

**ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ DSc.03/30.12.2019.К.01.03
РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ

РАХИМОВ САМАРИДДИН БОХОДИРОВИЧ

**ВАНАДИЙ, МОЛИБДЕН ВА ВОЛЬФРАМ ИОНЛАРИНИ
ИММОБИЛЛАНГАН ОРГАНИК РЕАГЕНТЛАР ЁРДАМИДА
СОРБЦИОН-СПЕКТРОСКОПИК АНИҚЛАШ УСУЛЛАРИНИ ИШЛАБ
ЧИҚИШ**

02.00.02 – Аналитик кимё

**КИМЁ ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2020

**Кимё фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD) диссертацияси
автореферати мундарижаси**

**Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD) по
химическим наукам**

**Contents of dissertation abstract of doctor of philosophy (PhD) on
chemical sciences**

Рахимов Самариддин Боходирович

Ванадий, молибден ва вольфрам ионларини иммобилланган органик реагентлар ёрдамида сорбцион-спектроскопик аниқлаш усулларини ишлаб чиқиш..... 3

Рахимов Самариддин Боходирович

Разработка сорбционно-спектроскопических методов определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама иммобилизованными органическими реагентами..... 21

Rakhimov Samariddin

Development of sorption-spectroscopic methods for the determination of vanadium, molybdenum and tungsten ions by immobilized organic reagents..... 39

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works 42

**ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ DSc.03/30.12.2019.К.01.03
РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ

РАХИМОВ САМАРИДДИН БОХОДИРОВИЧ

**ВАНАДИЙ, МОЛИБДЕН ВА ВОЛЬФРАМ ИОНЛАРИНИ
ИММОБИЛЛАНГАН ОРГАНИК РЕАГЕНТЛАР ЁРДАМИДА
СОРБЦИОН-СПЕКТРОСКОПИК АНИҚЛАШ УСУЛЛАРИНИ ИШЛАБ
ЧИҚИШ**

02.00.02 – Аналитик кимё

**КИМЁ ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2020

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2020.02PhD/K299 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация Ўзбекистон Миллий университетида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус ва инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифаси (www.ik-kimyo.nuuz.uz) ва «Ziyonet» Ахборот-таълим порталида (www.ziyonet.uz) жойлаштирилган.

Илмий раҳбар:

Сманова Зулайхо Асаналиевна
кимё фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар:

Султонов Марат Мирзаевич
кимё фанлари доктори, доцент

Тиллаев Санжар Усмонович
кимё фанлари номзоди, доцент

Етакчи ташкилот:

Тошкент фармацевтика институти

Диссертация химояси Ўзбекистон Миллий университети ҳузуридаги DSc.03/30.12.2019.K.01.03 рақамли Илмий кенгашнинг 2021 йил « 19 » сентябрь соат 10⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 100174, Тошкент, Университет кўчаси, 4-уй. Тел: (99871)227-12-24, факс (99824)246-53-21; 246-02-24. e-mail:chem0102@mail.ru).

Диссертация билан Ўзбекистон Миллий университетининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (140 рақами билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100174, Тошкент, Университет кўчаси, 4-уй. Тел: (99871)227-12-24, факс (99824)246-53-21; 246-02-24. e-mail: chem0102@mail.ru).

Диссертация автореферати 2020 йил « 29 » 12 кун таркатилди.
(2020 йил « 28 » 12 даги 18 - рақамли реестр баённомаси).



X.T. Шарипов
Илмий даражалар берувчи илмий
кенгаш раиси, к.ф.д., профессор

Д.А. Гафурова
Илмий даражалар берувчи илмий
кенгаш илмий котиби, к.ф.д.

Э. Абдурахманов
Илмий даражалар берувчи илмий
кенгаш қошидаги илмий семинар раиси
ўринбосари, к.ф.д., профессор

КИРИШ (фалсафа доктори диссертацияси аннотацияси (PhD))

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Дунё микёсида сўнги йилларда ишлаб чиқариш ва саноатнинг жадаллашуви, илм-фаннинг ривожланиши, ҳамда ишлаб чиқаришда янги технологик жараёнларни амалиётга тадбиқ этилиши натижасида атроф муҳитга сезиларли даражада антропоген таъсири ортиб бормоқда. Бугунги кунда қўлланилаётган кўпгина аналитик таҳлил усуллари ёрдамида атроф-муҳитда тарқалган оғир-заҳарли, канцероген металлларни аниқлаш кўп вақт сарфлашни талаб этади. Шунинг учун ҳам металл ионларини аниқлашда иммобилланган органик реагентлардан фойдаланиб, анализнинг тезкор, қулай ва танлаб таъсир этувчан сорбцион-спектроскопик «гибрид» усулларини янада такомиллаштириш юқори самарадорликка эришишда муҳим аҳамиятга эга.

Жаҳонда аналитик кимёгарлар томонидан оғир заҳарли металл ионларини толага иммобилланган комплекс ҳосил қилувчи органик реагентлар ёрдамида аниқлаш услубларини ишлаб чиқиш ва уларни ривожлантириш борасида кенг қамровли изланишлар олиб борилмоқда. Бу борада толасимон ташувчиларга органик реагентларни иммобиллашда аналитик фаол гуруҳларнинг иштирок этиш механизмини аниқлаш, комплекс ҳосил бўлишида функционал фаол гуруҳларни танлаш ва янги услубларни яратиш долзарб муаммолардан бири ҳисобланади. Атроф-муҳитнинг турли объектларидан ванадий, молибден, вольфрам ионларини аниқлашда органик реагентлар билан иммобилланган толалар ёрдамида танлаб таъсир этувчан, тезкор, юқори сезгирликка эга бўлган замонавий усулларни ишлаб чиқиш алоҳида аҳамият касб этади.

Республикамизда кимё саноатини ривожлантиришда атроф-муҳит объектлари таркибидаги оғир ва заҳарли металл ионларини аниқлашнинг «гибрид» услубларини яратишга алоҳида эътибор қаратилмоқда. Олиб борилаётган дастурий чора-тадбирлар асосида мазкур йўналишда маълум ютуқларга эришилган, айниқса, оқава сувлар, рудалар, чиқинди маҳсулотлар таркибини сифат ва миқдорий назорат қилиш бўйича кенг қамровли ишлар олиб борилмоқда. Жумладан, органик реагентларни иммобиллаш ёрдамида атроф муҳитнинг турли объектларида металл ионларини аниқлаш учун янги сорбцион услублар ишлаб чиқилмоқда. Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегиясида «Маҳаллий хомашёни қайта ишлаш, тубдан янги турдаги маҳсулот ва технологиялар ишлаб чиқаришни ўзлаштириш асосида тайёр маҳсулот ишлаб чиқаришни янада жадаллаштириш, сифат жиҳатидан янги босқичга кўтаришни такомиллаштириш» вазифалари белгилаб берилган. Республикамизда кимё саноати, халқ хўжалигида ванадий, молибден ва вольфрам каби металлларнинг кенг ишлатилиши сабабли, уларни аниқлаш учун замонавий, янада ишончли, тезкор ва арзон усулларни ишлаб чиқиш муҳим аҳамиятга эга.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2020 йил 2 мартдаги ПФ-5953-сонли «Илм, маърифат ва рақамли иқтисодий ривожлантириш йили»да амалга оширишга оид Давлат дастури тўғрисида»ги Фармони ҳамда

2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сонли «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш Ҳаракатлар стратегияси» ҳақидаги Фармони ва 2019 йил 3 апрелдаги ПҚ-4265-сонли «Кимё саноатини янада ислоҳ қилиш ва унинг инвестициявий жозибдорлигини ошириш чора-тадбирлари тўғрисида»ги Қарорлари ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишда ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

Тадқиқотнинг республика фан ва технологиялари ривожланишининг устувор йўналишларига мослиги. Мазкур тадқиқот республика фан ва технологиялар ривожланишининг VII «Кимёвий технологиялар ва нанотехнологиялар» устувор йўналишларига мувофиқ бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Дунёда ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлашнинг кўпгина оптик ва электрокимёвий усуллари мавжуд. Бу усуллар билан олинган натижаларда сезгирлиги ва такрорланувчанлиги пастлиги, тезкор эмаслиги, халақит берувчи ионларнинг кўплиги кузатилди.

