

ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ****СИНТЕЗ И СВОЙСТВА НОВОГО АНАЛИТИЧЕСКОГО РЕАГЕНТА
2-НИТРОЗО-5-МЕТОКСИФЕНОЛА**

Сманова Зулайхо Асаналиевна

*проф. кафедры аналитической химии
химического факультета Национального университета Узбекистана
100174, Узбекистан, Ташкент, Вузгородок, химический факультет
E-mail: smanova.chem@mail.ru*

Мадусманова Назира Кучкарбаевна

*преподаватель кафедры химической технологии факультета энергетики и машиностроения
Алмалыкского филиала Ташкентского политехнического университета, соискатель НУУз
100174, Узбекистан, Ташкент, Вузгородок, химический факультет
E-mail: nazira.imotova@mail.ru*

Салихова Озода Абдуллаевна

*доц. кафедры Технологии органического синтеза
Ташкентского химико-технологического института,
100174, Узбекистан, Ташкент, Вузгородок, химический факультет*

Таджимухамедов Хабибулло Сайфуллаевич

*доц. кафедры органической химии химического факультета
Национального университета Узбекистана
100174, Узбекистан, Ташкент, Вузгородок, химический факультет
E-mail: smanova.chem@mail.ru*

**THE SYNTHESIS AND PROPERTIES OF A NEW ANALYTICAL REAGENT
OF 2-NITROSO-5-METHOXYPHENOL**

Zulaykho Smanova

*Doctor of Chemistry, Professor, Head of Analytical Chemistry Chair, Chemistry Department,
National University of Uzbekistan named after Mirzo Ulugbek,
100174, Uzbekistan, Tashkent, Vuzgorodok NUUZ/*

Nazira Madusmanova

*Lecturer, Tashkent State Politechnic University, Degree-seeking student, Chemistry Department,
National University of Uzbekistan named after Mirzo Ulugbek,
100174, Uzbekistan, Tashkent, Vuzgorodok NUUZ*

Ozoda Salixova

*Associate Professor of the Department of Technology of Organic Synthesis
of Tashkent Chemical Technology Institute,
100174, Uzbekistan, Tashkent, Vuzgorodok NUUZ*

Habibullo Tadjimuhamedov

*Lecturer, Associate Professor, Head of Organic Chemistry Chair, Chemistry Department,
National University of Uzbekistan named after Mirzo Ulugbek,
100174, Uzbekistan, Tashkent, Vuzgorodok NUUZ*

Авторы выражают свою глубокую благодарность профессору М.Г. Мухамедиеву и д.х.н. Д.А. Гафуровой за предоставленные волокнистые сорбенты.

АННОТАЦИЯ

2-нитрозо-5-метоксифенол использован в качестве аналитического реагента на ионы железа (II). Строение синтезированного реагента и полученного комплекса изучено методами ПМР- и ИК-спектроскопии. Показана возможность его использования для иммобилизации на волокнистых носителях и применения в качестве специфического аналитического реагента для определения ионов металлов, в частности для определения ионов железа. Предложена простая, экспрессная методика определения железа (II) с помощью 2-нитрозо-5-метоксифенола. Реагент взаимодействует с железом в соотношении 1:1. Найдены оптимальные условия иммобилизации и комплексообразования. Найдены физико-химические свойства, результаты обработаны методом математической статистики и приведены данные по применению в анализе.

ABSTRACT

2-nitroso-5-methoxyphenol has been used as an analytical reagent for iron (II) ions. The structures of the synthesized reagent and the obtained complex have been studied by the methods of PMR and IR spectroscopy. The possibility of its use for immobilization on fibrous carriers and the application as a specific analytical reagent is shown to determine metal ions, in particular for the determination of iron ions.

A simple, rapid method to determine iron (II) using 2-nitroso-5-methoxyphenol is proposed. The reagent interacts with iron in a ratio of 1: 1. Optimal conditions for immobilization and complexation are found. The physicochemical properties are found, and the results are processed by the method of mathematical statistics, and data on the application in the analysis are given.

Ключевые слова: аналитический реагент, 2-нитрозо-5-метоксифенол, иммобилизация, сорбционная спектроскопия, ионы железа (II).

Keywords: analytical reagent, 2-nitroso-5-methoxyphenol, immobilization, iron (II)

В последнее время особую актуальность в аналитической химии приобретает задача экспрессного определения ионов тяжелых и токсичных металлов, что весьма просто и успешно решается оптическими методами с использованием органических реагентов, иммобилизованных на полимерных сорбентах [1-3]. Многокомпонентность объектов анализа, низкие концентрации металлических загрязнителей в рамках решения такого рода задач, обуславливают необходимость использования комбинированных методов анализа, включающих также и стадию концентрирования. Одним из перспективных методов определения металлов в сложных по природе объектах является сорбционно-фотометрический метод анализа, позволяющий совмещать концентрирование металлов с последующим их определением на твердой матрице [4], что и было использовано в данном сообщении для определения ионов железа.

Целью данной работы является целенаправленный синтез нового органического реагента на основе производных нитрозонафтолов, улучшение с их помощью метрологических характеристик оптических методик определения железа, иммобилизацией на волокнистых носителях и разработка на основе этих методик определения железа в различных природных объектах.

