



UO‘K. 543:543.4:546.72

IMMOBILLANGAN NITROZO-R-TUZI YORDAMIDA Fe (III) IONINI ANIQLASHNING SAMARALI VA SELIKTIV USULINI ISHLAB CHIQISH**РАЗРАБОТКА ЭФФЕКТИВНОГО И СЕЛЕКТИВНОГО МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ Fe (III) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИММУБИЛИЗОВАННОЙ НИТРОЗО-R СОЛИ****DEVELOPMENT OF AN EFFECTIVE AND SELECTIVE METHOD FOR DETECTING Fe (III) IONS USING IMMOBILIZED NITROZO-R SALT****Xolboyeva Muyassar Babayarovna¹** ¹Termiz davlat muhandislik va agrotexnologiyalar universiteti o‘qituvchisi**Smanova Zulayxo Asanaliyevna²** ²O‘zbekiston milliy universiteti, Kimyo fakulteti Analitik kimyo kafedrasini mudiri, kimyo fanlari doktori. professor.**Gafurova Dilfuza Anvarovna³** ³O‘zbekiston milliy universiteti, Kimyo fakulteti polimerlar kimyosi kafedrasini professori, kimyo fanlari doktori.**Yulchiyeva Marg‘uba Gafurjonovna⁴** ⁴Termiz davlat muhandislik va agrotexnologiyalar universiteti, texnika fanlari bo‘yicha falsafa doktori**O‘ralova Muxlisa Rustam qizi⁵** ⁵Termiz davlat muhandislik va agrotexnologiyalar universiteti talabasi.**Annotatsiya**

Ushbu tadqiqotda yangi yuqori samarali, selektiv, tejamkor analitik reagent Fe (III) ionini aniqlash uchun tavsiya etildi. Nitrozo-R-tuzi sorbentga immobilizatsiya qilindi va nur qaytarish spektrlari orqali analitik signal o‘lchandi. Tashuvchi sifatida polietilenpoliamin bilan modifikatsiyalangan poliakrilonitril (PPF) tolaga immobilizatsiyalangan 1-nitrozo-2-naftol-3,6-disulfokislotalasining dinatriyli tuzi (nitrozo-R-tuzi) foydalanildi. Komplekslar hosil bo‘lish mexanizmlari o‘rganildi va optimal sharoitlar tanlandi. Natijalar shuni ko‘rsatdiki temir (III) ionining immobilizatsiya qilingan nitrozo-R-tuzi bilan kompleksi mol nisbatlari 1:1 bo‘lganda hosil bo‘ladi. Natijalar nur yutish, nur qaytarish spektrlari va IQ analizlari bilan isbotlandi.

Аннотация

В данном исследовании предлагается новый высокоэффективный, селективный и экономичный аналитический реагент для определения ионов Fe (III). Нитрозо-R соль была иммобилизована на сорбенте, и аналитический сигнал измерялся с помощью спектров отражения. Натриевая соль 1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфоновой кислоты (нитрозо-R соль) была иммобилизована на волокнах полиакрилонитрила (PPF), модифицированных полиэтиленполиамином в качестве носителя. Изучены механизмы образования комплексов и выбраны оптимальные условия. Результаты показали, что комплекс ионов железа (III) с иммобилизованной нитрозо-R солью образуется при молярном соотношении 1:1. Результаты были подтверждены с помощью анализа поглощения, отражательных спектров и IQ-анализов.

Abstract

This research proposes a new highly efficient, selective, and economical analytical reagent for the detection of Fe (III) ions. Nitrozo-R salt was immobilized on a sorbent, and the analytical signal was measured through reflectance spectra. A sodium salt of 1-nitrozo-2-naphthol-3,6-disulfonic acid (nitrozo-R salt) was immobilized on polyacrylonitrile (PPF) fibers modified with polyethylene polyamine as a carrier. The mechanisms of complex formation were studied, and optimal conditions were selected. The results indicated that the complex of iron (III) ions with immobilized nitrozo-R salt forms at a molar ratio of 1:1. The results were confirmed through absorbance, reflectance spectra, and IQ analyses.