Кўпгина олимлар бу муаммони ҳал этишда иммобилланган органик реагентлардан фойдаланишни таклиф қилганлар. Иммобилланган органик реагентлардан фойдаланишга асосланган қаттиқ фазали-спектроскопик усуллар, янги ёндашувлардан бири бўлиб, сезгирлиги ва ишончлилиги билан барча талабларга жавоб беради. Бу йўналишда Золотов Ю.А., Саввин С.Б., Мясоедова Г.М., Брыкина Г.Д., Гавриленко Н.А., Лосев В.Н., Амелин В.Г., Моросанова Е.И., Дмитриенко С.Г. ва бошқа олимлар спектроскопик ва флуоресцент усулларни ишлаб чиқишган, бу усулларда турли силикагел сорбентлар, табиий цеолитлар, полиэтилен пленкалар, целлюлоза нитрати, поликапроамид гелли мембраналар, модифицирланган кремнеземлар ва бошқа ташувчилардан фойдаланилган.

Ўзбекистонда оғир металл ионларини аниқлашнинг тезкор ва содда усуллари ишлаб чиқиш билан Геворгян А.М., Насимов М.А., Абдурахманов Э., Джиянбаева Р.Х., Кабулов Б.Д., Шестерова И.П.лар шуғулланишган. Ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлашда иммобилланган органик реагентларни қўллаш халақит берувчи ионларнинг кескин камайиши, тезкорликнинг ошиши учун шароит яратади.

Диссертация мавзуси диссертация бажарилган олий таълим муассасасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Ўзбекистон Миллий университети илмий-тадқиқот ишлари режасининг Ф.22.7 «Селектив органик реагентлар синтези» (2012-2016 й), А.12.53 «Атроф муҳит объектларида экотоксикантларни фотометрик ва сорбцион-фотометрик аниқлаш усуллари ишлаб чиқишда полимер ташувчиларга иммобилланган реагентлар» (2015-2017 йй) ва ФЗ-20171024243 «Кобальт ва темир ионларини аниқлашда иммобилланган азореагентларнинг физик-кимёвий хоссаларини тадқиқ этиш» (2018-2019) мавзуларидаги фундаментал ва амалий лойиҳалари доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади иммобилланган органик реагентлар ёрдамида ванадий, молибден ва вольфрам ионларини саноат ва табиий объектларида аниқлашнинг тезкор, сезгир сорбцион-спектрофотометрик усулларини ишлаб чиқишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

органик реагентларни толали сорбентларга иммобиллашнинг оптимал шароитлари: муҳитнинг таъсири, толанинг статик ва динамик алмашилиш сиғимлари, иммобиллашда иштирок этаётган органик реагентнинг аналитик фаол функционал гуруҳларини, иммобилиш механизмини аниқлаш;

толага иммобилланган органик реагентлар билан ванадий, молибден ва вольфрам ионларини комплекс ҳосил қилишининг оптимал шароитлари: эритма кислоталигининг, Бугер-Ламберт-Бер қонунига бўйсунуши, ҳалақит берувчи ионларнинг таъсирини аниқлаш;

комплекс бирикмаларнинг барқарорлик константалари, комплекс таркиби, комплекс ҳосил бўлиш механизмини аниқлашда квант-кимёвий ҳисоблаш, ИҚ ва нур қайтариш спектроскопиясининг танланган органик реагентнинг аналитик хоссалари билан боғлиқлигини ўрганиш;

ишлаб чиқилган сорбцион-фотометрик услубини ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлашда турли модел, бинар, учламчи ва мураккаб аралашмалари, оқава сувлар ҳамда кимё саноати чиқинди маҳсулотлари намуналарига қўллаш.

Тадқиқотнинг объекти рудалар, саноат корхоналари чиқиндилари, тупроқ ва оқава сувлар ҳисобланади.

Тадқиқотнинг предмети ванадий, молибден ва вольфрам ионлари, уларнинг бирикмалари, ПАН асосидаги толалар, сульфо, азо, гидроксил гуруҳлар тутган органик реагентлар ҳисобланади.

Тадқиқотнинг усуллари. Оптик (сорбцион-спектрофотометрик, нур қайтариш спектроскопия, атом-абсорбцион) анализ усуллари, элемент анализи, ИҚ спектроскопияси ва квант-кимёвий ҳисоблаш усулларидан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

функционал ва аналитик-фаол гуруҳлар тузилишига боғлиқ ҳолда органик реагентларни иммобиллашнинг аналитик тавсифлари аниқланган;

иммобилланган реагентларни ванадий, молибден ва вольфрам ионлари билан кимёвий аналитик хоссаларига асосланган таъсирлашиш механизми, функционал-фаол гуруҳларнинг жойлашишига ва ион ва координацион боғларнинг характерига боғлиқлиги исботланган;

ванадий, молибден ва вольфрам ионларга ҳалақит берадиган йўлдош катионлар ва анионларни таъсири аниқланган;

ванадий, молибден ва вольфрамни иммобилланган органик реагентлар ёрдамида сорбцион-спектрофотометрик аниқлаш янги усули яратилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

органик реагентлар: фенилфлуорон, пирокатехин бинафша, 1-(2-гидрокси -1-нафтой азо)-2-нафтол-4-сульфат кислотанинг натрийли

тузиларини толали сорбентларга иммобиллашнинг оптимал шароитлари аниқланган;

ванадий, молибден ва вольфрам ионларини иммобилланган органик реагентлар (фенилфлуорон, пирокатехин бинафша, 1-(2- гидроксид-1-нафтой азид)-2-нафтол-4-сульфат кислотанинг натрийли тузи) билан аниқлашда ишлаб чиқилган сорбцион-фотометрик усулини қўйи аниқланиш чегараси фотометрик усулга нисбатан 10 марта камайганлиги исботланган;

ванадий, молибден ва вольфрам ионларини иммобилланган органик реагентлар (фенилфлуорон, пирокатехин бинафша, 1-(2-гидроксид-1-нафтой азид)-2-нафтол-4-сульфат кислотанинг натрийли тузи) билан сорбцион-фотометрик усулида турли атроф-муҳит объектлари (рудалар, оқава ва ичимлик сувлари, тупроқ) таркибидан аниқланган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги олинган натижаларни «киритилди-топилди», «стандарт намуналар», «қўшимчалар қўшиш», квант-кимёвий ҳисоблашлар ва бошқа усуллар билан тасдиқланганлиги, атроф-муҳит объектларининг реал намуналари ДСТ усуллари билан солиштирилганлиги ва математик статистик усулларида қайта ишланганлиги билан асосланади.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти шундан иборатки, полимер ташувчиларга органик реагентларни иммобиллашнинг оптимал шароитлари топилди, уларни ванадий, молибден ва вольфрам ионларига селектив таъсирини ошириш имкониятлари кўрсатиб берилди, бегона ҳалақит берадиган ионларнинг таъсири камайтирилди, шунингдек, реагентларнинг иммобилланиши ҳисобига ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлашнинг аналитик ва метрологик параметрлари яхшиланди.

