerlovchi elektron mikroskop ostida tahlil qilindi.



5-rasm. PPA tolasida immobillangan DNDK bilan Cr (VI) ionidan hosil bo'lgan kompleksning SEM spektri.

Olingan natijalardan ko'rinib turibdiki tolagga immobillangan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi bilan Cr (VI) ion o'zaro kompleks hosil qilgan degan xulosani aytish va ishlab chiqilgan usulni tabiiy obyekt analiziga qo'llashimiz mumkin.

Eritma va tashuvchida komplekslarning analitik xususiyatlarini taqqoslash.

Cr (VI) ion 1.8-dioksinaftalin 3.6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi bilan eritma va qattiq fazadagi hosil qilgan kompleksining analitik xarakteristikalarini solishtirib (1-jadval) o'rganildi va quyidagi xulosalar chiqarildi:

- 1) Kompleks hosil bo'lishining eritmada yutilish va tashuvchida nur qaytarish spektrlari bir xil sohada berdi;
- 2) PPA polimer tashuvchiga immobillangan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disul-fokislotaning ikki natriyli tuzi reagent yordamida Cr (VI) ionini aniqlash 1.8-dioksinaftalin 3.6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzining o'ziga nisbatan intensivligini tasdiqlaydi.
- 3) Belgilangan kompleks hosil bo'lish vaqti ikki baravar tez edi, PPA polimer tashuvchisidagi immobillangan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi eritmasiga qaraganda Cr (VI) ionlarini aniqlashda yaxshi natija berdi.
- 4) Immobillangan reagent yordamida aniqlashda usulning sezgirliги eritmaga nisbatan 5 barobarga ortdi.

3-jadval

Cr (VI)ni eritmada va PPA polimer tashuvchida DNDK bilan kompleks hosil qilishining optimal sharoitlarini solishtirish.

Parametrlar	Kompleksni shakllantirish shartlari	
	Eritmada	PPA polimer tashuvchisida
λ , nm	590	590
Optimal pH	2,5	2,5
Cn, mkg/ml	0,01	0,002
Kompleks shakllanishning namoyon bo'lish vaqti, min	15	10
Selektivlik	Co(100), Ni(50), Fe(50), Al(100), Zr(10), Mo(10), W(50), Cd(100)	Co(100), Ni(50), Fe(50), Al(100), Zr(10), Mo(10), W(50), Cd(100)

Xrom (VI) ni 1.8-dioksinaftalin 3.6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi bilan pH=2,5 da barqaror kompleks birikma hosil qiladi.

Xulosa. Ushbu tadqiqot ishida Cr (VI) ionini aniqlashda PPA matritsasiga immobillangan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzining analitik xossalari spektrofotometrik va skanerlovchi elektron mikroskopik usullar bilan o'rganildi va o'zaro taqqoslandi. Olingan natijalardan quyidagilarni aytish mumkin:

PPA matritsasiga 1.8-dioksinaftalin 3.6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi reagentini immobillanish hamda Cr (VI) ionini immobillangan 1.8-dioksinaftalin 3.6-disulfokislotaning ikki natriyli tuzi reagent bilan kompleks hosil qilishining optimal sharoitlari o'rganildi, xususan reagent hamda kompleksning spektroskopik signallari mos ravishda 460 va 590 nm berdi.

ADABIYOTLAR

1. Кабата-Пендиас А., Пендиас Х. Микроэлементы в почвах и растениях. М.: Мир, 1989. 439 с.
2. Выродова Л.П., Воробьева Л.А., Коробейникова П.Г. Валентное состояние хрома в почве. // Вести. МГУ. Сер. 17. Почвоведение. 1990. С. 30.
3. Мусаев У.Н., Мухамедиев М.Г., Икрамова М.Э. Синтез модифицированных сорбентов на основе полиакрилонитрильных волокон. // Научный вестник НамГУ. 2001. № 2. С 117-119.
4. Nurmukhammadov Z.Sh., Smanova Z.A., Tadzhimukhamedov K.S., Inatova M.S. Synthesis and properties of a new analytical reagent, 2-hydroxy-3- nitrosonaphthalene-1-carbaldehyde. // Russian Journal of Organic Chemistry. 2014. T 50. № 6. С 895-897.
5. Коростылев П.П. Приготовление растворов. 1962. С 203-206.
6. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. М.: Химия. 1979. 480 с.
7. Qutlimurotova N., Mahmadiyev S., Smanova Z., Tursunkulov J., Yakhshiyeva Z. Amperometric determination of cerium (III) using 2, 7-dinitrozo-1, 8-dihydroxynaphthalene-3, 6-disulfonic acid solution. // Period. Tche Quim. 2020. T 17. С 735-749.