KIMYO

Kalit soʻzlar: temir (III), 1-nitrozo-2-naftol-3,6-disulfokislotasining dinatriyli tuzi, immobilizatsiya, PPF tola, IQ va nur qaytarish spektroskopiya

Ключевые слова: железо (III), натриевая соль 1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфоновой кислоты, иммобилизация, волокно PPF, IQ и отражательная спектроскопия.

Key words: iron (III), sodium salt of 1-nitroso-2-naphthol-3,6-disulfonic acid, immobilization, PPF fiber, IQ, and reflectance spectroscopy.

KIRISH

Atrof-muhit obyektlarining ustuvor ifloslantiruvchi moddalari roʻyxatida shu jumladan, suv ekotizimlariga ogʻir metallar asosiy oʻrin tutadi. Zaharli ogʻir metallar orasida kadmiy, qoʻrgʻoshin, mis, rux, xrom va boshqalar eng keng tarqalgan boʻlib, ular tabiiy obyektlar va inson va hayvonlar salomatligi uchun xavfli hisoblanadi.

Shu munosabat bilan tabiiy va chiqindi suvlarni ogʻir metallardan tozalash va ularning suv havzalaridagi tarkibini nazorat qilish muhim ekologik va tahliliy muammodir. Olib borilgan tatqiqodda oqova suvlar tarkibidagi temir (III) ionlarini immobilizatsiyalangan reagent yordamida aniqlashning sorbsion-spektroskopik usullari oʻrganilgan.

ADABIYOTLAR TAHLILI VA METODOLOGIYA

Texnologik taraqqiyotning jadal surʼatlarda rivojlanib borayotganligi tufayli inson muhitida ogʻir metallar ionlarining muvozanati buzildi va global ifloslanish sodir boʻldi Biosferaning zaharli metallar bilan ifloslanishi va metallarning tabiiy muhitda parchalanmasligidan kelib chiqadigan muammo tabiatning jiddiy muammosiga aylanmoqda. Shuning uchun bugungi kunda suvni nafaqat zaharli metallar ionlaridan tozalash, balki tabiiy suvlarni ifloslanishini nazorat qilish muammosi juda muhimdir [1-3].

B-naftolning yangi nitro hosilasi sintez qilindi. Uni tolali substratlarda immobilizatsiya qilish va metallar ionlarini, xususan, kobalt (II) ionlarini aniqlash uchun maxsus analitik reagent sifatida qoʻllash imkoniyati va oqava suvlarda kobalt (II) ni aniqlash tartibi taklif qilingan [4]

Gidroksilamin, etilen va diamin yoki geksametilendiamin bilan modifikatsiyalangan yangi turdagi tolali sorbentlarning sorbsion xossalari oʻrganildi. Ularga disodium 1-(2-Piridilazo)-2-oksinaftalin-3,6-disulfonat 2-oksinaftalin-3,6-disulfonatning immobilizatsiyasi oʻrganilgan va suvda temir (III) aniqlash uchun optimal sharoitlar koʻrsatilgan [5-6]

Ushbu ishda Cd ni 4-nitro-2-arsenobenzol-1,4 diazominoazobenzol-4 sulfo-kislota mononatriy tuzi yordamida aniqlashning sorbsion-spektrofotometrik usuli ishlab chiqilgan. Cd ionini aniqlash uchun qoʻllaniladigan organik reagent bilan kompleksning optimal sharoitlari, nur yutilishi va nur qaytarish hamda SEM tahlil usullari qoʻllanildi [7]

Alyuminiy, berilliy, rux va qoʻrgʻoshinni aniqlash uchun yangi lyuminescent reagentlar taklif qilindi. Oʻrganilayotgan oksiazobirikmalarni immobilizatsiya qilishning kimyoviy-analitik xossalari ijroiy taʼsiri koʻrsatilgan. Atrof-muhit obyektlarida ushbu metallar ionlarini sorbsion-lyuminescent bilan aniqlashning yuqori sezgir va selektiv usullari ishlab chiqilgan [8]