Тадқиқотнинг амалий аҳамияти шундаки, ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлашнинг сорбцион-фотометрик усуллари табиий ва саноат объектлари анализиде қўлланилиши экоаналитик кимёнинг муаммоларини ечишга хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларини жорий қилиниши. Саноат оқава сувларида ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлаш ва тозалашнинг янги сорбцион-фотометрик усулини ишлаб чиқиш бўйича олинган натижалар асосида:

иммобилланган органик реагентлар ёрдамида ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлашнинг сорбцион-фотометрик усули «Олмалик кон-металлургия комбинати» АЖнинг Марказий аналитик лабораториясида амалиётга жорий қилинган («Олмалик кон-металлургия комбинати» АЖнинг 2020 йил 28 августдаги 73/1-478-сон маълумотномаси). Натижада, оқава сувларда ванадий, молибден ва вольфрамни экспресс аниқлаш имконини берган;

ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлаш ва ажратиш усули «Навоий кон-металлургия комбинати» ДКнинг Марказий аналитик лабораториясида амалиётга жорий қилинган (Навоий кон-металлургия

комбинати» ДКнинг 2020 йил 16 октябрдаги 02-06-07/10874-сон маълумотномаси). Натижада, оқава сувлар таркибидаги оғир металлларнинг ионларини аниқлаш ва самарали тозалаш имконини берган;

ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлашнинг сорбцион-фотометрик усулидан ПЗ-20170925290 рақамли «Маҳаллий хомашёлар асосида ионитлар олиш ва уларни саноат чиқиндиларидан рангли ва камёб металлларни сорбциялашда қўллаш» мавзусидаги амалий лойиҳада саноат чиқиндилари рангли металлларни аниқлашда фойдаланилган (Ўзбекистон Республикаси Олий ва ўрта махсус таълим вазирлигининг 2020 йил 24 июндаги 89-03-2227-сон маълумотномаси). Натижада, саноат чиқиндилари таркибидаги оғир металл ионларини аниқлашнинг тест усулини ишлаб чиқиш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқотнинг натижалари 10 та, жумладан, 4 та халқаро ва 6 та Республика илмий-амалий анжуманларида маъруза қилинган ва муҳокамадан ўтган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилинганлиги. Диссертация мавзуси бўйича жами 16 та илмий иш чоп этилган, Ўзбекистон Республикаси Олий аттестация комиссиясининг фалсафа доктори (PhD) диссертациялари асосий илмий натижаларини чоп этиш тавсия этилган нашрларида 6 та, жумладан, 4 та республика ва 2 та халқаро журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, бешта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертациянинг ҳажми 120 бетни ташкил этган.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати, тадқиқотнинг мақсади ва вазифалари асослаб берилган, тадқиқотнинг объекти ва предмети тавсифланган, Ўзбекистон Республикаси фан ва технологиялари ривожланишининг устувор йўналишларига мослиги кўрсатиб берилган, тадқиқотларнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари келтирилган, олинган натижаларнинг назарий ва амалий аҳамияти ёритилган, тадқиқот натижаларини жорий этиш рўйхати келтирилган, ишнинг нашр этилганлиги ва диссертациянинг тузилиши тўғрисидаги маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг «Ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлаш усуллари бўйича адабиётлар шарҳи» номли биринчи бобида ванадий, молибден ва вольфрам ионларини сорбцион-спектроскопик усуллар ёрдамида турли сорбентлар билан аниқлаш, табиатига кўра турлича бўлган сорбентлардан фойдаланиш, уларни сорбцион-спектроскопик ва визуал-тест усулларда қўлланилиши, оптик кимёвий сенсорларда ишлатилиши бўйича мавжуд маълумотларнинг таҳлили келтирилган.

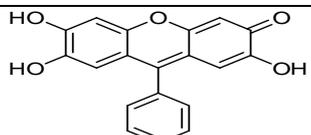
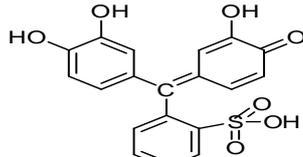
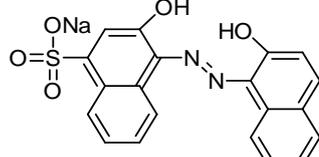
Турли объектларда иммобилланган реагентлар ёрдамида оғир захарли металлларни аниқлаш натижалари тизимлаштирилди. Қайд этилдики, ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлаш учун органик реагентларнинг

толасимон сорбентларга иммобилланиши етарлича ўрганилмаган. Бу жараён эса тадқиқот объектини аниқлашга ёрдам берган.

Диссертациянинг «Ишлатиладиган асбоблар, материаллар ва реактивлар. Ишлатиладиган эритмалар ва реактивларни тайёрлаш усуллари» номли иккинчи бобида материаллар, асбоблар ва тадқиқот усуллари, металлларни стандарт ва ишчи эритмаларини ҳамда реагентларни тайёрлаш, намуналарни танлаш ва уларни тайёрлаш усуллари келтирилган. САС ва ДАС, сорбция ва десорбция жараёнларини бажариш ҳамда модда таркибини аниқлаш усуллари келтирилган. Органик реагентларнинг структура формулалари 1-жадвалда келтирилган.

1-жадвал

Органик реагентларнинг тузилиш формулалари

№	Реагент номи	Техник номи. Брутто формуласи	Mr	Реагентнинг тузилиш формуласи
1	фенилфлуорон (2,6,7-тригидрокси-9-фенил-3(3Н)-ксантенон)	(ФФ) $C_{19}H_{12}O_5$	320	
2	Пирокатехин бинафшаси	(ПБ) $C_{19}H_{14}O_7S$	386	
3	1-(2- гидрокси -1-нафгойазо)-2-нафтол-4-сулфат кислотанинг натрийли тузи	(ГННС) $C_{20}H_{13}N_2O_5S$	393	

Полимерлар кимёси кафедрасида арзон маҳаллий хомашёдан синтез қилинган ПАН-ташувчига иммобилланган органик реагентларнинг физик-кимёвий хоссалари ўрганилди. Турли ташувчиларга реагентни иммобилланишининг оптимал шароитлари 2-жадвалда келтирилган.

2-жадвал

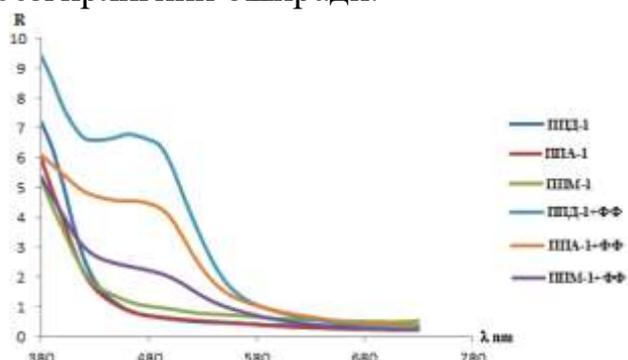
Органик реагентларни иммобилланишининг қулай шароитлари ($m_H=0,2$ гр.)

Реагент	Ташувчи	pH	Буфер аралашма ҳажми, мл	Ютилиш максимуми, нм	Вақт, мин.
ФФ	ППД-1	3,0 – 5,0	2,00	440	5
ПБ	ППД-1	3,5 – 5,5	4,00	550	5
ГННС	ППД-1	3,0 – 6,0	3,00	513	5

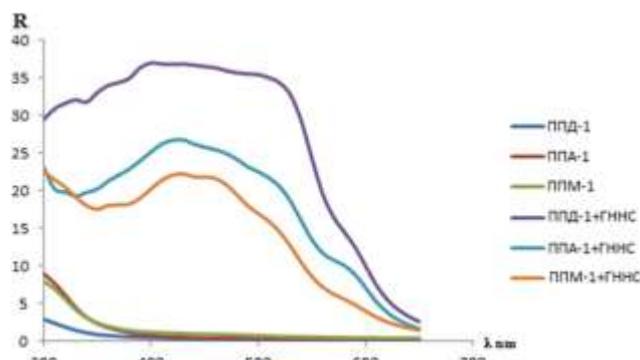
Кейинги тадқиқотларда ППД-1 толага иммобилланган реагентлар ишлатилди, улар ванадий(IV), молибден (IV) ва вольфрам (IV) ионларини аниқлаш учун қўлланилди.