Методика проведения иммобилизации. Волокнистые сорбенты, модифицированные гексаметилендиамином, обладают хорошими кинетическими и ионообменными характеристиками и представляют собой тонкие материалы, устойчивые к агрессивным средам и механическим воздействиям, проявляя лучшую способность к набуханию. Их использовали в форме дисков диаметром 2 см и массой от 20-50 мг. Полученные диски промывали 50 мл 0,1 М HCl, затем 10 мл ацетона, далее диски погрузили

на 4-10 мин. в стаканы с 10 мл раствора органического реагента с концентрацией $1,0 \cdot 10^{-5} - 1,0 \cdot 10^{-2}$ М, промывали 50 мл дистиллированной водой и хранили во влажном состоянии в чашках Петри. Влияние pH, концентрации металла, буферной смеси и содержание реагента в твердой фазе изучали при скорости потока раствора, равной 10 мл/мин.

Обсуждение результатов

Было синтезировано новое производное нитрозонафтолов по аналогии с работой авторов [5]. Индивидуальность вещества была доказана методом тонкослойной хроматографии на пластинке *Silufol* (ацетон, пары йода). R_f продукта реакции равен 0,80.

Строение синтезированного реагента доказано методами ПМР- и ИК-спектроскопии. В ПМР спектре 2-нитрозо-5-метоксифенола наблюдаются сигналы протонов 3,75; 9,83; 6,53; 6,62; 7,53 млн.д., характерные для $\text{CH}_3\text{-O-}$ и NO- групп, и сигнал водорода, находящегося в орто-положении относительно NO- группы.

В ИК-спектре наблюдаются сигналы частот 3200-3450, 1580-1770, 1510-1410, 1193-960, 1410, 1220, 1280, 800, 810, 900 и 920 cm^{-1} , характерные для -OH , >C=C< , -N=O , C-O- групп и для атома водорода, находящегося в орто- и мета-положении относительно NO- группы, соответственно.

Синтезированный реагент 2-нитрозо-5-метоксифенол избирательно взаимодействует с ионами железа (II, III), меди, кобальта и хрома. Высокие коэффициенты распределения при оптимизированных условиях сорбции позволяют провести эффективное предварительное концентрирование и выделение следовых количеств определяемых элементов при слабых и нейтральных значениях pH среды.

Сорбцию реагента рассчитывали по формуле $a=(c-[c])v/m$ (моль/г), где c и $[c]$ – начальная и равновесная концентрации реагента в растворе, M ; v – объём раствора, л; m – масса волокна, г. Максимальная сорбционная ёмкость реагента при подобранных оптимальных условиях сорбции железа равна 28,8 мг/гр.

Подбором оптимальных условий иммобилизации нитрозофтаола на полиакрилонитрильной матрице сохранены специфические аналитические свойства реагента. По данным ИК- и электронной спектроскопии установлены функционально-аналитических групп (ФАГ), реагирующие с ионами железа на носителе. Сравнение спектров иммобилизованного реагента и исходного органического реагента показало, что ФАГ, ответственные за комплексообразование в иммобилизованном и нативном реагенте

аналогичны, что указывает на то, что структура реагента сохраняется и в иммобилизованном состоянии.

Сопоставление ИК-спектров комплекса со спектром органического реагента показало, что в спектре комплекса появляется полоса при 598 см^{-1} , отсутствующая в ИК-спектре реагента и отнесённая согласно [6] к колебаниям, ответственным за валентные колебания связи $-O-Me$.

По полученным данным спектров отражения рассчитывали функцию Кубелки-Мунка F по формуле: $F=(1-R)^2/2R$ [7]. Найдено, что линейная зависимость наблюдается в интервале концентраций от 0,05 до 2,0 мг.

Для установления возможности сорбционно-спектроскопического метода определения железа(II) к анализу реальных объектов были составлены модельные смеси, результаты которых были проверены методом «введено- найдено» (табл. 2).

Таблица 2.

Результаты проверки методики определения железа(II) в модельных растворах ($n=5$, $P=0,95$)

Введено железа, мг/л	Найдено железа, мг/л	S	Sr
5,00	4,95	0,129	0,026
	4,98		
	5,02		
	4,94		
	4,97		

Примечание: n – число параллельных определений, P – доверительная вероятность, S – стандартное отклонение, Sr – относительное стандартное отклонение.

Таким образом, высокая избирательность синтезированных реагентов к иону железа (II), простота и скорость концентрирования в сочетании с инструментальными методами определения без десорбции

металла прямо на поверхности твердого волокнистого сорбента обуславливают экспрессность анализов и возможность их использования в практике химического анализа при определении ионов железа (II) в различных объектах.

Список литературы:

1. Запорожец О.А., Сухан В.В. // Успехи химии. 1997. Т 66, № 7, С. 702-712.
2. Саввин С.Б. // ЖАХ. 1996, Т.51, № 1, С. 49-56.
3. Кочигин О.В. //ЖАХ. 2006.Т.61. № 2. С. 120-124.
4. Марасанова Е.И., Великородный А.А., Никулин И.В. и др. // ЖАХ. 2000. Т 55. № 5. С. 539-545.
5. Климакова Я.И., Шпенель И., Беляев И.В., Селективные методы синтеза орто–нитро и нитрозофенолов. М.: 1990, С. 112 –116.
6. Накамото К. Инфракрасные спектры неорганических и координационных соединений. М.: Мир, 1966. С.198-208.
7. Казицина Л.А., Куплетская Н.Б. Применение УФ-, ИК-, ЯМР-спектроскопии в органической химии. М.: Высш.шк., 1971. С. 214-234.
8. Беллами Л. Новые данные по ИК-спектрам сложных молекул. М.: Мир 1971. 318 с.
9. Сманова З.А. Геворгян А.М. //Узб. хим. журн. 2008. № 2. с. 48-53.