Palladiy tarkibini aniqlash uchun 1-fenil-5-(3,4-digidro-6-metil-4-okso-3pirimidin-2-il)-formazan-6-sellyuloza asosidagi reagent indikator qogʻozi RIB-Pd testi taklif qilindi. Murakkab tarkibli obyektlarda sorbsion-reflektometrik va vizual tekshirish usullari oʻrganildi [9]

Katta miqdordagi temir metallurgiya, metallga ishlov berish, toʻqimachilik, lak, boʻyoq korxonalar sanoat va qishloq xoʻjaligidagi oqava suvlar bilan suv havzalariga kiradi. Standartlarga koʻra, umumiy temir miqdori 0,3 mg/l dan oshmasligi kerak [10-11]

Shu sababli chiqindi suv tarkibidagi temirni miqdorini tahlil qilish juda muhimdir.

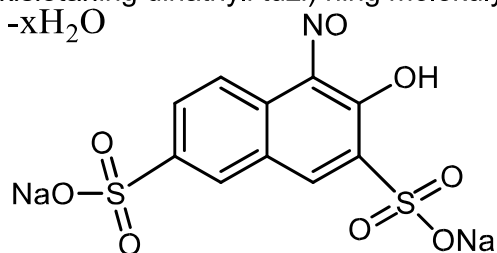
Ishning maqsadi nitrozo-r-tuzini tolali sorbentda immobilizatsiya qilish va immobillangan nitrozo-r-tuzi yordamida temirni aniqlashning yangi tezkor sorbsion fotometrik usulini ishlab chiqish va turli xil atrof-muhit obyektlarida qoʻllashdir.

NATIJA VA MUHOKAMA

Eritma muhiti "210" pH oʻlchagich yordamida oʻlchandi. Moddalarning nur qaytarish spektrlari X-Rite Eye-One-Pro mini spektrofotometrida, yutilish spektrlari EMC-30PC-UV spektrofotometrida va UV-5100 UV-VIS spektrofotometrida oʻlchandi. Reagent, tashuvchi, immobilizatsiyalangan reagent va kompleksning infraqizil spektrlari, "Bruker Invenio S-2021" IR-Fure spektrometrida aniqlandi. Ushbu qurilmalar yordamida kompleks hosil boʻlish uchun maqbul sharoitlar tanlangan, optik zichlik va yorugʻlikning yutilish va nur qaytarish spektrlari aniqlangan.

Temir (III) xlorid tuzi kristallogidratining dastlabki eritmasini tayyorlash uchun ($1 \cdot 10^{-2}$ M) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (DST-4147-74) dan 2,705 g analitik tarozida tortib olinib, 1 l standart o'lchov kolbasiga solindi va bidistillangan suv yordamida belgisigacha yetkazildi.

Ishchi eritmalaridan boshlang'ich eritmalar suyultirilib, $n \cdot 10^{-4}$ M eritma tayyorlandi. Nitrozo r-tuzi ($\text{C}_{10}\text{H}_5\text{NNa}_2\text{O}_8\text{S}_2$ 377,258 g/mol) eritmasini tayyorlash uchun 0,3853 g reagent tortib olinib 100 ml kolbaga solindi va ustidan 96% li etil spirti qo'shib eriguncha kolba chayqatildi, so'ngra belgisigacha distillangan suv qo'shildi. Eritma 30 kungacha barqaror bo'ladi. Tayyorlangan eritma analitik reagent sifatida ishlatilgan. 1-rasmda nitrozo-r-tuzi (1-(4-antipirilazo)-2-naftol-3,6-disulfokislotaning dinatriyli tuzi) ning molekulyar tuzilishi kon'rsatilgan [12].



Har xil muhitlarni hosil qilishda oldindan tayyorlab qo'yilgan turli pH lardagi bufer eritmalaridan foydalanildi [13].

Tolasimon sorbent sifatida poliakrilonitril (PAN) ni polietilen poliamin (PEPA) bilan modifikatsiyalab dixloretan bilan aktivlash natijasida sintez qilib olingan toladan foydalanildi.