Диссертациянинг «Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV)ни комплекс ҳосил қилиш ва иммобилланиш шароитларини муқобиллаштириш ва аналитик тавсифлари» номли учинчи бобида

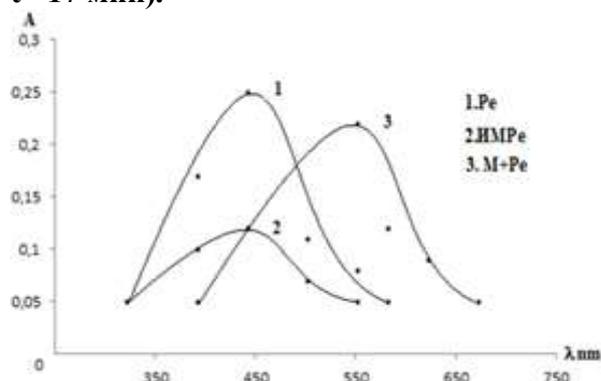
реагентларнинг оптик ва физик-кимёвий тавсифлари, уларнинг ванадий, молибден ва вольфрам ионлари билан комплексларини олишнинг оптимал шароитлари келтирилган. Ўрганилган реагентларнинг турли хил ФФГ ва АФГ таъсири ўрганилган вақтда аниқландики, ПАН-толасига органик реагентлар иммобилланганда ҳам функционал фаол гуруҳлар ўзининг танлаб таъсир этувчанлик хусусиятларини сақлаб қолади. Олиб борилган тадқиқотлар шуни кўрсатдики, АФГ борлиги, синтез қилинган реагентларни ванадий, молибден ва вольфрам ионларига нисбатан танлаб таъсир этувчан таъсирини ва сезгирлигини оширади.



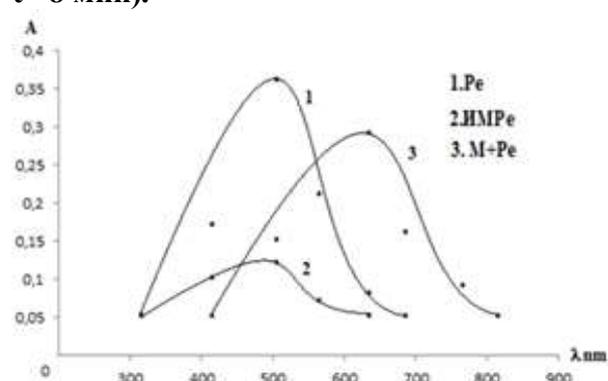
1-расм. ФФ турли тодаларда иммобилланишигача (1) ундан кейинги (2) нур қайтариш спектрлари ($C_R=0,2M$, $\lambda_R=440nm$, $pH=5$, $m_{сорб.}=0,2000g$, $V=10мл$, $t=17$ мин).



2-расм. ГННС турли тодаларда иммобилланишигача (1) ундан кейинги (2) нур қайтариш спектрлари ($C_R=0,2M$, $\lambda_R=513nm$, $pH=4-6$, $m_{сорб.}=0,2000g$, $V=10мл$, $t=8$ мин).



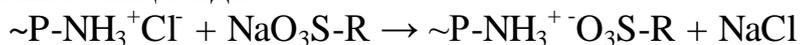
3-расм. ФФни ППД-1 толага иммобилланишидан олдинги (1) ва кейинги (2) ҳамда унинг ванадий иони билан комплексининг (3) ютилиш спектрлари ($C_R=0,2M$, $\lambda_R=440nm$, $pH=5$, $m_{сорб.}=0,2000g$, $V=10мл$, $t=17$ мин).



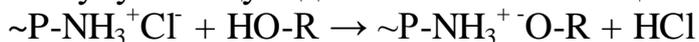
4-расм. ГННС ни ППД-1 толада иммобилланишидан олдинги (1) ва ундан кейинги (2) ҳамда унинг вольфрам (3) ионлари билан комплексининг ютилиш спектрлари ($C_R=0,2M$, $\lambda_R=513nm$, $pH=4-6$, $m_{сорб.}=0,2000g$, $V=10мл$, $t=8$ мин).

Реагентларнинг нур ютилиш ва қайтарилиш спектрларининг таҳлили шуни кўрсатадики (1-4 расм), нур ютилиш ва қайтарилиш спектрларида ўхшашлик кузатилади. Ёруғликнинг ютилиш максимумларини батохром силжиши, реагентларни турли муҳитларда турлича диссоциланиши билан боғлиқ экан. Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларини аниқлаш учун реакцияни кучли ва кучсиз кислотали муҳитда олиб бориш лозим, чунки бошқа муҳитларда қайтмас жараёнлар кечади ва натижада керакли аналитик сигнал олиш имконияти бўлмайди.

Нур қайтариш ва ютилиш спектрларининг энг яхши натижаларини ППД-1 толага иммобилланган ГННС беради, бу унинг функционал гуруҳлари билан ташувчининг гуруҳлари ўртасидаги кимёвий боғ ҳисобига амалга оширилади. Ўрганилган ПБ ва ГННС реагентларнинг сульфогуруҳи сорбентларнинг ионлашган аминогуруҳлари билан куйидаги схема бўйича реакцияга киришиши аниқланди:



ФФ реагенти учун эса куйидаги механизими таҳлил қилинди



Таклиф этилган схема бўйича реакцияни боришига иммобилланган тизимлардаги ИҚ-спектрларнинг ютилиш чизиқларини силжиши кўрсатади, улар бу реакцияда иштирок этаётган сорбентларнинг ФФГ ва иммобилланган реагентларга тегишли. Иммобилланган реагентларнинг ва уларнинг металл ионлари билан комплексларининг тузилишини ўрганишдаги электрон ва ИҚ-спектроскопик таҳлил натижалари реакциянинг ушбу механизмини исботлаб берди.

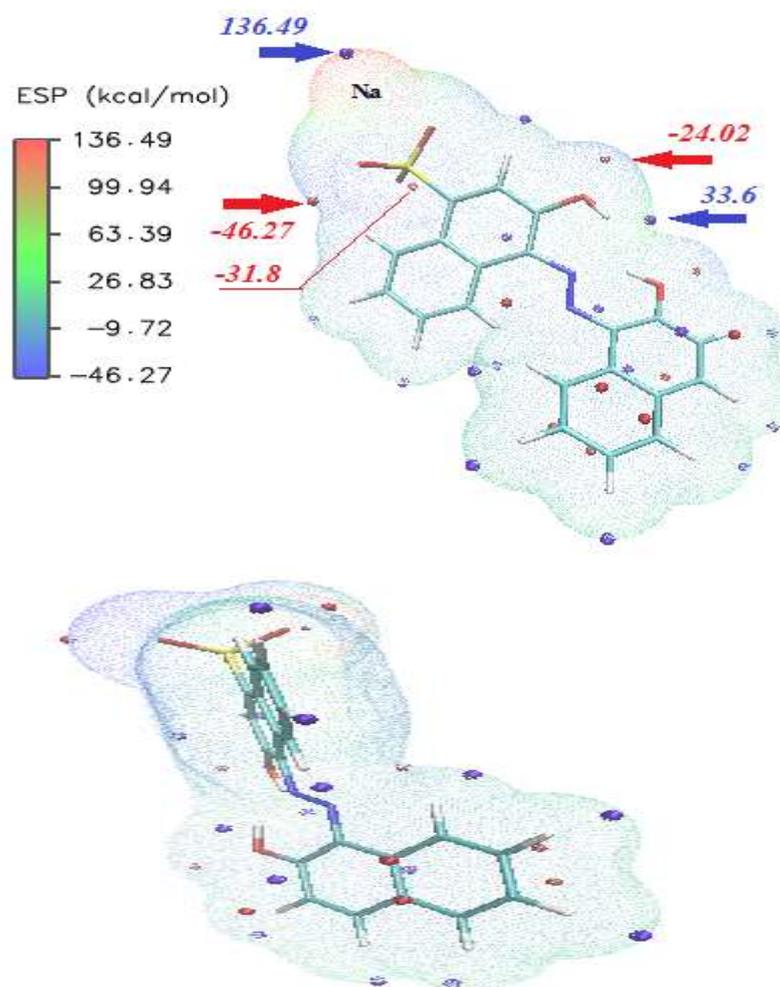
Квант-кимёвий усуллар (ORCA дастурининг B3LYP/def2-TZVP усули) ёрдамида реагентларнинг электрон зичликларини максимумлари ҳисоблаб топилди. Бу усуллардан фойдаланган ҳолда, кислотали муҳитда реагентларнинг протонланиши натижасида электрон жуфтнинг электростатик тортилиши ҳисобига координацион боғ ҳосил бўлади. Иммобиллаш учун танлаб олинган реагент бир нечта потенциал марказлар тутган бўлади, улар азот, кислород атомларида концентрланган бўлади, улар металл ионларига юқори электростатик тортишишга эга.