Tolasimon sorbent 0,2 g dan analitik tarozida 0,0001 g aniqlikda o'lchab olindi.

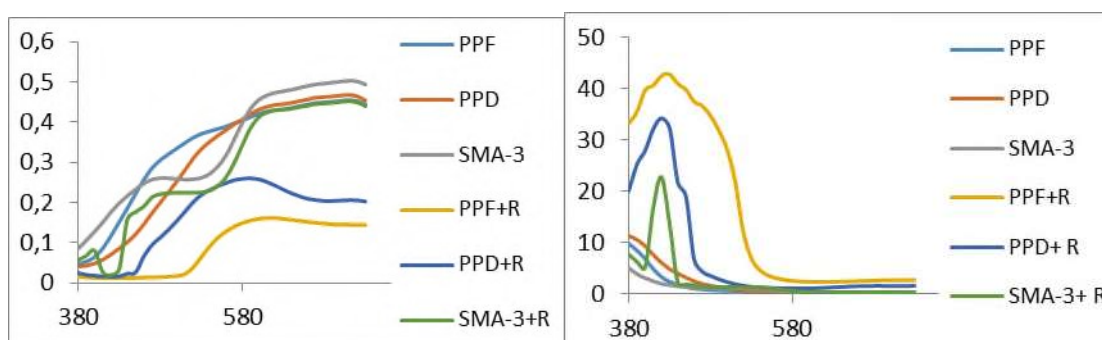
O'lchab olingan qattiq holatdagi tolasimon sorbent 0,1 M xlorid kislotaning standart eritmasida bir sutka mobaynida bo'ktirib qo'yildi, so'ng distillangan suv yordamida pH-7 ga kelguncha yuvildi va Petri chashkalarida saqlandi.

Shundan keyin 50 ml sig'imli kolbaga 5 ml temir ionining eritmasidan solindi ($C_{\text{Fe}}=50\text{mg/ml}$), gidrolizlanmasligi uchun xlorid kislotadan 1,0 ml qo'shib belgisigacha distillangan suv solindi, aralashtirildi va oldindan 10 ml 10%li reagent eritmasiga solib qo'yilgan tashuvchidan o'tkazildi.

Shundan so'ng hajmi 10-100 ml bo'lgan metall ionlari eritmaları tolasimon sorbentlardan o'tkazildi, ular 10 ml/min tezlik bilan nitrozo R-tuzi bilan immobillandi.

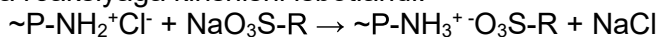
Organik reagent uchun optimal tashuvchi tanlash. Organik reagentlarni tolali tashuvchilarga immobillash uchun PPF-1, PPD-1, SMA-3 tolalardan 0,2000 g miqdorda tola tortib olindi, 50,0 ml li alohida stakanlarga solinib 4-5 soat 0,1 N eritmasida magnitli aralashtirgich yoki shisha tayoqcha yordamida aralashtiriladi. Xlorli shaklga o'tgan tolalarni distillangan suv bilan yuviladi va nam xolatda Petri idishida saqlanadi. Eritmada qolgan reagentning optik zichligi o'lchanadi. Shundan so'ng organik reagentlar immobillangan sorbentning nur qaytarish spektrlari olindi.

1-rasm. 1-(4-antipirilazo)-2-naftol-3,6-disulfokislotaning natriyli tuzining turli tolalarda immobillanishigacha (1) undan keyingi (2) nur qaytarish spektrlari ($C_{\text{R}}=0,2\text{M}$. $\lambda_{\text{R}}=420\text{nm}$. $\text{pH}=5,5$ $m_{\text{sorb.}}=0,2000\text{g}$)

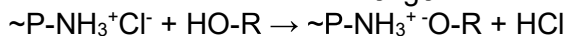


KIMYO

Olingan natijalarga ko'ra nitrozo-R-tuzi (1-(4-antipirilazo)-2-naftol-3,6 disulfokislotaning natriyli tuzi) reagenti immobillanishda eng maqbul tashuvchi sifatida PPF hisoblanadi. Bu reagentlarning funksional guruhlar hamda tashuvchi sorbent guruhlar o'rtasida kimyoviy bog'lanish hisobiga amalga oshadi. O'rganilayotgan nitrozo-R-tuzi reagentining sulfo va gidroksil guruhlarining tashuvchi sorbentda mavjud ion holatdagi aminoguruhlar bilan quyidagi mexanizm asosida reaksiyaga kirishishi isbotlandi:

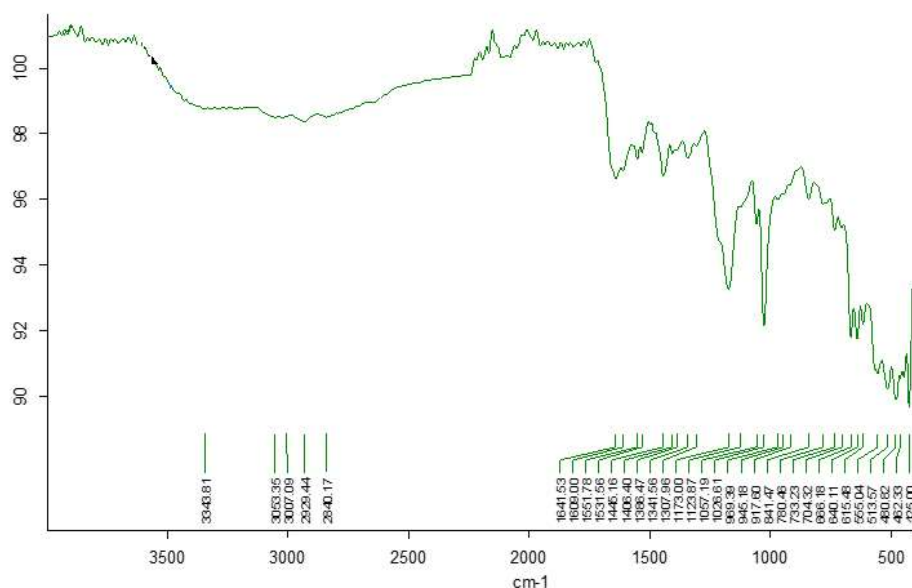


Nitrozo-R-tuzi reagenti uchun esa quyidagi mexanizimi tahlil qilindi



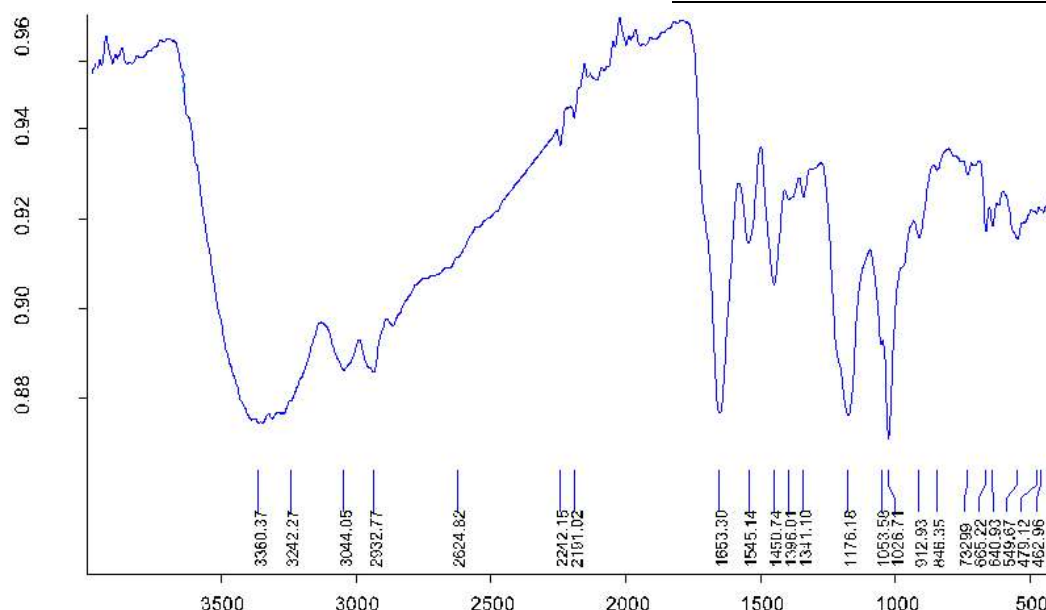
Tavsiya etilgan sxema asosida reaksiyaning ketishiga immobillangan tashuvchilardagi IQ-spektrlarining yutilish sohaslarining siljishi ko'rsatadi, ushbu yutilish sohalari reaksiyada ishtirok etayotgan tashuvchilarning faol funksional guruhlar va immobillangan nitrozo-R-tuzi reagentlariga ta'lluqli. Immobillangan nitrozo-R-tuzi reagentlarning hamda ularning aniqlanayotgan metall ionlari bilan hosil qilgan komplekslari strukturasi o'rganishda IQ-spektroskopiyasi tahlil natijalari ushbu mexanizmni isbotladi.