Квант-кимёвий ҳисоблаш усуллар ёрдамида бажарилган ва улар асосида реакция қобилияти юқори бўлган энг фаол донор атомларнинг самарали зарядлари ва реагентларнинг молекулаларида донор марказларнинг электрон зичликларини тақсимланиш характери топилди.

Маълумки, электростатик потенциал сатҳи молекулаларнинг, айниқса, ковалент боғланмаган таъсирлашувлар учун реакция марказларни аниқлашда муҳим кўрсаткич бўлиб, молекуланинг нуклеофил ва электрофил марказларини кўрсатади. 5-расмда қизил сферик чизиқ ЭСП сатҳининг манфий соҳаси бўлиб, электронларга бой соҳа ҳисобланади. Бинафша сферик чизиқлар ЭСП сатҳининг мусбат соҳаси бўлиб, электронга тақчил соҳаларни кўрсатади.

1 бирикмада 3 та ОН гуруҳи бўлиб, улардаги ҳаракатчан (электронно-дефицит) Н атомини топишда ЭСП сатҳи мусбат қийматлари муҳим аҳамият касб этади. ЭСП сатҳи таҳлили 3 та гидроксил гуруҳда электрон зичликнинг 3 хилда тақсимланганлигини кўрсатди. Энг кам мусбат ЭСП максимуми қиймати гуруҳидаги кислород атоми билан ички молекуляр водород боғ ҳосил қилган гидроксил гуруҳидаги водород атомида эканлиги аниқланди. Энг фаол натрий, нуклеофил марказ, ЭСП максимум қиймати 136.49 ккал/моль бўлган гидроксил гуруҳидаги натрий атомидир. Молекулалараро таъсирлашувларда электроно-донор сифатида қатнашиши мумкин бўлган марказлар сифатида

молекуланинг сульфо гуруҳининг кислород атоми кўрсатиш мумкин. ЭСП таҳлили ушбу бирикманинг полимер бирикмаларга боғланиши сульфо гуруҳидаги энг ҳаракатчан натрий атоми туган гидроксил гуруҳи орқали бориши мумкинлигини кўрсатди.



5-расм. Бирикманинг ЭСП максимум ва минимумлари (ўнгда ён томондан кўриниши). Қизил сферик чизиқлар ЭСП минимумларини, бинафша сферик чизиқлар эса ЭСП максимумларини ифодалайди. Катта максимумлар ва кичик минимумлар стрелкалар билан кўрсатилган.

3-жадвалда ГННС реагенти молекуласида донор-акцептор хусусиятидаги атомларининг эффектив заряд миқдорлари келтирилган.

3-жадвал

ГННС реагенти молекуласида донор-акцептор хусусиятидаги атомларининг эффектив заряд миқдорлари

	MNDO	TZVP
$\delta_q O^1_{(OH)}$	-0,199	-24,02
$\delta_q O^2_{(OH)}$	-0,145	-21,45
$\delta_q O^3_{(OH)}$	-0,249	-31,8
$\delta_q O^1_{(S=O)}$	-0,315	-46,27
Ҳосил бўлиш энергияси	-2558.3 (kcal/mol)	-2553.6 (kcal/mol)

Энг катта электрон булут зичлиги сульфо гуруҳида кузатилди, аммо бу гуруҳ нофаол бўлганлиги сабабли гидроксил гуруҳларидаги кислород атомлари ҳисобига реагентлар ташувчига иммобилланади, металл ионлари билан комплекс ҳосил бўлиши реагентнинг гидроксогуруҳлари ҳисобига содир бўлади.

Ванадий, молибден ва вольфрамни иммобилланган ФФ, ПБ ва ГННС билан комплексларининг тузилиши, уларни ташувчига иммобилланиш механизми ИҚ-спектрларнинг натижаларидан аниқланди. Реагентларнинг ва уларнинг металл ионлари билан комплексларини ИҚ-спектрлари Avatar-300 асбобида 400 – 4000 см^{-1} частотаталар интервалида олинган.

ПД-1 сорбентининг, реагент ва иммобилланган реагентнинг ва комплекснинг ИҚ-спектрлари ўрганилганда ютилиш частоталаридаги асосий ўзгаришлар реагент ва сорбентнинг $-\text{N}=\text{N}-$, $-\text{OH}$, сульфогуруҳларига тегишли бўлган 1460-1357 см^{-1} , 3450, 3500, 1400-1500 см^{-1} , ва 1700-1750 см^{-1} соҳада кузатилади. Натив ва иммобилланган реагентнинг ИҚ-спектрлари солиштирилганда, асосий ўзгаришлар $-\text{N}=\text{N}-$, ва $-\text{OH}$ гуруҳлар учун характерли бўлган соҳада содир бўлади.

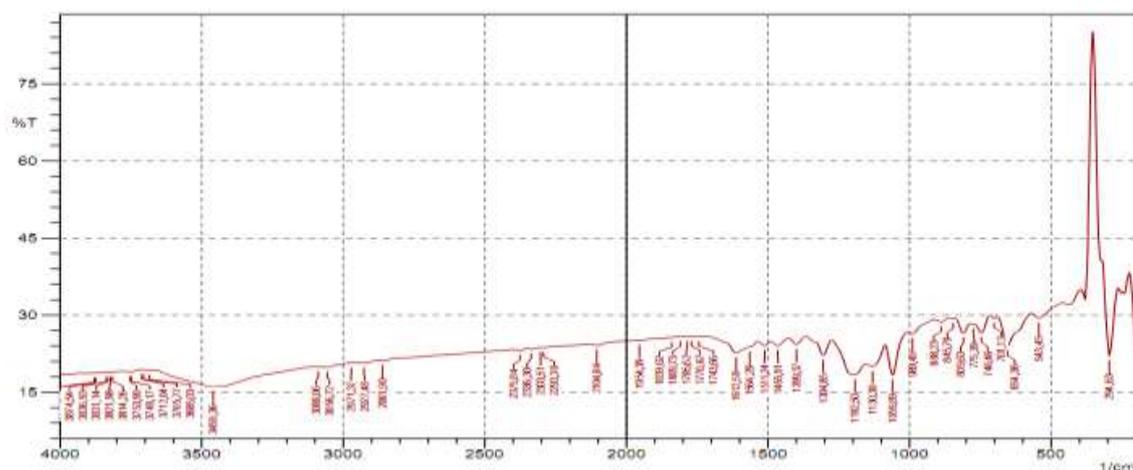
Толанинг иммобилланишдан олдин ва кейинги ИҚ-спектрлари ўрганилганда, асосий ўзгаришлари $-\text{OH}$ гуруҳлар учун хос бўлган 3316-3437 см^{-1} соҳада содир бўлади, уларнинг кенгайишини молекулалараро боғларнинг ҳосил бўлишига киритиш мумкин. Реагентнинг $-\text{N}=\text{N}-$ гуруҳлари учун характерли бўлган 1460-1357 см^{-1} , 1400-1500 см^{-1} соҳада ютилиш чизиқлари кузатилади. 3164 – 3437 см^{-1} соҳада $-\text{OH}$ гуруҳ учун хос бўлган интенсив чизиқнинг пайдо бўлиши иммобилланган реагентга тегишли. Демак, реагент $-\text{SO}_3\text{H}$ гуруҳлари орқали ташувчининг $-\text{NH}_2$ гуруҳига иммобилланади. ГННС иммобилланиш механизмларини ўрганиш учун ташувчи, реагент, иммобилланган реагент ва унинг металл ионлари билан комплексларини ИҚ-спектрлари олинди.