2-rasmda nitrozo R-tuzining IQ spektrida 3343 cm^{-1} sohada $-\text{OH}$ bog'ining valent tebranishlaridan hosil bo'lgan kengaygan holatdagi yutilish chizig'ini kuzatishimiz mumkin. Bu kengayish reagent molekulasida vodorod bog'lar mavjudligidan dalolat beradi. $2840 - 3053\text{ cm}^{-1}$ sohada $=(\text{Ar})\text{C-H}$ bog'ining valent tebranishlari natijasida hosil bo'lgan yutilish chiziqlarini, $1641-1531\text{ cm}^{-1}$ sohada $-\text{NO}_2$ funksional guruhi kimyoviy bog'larining assimetrik tebranishidan hosil bo'lgan yutilish chiziqlarni, $1408-1445\text{ cm}^{-1}$ sohada $-\text{NO}_2$ funksional guruhi kimyoviy bog'larining simmetrik tebranishidan hosil bo'lgan yutilish chiziqlarni kuzatishimiz mumkin.



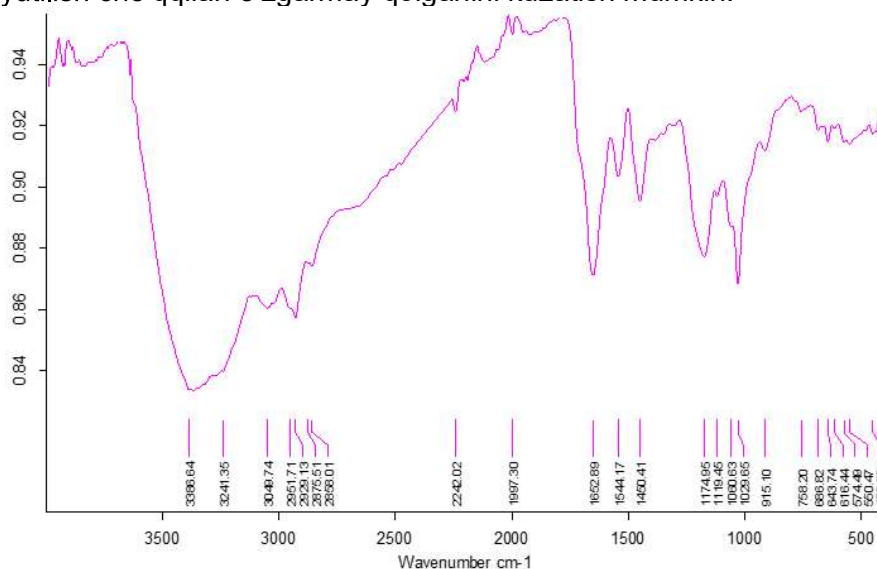
2-rasm. Nitrozo R-tuzining IQ spektri

$841-989\text{ cm}^{-1}$ sohada $-\text{SO}_3$ funksional guruhi kimyoviy bog'larining $(\text{S}=\text{O})$ tebranishi natijasida hosil bo'lgan yutilish cho'qqilarini, $425-490\text{ cm}^{-1}$ sohada esa $-\text{ONa}$ bog'ining yutilish chizig'ini, 555 cm^{-1} sohada $=\text{C-S-}$ bog'ining yutilish chizig'ini, $1057-1173\text{ cm}^{-1}$ sohada $=\text{C-H}$ bog'ining deformatsion tebranishlaridan hosil bo'lgan yutilish cho'qqilarini kuzatishimiz mumkin.



3-rasm. Immoillangan nitrozo-R-tuzi reagentining IQ spektri

PPF tolaning nitrozo-R-tuzi biriktirilgan mahsulotining IQ spektrida eng xarakterli cho'qqilar sifatida 912 cm^{-1} sohada, 1028 , 1178 , 1450 cm^{-1} sohalarda paydo bo'lgan yangi cho'qqilarni ko'rsatishimiz mumkin. Bunda: 1450 cm^{-1} sohadagi o'rtacha intensivlikdagi yutilish cho'qqisi -S=O bog'ining tebranishidan hosil bo'lgan. 1540 cm^{-1} sohada -N=O bog'ining tebranishidan hosil bo'lgan yutilish chiziqlarini, $845\text{-}912\text{ cm}^{-1}$ sohada esa -ONa ning yutilish chiziqlarini kuzatishimiz mumkin. $1028\text{-}1178\text{ cm}^{-1}$ sohalarda SO_2 ning deformatsion tebranishidan hosil bo'lgan yutilish cho'qqilarini kuzatishimiz mumkin. PPF tola IQ spektridagi 3245 cm^{-1} sohadagi -N-H bog'ining mahsulot IQ spektrida $3044\text{-}3242\text{ cm}^{-1}$ sohaga surilgani va cho'qqining kengayib ketgani ayni shu sohada vodorod bog'lar va donor-akseptor bog'lanishlar hosil bo'lganidan darak beradi. Shuningdek -OH bog'ining valent tebranishlaridan hosil bo'lgan yutilish cho'qqining paydo bo'lgani Nitroso-R-tuzining tolaga birikkanidan darak beradi. Ushbu birikishda $\text{-C}\equiv\text{N}$ bog'i ishtirok etmaganini ta'kidlash lozim, chunki ikkala birikma IQ spektrida ham $2200\text{-}2300\text{ cm}^{-1}$ soha oralig'ida ushbu bog'ning yutilish cho'qqilari o'zgarmay qolganini kuzatish mumkin.



4-rasm. PPF tolasiga immoillangan Nitrozo-tuzi reagenti bilan temir (III) ioni hosil qilgan kompleksining IQ-spektri.

4-rasmda keltirilgan IQ spektrida esa asosiy funktsionl guruhlariga tegishli yutilish chiziqlarining saqlangan holda $450\text{-}600$ sohada asosiy o'zgarishlar kuzatilganini ko'rishimiz

KIMYO

mumkin. Xususan 450 sm^{-1} sohada O-Fe bog'iga tegishli yutilish chiziqlari hosil bo'lganini kuzatishimiz mumkin.

XULOSA

Ushbu tadqiqot ishida temir (III) ionini aniqlashda PPF matritsasida immobilizatsiyalangan 1-nitrozo-2-naftol-3,6-disulfokislalani dinatriyli tuzining analitik xususiyatlari o'rganildi. spektroskopik, IQ -spektral va boshqa usullar bilan o'rganiladi va bir-biri bilan taqqoslanadi. Olingan natijalarga asoslanib, biz quyidagilarni aytishimiz mumkin:

Fe (III) ionlarini aniqlash uchun PPF matritsasida nitroso R-tuzi reagentini immobilizatsiya qilishning optimal shartlari o'rganildi. Xususan, immobilizatsiyalangan 1-nitrozo-2-naftol-3,6-disulfokislalani dinatriyli tuzining Fe (III) bilan ionini kompleks hosil qilish uchun optimal sharoit topildi;

PPF tolasiga immobilangan Nitroso-R-tuzi reagenti va uning temir(III) ionini bilan hosil qilgan kompleksining IQ-spektri tahlil qilindi.