Иммобилланган ГННС ИҚ спектрида 3000-3600 см^{-1} соҳада интенсив ютилиш чизиғини пайдо бўлиши ассоцирланган $-\text{OH}$ гуруҳларнинг валент тебранишлари билан тушунтирилади. Бундан ташқари, 1100 см^{-1} соҳадаги интенсив чизиқ фенолнинг гидроксид гуруҳини деформацион тебранишларига тегишли. Реагентнинг молекуласининг ИҚ спектрида 1500, 1600 см^{-1} соҳаларда $-\text{C}=\text{C}-$, $-\text{C}=\text{N}-$, $-\text{N}=\text{N}-$ гуруҳлар учун хос бўлган бир нечта чизиқлар кузатилади.

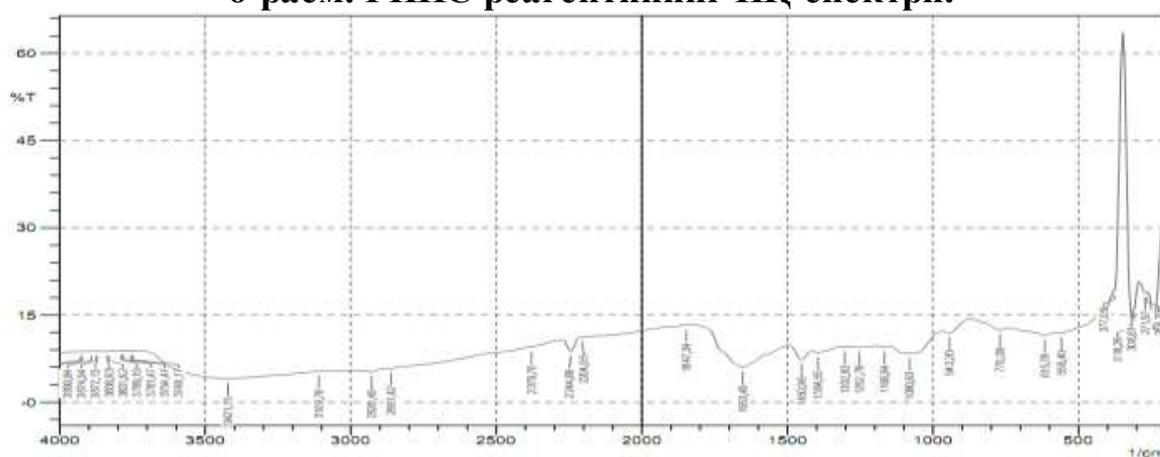
4-жадвал

Иммобилланган реагентлар ва комплекс ҳосил бўлишининг ИҚ-спектр натижалари

Функционал гуруҳ	$N_{\text{ташувчи}} \text{см}^{-1}$	$\nu_{\text{реагент}} \text{см}^{-1}$	$\nu_{\text{иммобилланган реагент}} \text{см}^{-1}$	$\nu_{\text{Комплекс}} \text{М}^{-1}$	$\Delta\nu$
$-\text{NH}_2$	2987	-	2915	2915	72
$-\text{N}=\text{N}-$	-	1549	1425	1455	124
$-\text{OH}$	-	3450	3415	358	3092
$-\text{CN}$	2243	-	2240	2240	3



6-расм. ГНС реагентининг ИҚ-спектри.



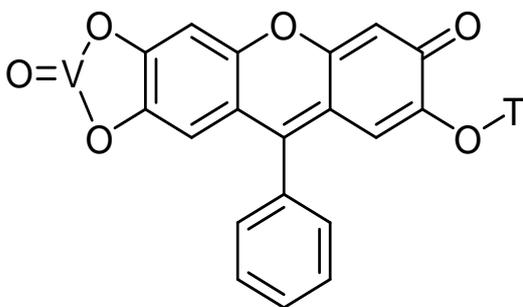
7-расм. Имобилланган ГНС реагентининг ИҚ-спектри.

ГНС спектрлари солиштирилганда иккита ўхшаш интенсив чизиқлар кузатишмоқда, улар -ОН ва -N=N- гуруҳлари учун хос.

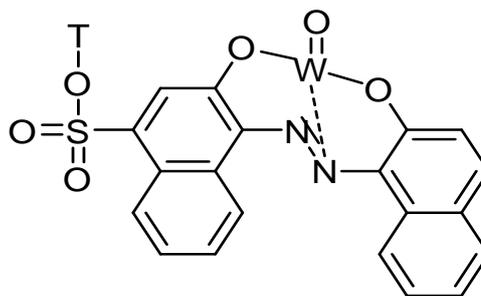
Органик реагентларнинг ИҚ-спектрларида ФФГ (-ОН, -N=N-) ва АФГ (-SO₃H; -ОН) фрагментларида чизиқларнинг батохром силжиши 26-83 см⁻¹ кузатилади, бу эса имобилланиш ва комплекс ҳосил бўлишнинг тахмин этилган механизмларини исботлаб беради.

Электрон зичлиги энг катта бўлган аминогуруҳ ва реагентнинг гидроксил гуруҳи ион боғ ҳосил қилади. Комплексларни функционал-фаол гидроксогуруҳлар орқали ҳосил бўлиши ҳам электрон спектроскопия усулида исботлаб берилган. Эритмадаги комплексларнинг спектрларида ва ташувчига имобилланган реагентнинг спектрларида битта соҳада максимумларнинг кузатилиши, комплекс ҳосил бўлиши бир хил функционал фаол гуруҳлар ҳисобига боришини кўрсатади. Баъзи спектрларда имобилланган реагентлар билан комплексларнинг ютилиш спектрларида нативга нисбатан 10-25 нм га силжиш кузатилади. Буни ташувчида комплекс молекулаларини тебранма ва айланма ҳаракатлари йўқлигини кўрсатади, яъни фазовий тўсиқлар туфайли қаттиқ молекуляр скелетга эга.

Ванадий, молибден ва вольфрамни имобилланган ФФ, ПБ ва ГНС билан комплексларининг тузилиши ИҚ-спектрларидан олинган натижалар асосида тахминий тузилиш формулалари тузилди (8-расм).



Ванадийни ФФ реагенти билан ҳосил қилган комплекснинг структура формуласи



Вольфрамни ГННС реагенти билан ҳосил қилган комплекснинг структура формуласи

8-расм ФФ ва ГННС реагентларининг ванадий ва вольфрам ионлари билан ҳосил қилган комплексларининг тахминий тузилиши.

Диссертациянинг «Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларининг комплексларини эритмада ва ташувчидаги аналитик ва метрологик таснифларини ўрганиш» номли тўртинчи бобида аниқланаётган металл ионлари билан иммобилланган ФФ, ПБ ва ГННС органик реагентлари ёрдамида комплекс ҳосил бўлишнинг аналитик параметрлари ўрганилган.

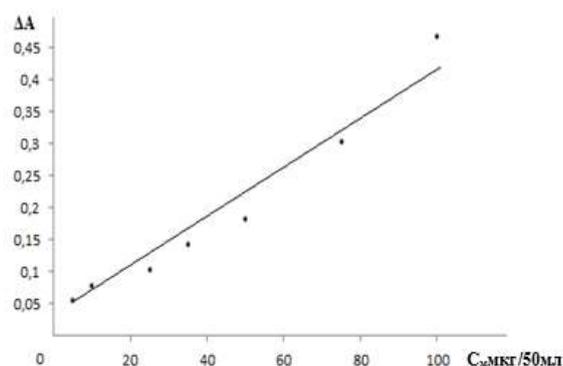
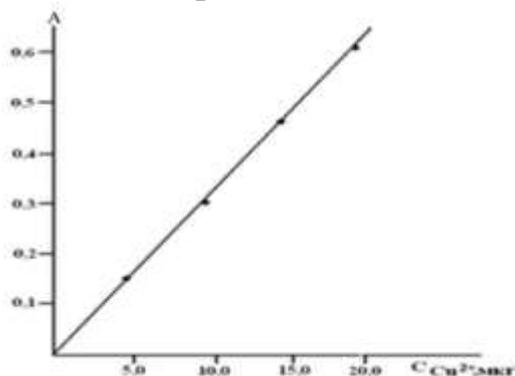
ФФ ва ПБнинг полимер матрицаларда сорбцияланиш изотермалари ўрганилган. Изотермалар S- ва L-турга мансуб ва адсорбциянинг нокимёвий (S-тури), турларини тавсифлайди, улар дисперсион кучлар, водород боғлар ёки гидрофоб таъсирлашувлар туфайли юзага келади, хемосорбция (L-тури) аралаш таъсирлашувлар, ион ва координацион боғлар туфайли юзага келади.