Temir (III) ionlarini aniqlash eritmadagiga qaraganda immobilangan tashuvchida kuchliroq ekanligi tasdiqlandi.

Ishlab chiqilgan va tavsiya etilgan usul analitik reagent real obyektlardagi Fe(III) ionini oldindan ajratmasdan aniqlash uchun yuqori selektivlik, sezgirlik va tezlikka ega ekanligi aniqlandi.

ADABIYOTLAR RO'YXATI

1. Кудрявцева, Е. И., Стародубова, Н. А. (2020). Результаты качественного анализа по обнаружению тяжелых металлов в продуктах питания. In *Человек и природа*. 96-98.
2. Калинина, О. В., & Лакиза, Н. В. (2019). Сорбционно-спектроскопическое определение ионов токсичных металлов. In XXIX Российская молодежная научная конференция «Проблемы теоретической и экспериментальной химии».—Екатеринбург,
3. Есмаил, Г. (2016). Са-монтмориллонитовая глина и ее модификации для очистки вод и определения тяжелых металлов.
4. Madusmanova, N. K., Smanova, Z. A., & Zhuraev, I. I. (2020). Properties of the New Analytical Reagent 2-Hydroxy-3-Nitrosonaphthaldehyde. *Journal of Analytical Chemistry*, 75, 135-138.
5. Smanova, Z. A., Gafurova, D. A., & Savchikov, A. V. (2011). Disodium 1-(2-pyridylazo)-2-oxynaphthalene-3,6-disulfonate: An immobilized reagent for iron (III) determination. *Russian Journal of General Chemistry*, 81, 739-742.
7. Юлчиева, С. Т., Исакулов, Ф. Б., Набиев, А. А., Янгиева, С. Б., & Сманова, З. А. (2021). Разработка сорбционно-спектрофотометрической методики определения ионов железа (iii). *Universum: химия и биология*, (11-1 (89)), 5458.
8. Madatov, U., Norboyeva, S. N., Rakhimov, S., Arifjanova, F., & Smanova, Z. (2024). Sorption spectrophotometric determination of cadmium (II) ions using a sodium salt of 4-nitro-2-arsenobenzene-1, 4-diamino-azo benzene-4 sulfonic acids. *Uzbek Chemical Journal/O'zbekiston Kimyo Jurnal*.
9. Smanova, Z. A., Usmanova, X. U., Madusmanova, N. K., Bobojanov, B. B., & Maxmudova, G. O. (2021). Immobilized Oxyazo Compounds as Analytical Reagents for the Sorption-Luminescent Determination of Certain Metals. *Turkish Online Journal of Qualitative Inquiry*, 12(9).
10. Ostrovskaya, V. M., Reshetnyak, E. A., Chernyshova, O. S., & Bryleva, E. Y. (2020). Рефлектометрическое и визуально-тестовое определение Pd (II) в объектах сложного состава с использованием индикаторной бумаги. *Аналитика и контроль*, 24(2), 124-132.
11. Липилина, Ю. А. (2020). Возможности ионитов марки «Токем» как основы тест-систем определения тяжелых металлов: выпускная бакалаврская работа по направлению подготовки: 05.03. 06-Экология и природопользование.
12. Тхуан, К. Б. (2020). Оценка возможности применения тест-системы для определения содержания ионов железа в питьевой воде. In *Научная инициатива иностранных студентов и аспирантов российских вузов: сборник докладов X Всероссийской научно-практической конференции, Томск, 22-24 апреля 2020 г.* (pp. 122-125). Томский политехнический университет.
13. Lur'ye Yu.Yu., *Spravochnik po analiticheskoj ximii (Analitik kimyo bo'yicha qo'llanma)*, Moskva: Ximiya, 1979.
14. Korostylev, P. P. *Polucheniye rastvorov (Eritmalarni tayyorlash)*, Moskva: Mir, 1962, p. 203.