Сорбциянинг экспериментал изотермаларининг кўринишидан келиб чиққан ҳолда тахмин қилиш мумкинки, ПБ молекулалари полимер матрицаларнинг юзасида бир томондан гидрофоб боғланиш (сувли муҳитдан чиқариб юборилган молекулалар ассоциацияси) ва Ван-дер-Ваальс кучлари ҳисобига, бошқа томондан хемосорбция ҳисобига тутиб турилади.

Органик реагентлар билан иммобилланган тола ёрдамида ўрганиланаётган ионларини аниқлашда аналитик сигналга реагентнинг табиати, сарфланадиган вақти, муҳити ва бошқа омиллар таъсир кўрсатиши адабиётлардан маълум, шунинг учун металл ионларини сорбцион-спектрофотометрик аниқлаш шароитларини оптималлаштириш орқали усулнинг сезгирлиги ва селективлигини ошириш, ҳамда шу орқали бегона ҳалақит берадиган ионларнинг таъсирини камайтириш мумкин.

Металл ионларини эритмадаги ва ташувчига иммобилланган реагентлар билан комплекс ҳосил қилишини солиштириш мақсадида, ҳалақит берадиган бегона ионлар иштирокида аниқлашлар олиб борилди ва олинган натижалардан ҳалақит берувчи ионларни бартараф қилиш усуллари кўриб чиқилди. Реагентларни ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионлари билан комплекс ҳосил бўлишида иммобилланган ОРнинг сезгирлиги эритмадагига нисбатан юқори эканлиги аниқланди. Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларини аниқлашнинг танловчанлиги сорбцион-фотометрик усулда фотометрик усулга нисбатан юқори, ташувчи ва эритмадаги реакцияларда ўхшашлик кузатилган. Вольфрамни фотометрик аниқлашда кўпгина металл ионлари ҳалақит беради, сорбцион-фотометрик

усулда иммобилланган ГННСдан фойдаланишда фақат темир ва мис ионлари халақит беради. Темир ва бошқа осон гидролизланадиган ионларни эритмага фторидлар ва тартратлар қўшиб йўқотиш мумкин. Ванадий, молибден ва вольфрам ионларини иммобилланган реагентлар ёрдамида аниқлашнинг оптималлаштирилган шароитларида градуировка графиклари тузилди, улар 9-расмда келтирилган.



9-расм. Иммобилланган ФФ, ГННС ёрдамида мос равишда ванадий ва вольфрам ионларини аниқлашнинг градуировка графиклари

Аналитик сигналнинг қайта тикланувчанлигини ўрганиш учун иммобилланган реагентлар ва ташувчиларни кўп марта ишлатиш бўйича тадқиқотлар олиб борилди. Иммобилланган ташувчиларни ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларини аниқлаш учун ишлатиш имкониятлари сорбция ва десорбция жараёнларида ўрганилди. Келтирилган 5-жадвалдан кўриниб турибдики, циклларда аналитик сигналнинг қайта тикланувчанлиги қониқарли.

5-жадвал

Сорбция ва десорбция жараёнларида аналитик сигнални қайта тикланувчанлиги (P=0,95; n=3)

Циклнинг қайта тикланувчанлиги		1	2	3	5	8	9	10	12	15
ИМ-ПБ	ΔA	0,294	0,294	0,294	0,292	0,290	0,270	0,265	0,219	0,210
	%	92	92	92	92	91	90	87	80	76
ИМ-ГННС	ΔA	0,352	0,352	0,352	0,352	0,352	0,352	0,352	0,333	0,332
	%	94	94	94	94	94	94	94	92	90

Сорбция ва десорбция жараёнларини ўтказганда аналитик сигнал сифатида реагентнинг регенерациясидан аввалги ва кейинги ютилиш спектрларидаги фарқи олинди, ташувчи сифатида полимер толалар ППД-1 ишлатилди. Регенерациядан кейин ГННСдан 4-6 марта фойдаланиш мумкин.

Иммобилланган органик реагентларни металл ионлари билан қаттиқ фазада ва эритмада комплекс ҳосил бўлишининг аналитик параметрлари ва метрологик тавсифлари солиштирилди. Олинган комплексларнинг баъзи бир тавсифлари эритмадагига нисбатан яхшиланганини кузатиш мумкин. Қаттиқ фазада олинган ютилиш спектрлари (нур қайтариш спектрлари) иммобилланган реагент билан металл иони нисбатини 1:1 деб кўрсатди, бу

мувозанатлар силжиши, изомоляр сериялар ва Асмус усуллари ёрдамида исботланди.

Бегона йўлдош ионларнинг ванадий, молибден ва вольфрам ионларига таъсирини ионларнинг реал объектларда ўрганиш натижасида, эритмадагига нисбатан полимер ташувчига иммобилланган реагентларда уларнинг таъсири камайгани кўрсатиб берилди.

Диссертациянинг «**Ванадий, молибден ва вольфрамни ишлаб чиқилган сорбцион-спектроскопик усуллари**нинг аналитик қўлланилиши» номли бешинчи бобда бу ионларни сорбцион-спектрофотометрик аниқлаш усуллари ишлаб чиқиш бўйича олинган натижалар келтирилган. Бу усуллар бинар учламчи ва мураккаб модел аралашмалар ва реал объектларнинг таҳлилида қўлланилган.

6-жадвал

Ванадий, молибден ва вольфрам ионларини иммобилланган реагентлар билан комплексларининг спектрал тавсифлари

Иммобилланган тизим	pH	λ_{\max} , R	$\lambda_{\max, \text{КОМ}}$ П	$\Delta\lambda$	ΔA	$\varepsilon \cdot 10^4$	С.с, 10^{-4} мкг/мл
ППД-1:ФФ:VO ²⁺	1,8	440	560	120	0,17	2,2	0,01
ППД-1:ПБ:MoO ²⁺	2,2	550	660	110	0,22	1,6	0,01
ППД-1:ГНС:WO ²⁺	2,4	513	630	117	0,26	2,8	0,004

Олинган натижалар, реакция контраст ($\Delta\lambda$) ва сезгирлигини (ε) кўрсатади.

Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларини индивидуал эритмаларда аниқлаш учун «киритилди-топилди» усулидан фойдаланилди, олинган натижалар киритилган миқдорларга мос келади, нисбий стандарт четланиш 0,33 дан ошмайди. Бу ишлаб чиқилган усулларни тўғрилиги аниқлиги ва қайта тикланувчанлигини кўрсатади.

Ишлаб чиқилган сорбцион-фотометрик усулларни ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларини реал объектларда аниқлашда қўллаш имкониятларини топиш учун сунъий иккиламчи, учламчи ва мураккаб модел аралашмалар тайёрланди. Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларини сунъий аралашмалар ва реал объектларда аниқлаш натижалари 7-ва 8-жадвалларда келтирилган.

7-жадвал

Ванадий (IV) ионини мураккаб модель аралашмаларда сорбцион-фотометрик аниқлаш натижалари (P=0,95; n=5)

Таҳлил қилинадиган аралашма таркиби, мкг	Топилди V, мкг ($\bar{x} \pm \Delta X$)	S	S _r
V(1,0)+Pb(2,0)+Zn(15);	0,93±0,09	0,08	0,084
V(1,0)+Cr(2,0)+ Cd(4,0);	0,96±0,18	0,16	0,081
V(1,0)+Cr(2,0)+ Cu(1,0);	1,03±0,21	0,19	0,096
V(1,0)+Cr(1,0)+Cd(13,0)+Cu(10,0);	1,06±0,12	0,11	0,112
V(3,0)+Cr(5,0)+ Fe(15,0)+Mn(10,0);	2,87±0,68	0,59	0,121
V(0,5)+Cr(3,0)+Cd(2,0)+Cu(10,0)+Fe(30,0).	0,57±0,63	0,55	0,172

8-жадвал

Вольфрам (IV) ионини мураккаб модел аралашмаларда сорбцион-фотометрик аниқлаш натижалари (P = 0,95; n = 4)

Таҳлил қилинадиган аралашма таркиби, мкг	Топилди W, мкг ($\bar{x} \pm \Delta X$)	S	S _r
W(0,4)+Mo(0,4)+Ag(0,4);	0,41 ± 0,08	0,05	0,132
W(0,5)+Cu(5,0)+ Mo(5,0);	0,52 ± 0,13	0,08	0,137
W(0,6)+ Mo(5,0)+ Pb(0,8);	0,58 ± 0,11	0,07	0,120
W(0,5)+Fe(0,5)+Pb(7,0)+Mo(0,1);	0,54 ± 0,13	0,08	0,153
W(0,6)+Mo(1,5)+Pb(60,0)+Fe(30,0);	0,58 ± 0,14	0,09	0,138
W(0,7)+Mo(0,75)+Pb(8,0)+Cu(2,0);	0,72 ± 0,18	0,11	0,156

Ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлашнинг ишлаб чиқилган усуллари табиий объектларнинг реал намуналари таҳлилида қўлланилган.

Тадқиқотлар асосида ванадий, молибден ва вольфрам ионларини аниқлашнинг ишлаб чиқилган янги сорбцион-спектроскопик усуллари реал объектлар таҳлилида қўллаш имкониятлари кўрсатиб берилди.

9-жадвал

Молибден (IV) ионини турли тупроқ намуналарида аниқлаш натижалари (P = 0,95)

№	Топилди Mo, мкг/кг ($\bar{x} \pm \Delta X$)	n	S	S _r
1	0,75±0,12	5	0,09	0,120
2	1,53±0,16	4	0,10	0,065
3	2,81±0,09	5	0,07	0,025
4	3,31±0,10	4	0,06	0,018
5	4,12±0,06	5	0,05	0,012
6	5,76±0,05	4	0,03	0,005

Ишлаб чиқилган усул бўйича олинган натижаларнинг тўғрилиги ва қайта тикланувчанлиги «қўшимчалар қўшиш» усулида ванадий иони табиий сувларнинг реал намуналарида аниқлаш орқали исботланди. Олинган натижалар 10-жадвалда келтирилди

10-жадвал

Ванадий (IV) ионини аниқлашда ишлаб чиқилган сорбцион-фотометрик усулининг реал объектларга қўлланилиши (P = 0,95)

Намуна номи	топилди V, мкг/дм ³ ($\bar{x} \pm \Delta X$)	n	S	S _r
Чирчиқ дарёси	1,21±0,09	5	0,11	0,090
Ангрен дарёси	0,94±0,11	4	0,07	0,074
Амударё	0,89±0,10	5	0,08	0,089
Сурхондарё дарёси	0,78±0,09	4	0,06	0,077

Ишлаб чиқилган сорбцион-фотометрик усуллар адабиётларда келтирилган, саноатда қўлланиладиган усуллар билан солиштирилди ва уларнинг рақобатбардошлилиги кўрсатиб берилди.

Вольфрам ионларини ГННС билан сорбцион-фотометрик ва фотометрик аниқлаш натижалари (ишлаб чиқилган усулнинг рақобатбардошлиги) (n=5; p=0,95)

№	Топилган вольфрам, %		Sg		Хатоси	
	Ишлаб чиқилган усул	Фотометрик усули	Ишлаб чиқилган усул	Фотометрик усул	Абсолют	Нисбий
1	2,55±0,01	2,61±0,54	0,0042	0,0044	0,06	2,29
2	4,81±0,02	5,01±0,38	0,0046	0,0061	0,20	3,99
3	8,26±0,03	8,49±0,11	0,0025	0,0095	0,23	2,71
4	1,33±0,81	1,35±0,34	0,0042	0,0051	0,02	1,48

11-жадвалда келтирилган маълумотлардан кўришиб турибдики, вольфрамни аниқлашда ишлаб чиқилган ва фотометрик усулларнинг натижаларининг корреляцияси кузатилган.

ХУЛОСА

1. Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларини сорбцион-фотометрик аниқлаш усулида ППД-1 толасига иммобилланган органик реагентлар: фенилфлуорон, пирокетехин бинафша ва 1-(2- гидроксид -1-нафтоило)-2-нафтол-4-сульфат кислотанинг натрийли тузи аналитик реагентлар сифатида тавсия этилди.
2. Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларини иммобилланган органик реагентлар ёрдамида аниқлашнинг мақбул шароитлари тавсия қилинди.
3. Фенилфлуорон, пирокетехин бинафша ва 1-(2- гидроксид -1-нафтоило)-2-нафтол-4-сульфат кислотанинг натрийли тузи реагентларнинг электрон булут зичликлари ORCA дастурининг B3LYP/def2-TZVP усули ёрдамида аниқланди ва толали сорбентга органик реагентларни иммобиллашда $-SO_3H$, металл ионлари билан комплекс ҳосил бўлишида эса $-OH$ ва $-N=N-$ иштирок этиши исботланди.
4. Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионлари толага иммобилланган реагентлар билан ҳосил қилган комплексларининг тузилиши ИҚ ва электрон спектроскопия усули билан ўрганилди, комплекснинг таркиби мувозанатлар силжиши, изомоляр сериялар ва Асмуснинг тўғри чизиқли усуллари ёрдамида $Me:R=1:1$ эканлигини аниқлаш имконини берди.
5. Ванадий(IV), молибден(IV) ва вольфрам(IV) ионларини иммобилланган органик реагентлар ёрдамида сорбцион-фотометрик аниқлаш усули ишлаб чиқилди, олинган натижалар нисбий стандарт четланиш қиймати 0,33 дан ошмаган ҳолда модел, бинар, учламчи ва мураккаб аралашмалар аналитика қўллашга тавсия этилди.
6. Ишлаб чиқилган сорбцион-фотометрик анализ усулини стандарт намуналар, рудалар, тупроқ, саноат оқова сувлари таркибидан V(IV), Mo(IV) ва W(IV) ионларини аниқлашда қўлланилди, «ОКМК» ва «НКМК» лабораторияларида синовдан ўтди ва амалиётга қўллашга тавсия этилди.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.03/30.12.2019.К.01.03
ПО ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЁНОЙ СТЕПЕНИ ПРИ
НАЦИОНАЛЬНОМ УНИВЕРСИТЕТЕ УЗБЕКИСТАНА**

НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ УЗБЕКИСТАНА

РАХИМОВ САМАРИДИН БОХОДИРОВИЧ

**РАЗРАБОТКА СОРБЦИОННО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИХ МЕТОДОВ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ ВАНАДИЯ, МОЛИБДЕНА И ВОЛЬФРАМА
ИММОБИЛИЗОВАННЫМИ ОРГАНИЧЕСКИМИ РЕАГЕНТАМИ**

02.00.02-аналитическая химия

**АВТОРЕФЕРАТ ДИССЕРТАЦИИ ДОКТОРА ФИЛОСОФИИ (PhD)
ПО ХИМИЧЕСКИМ НАУКАМ**

Тошкент – 2020

Тема диссертации доктора философии (PhD) по химическим наукам зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за номером B2020.2.PhD/K299

Диссертация выполнена в Национальном университете Узбекистана.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице по адресу Научного совета ik-kimyo.nuu.uz. и информационно-образовательном портале «ZiyoNET» по адресу www.ziyo.net.uz.

Научный руководитель

Сманова Зулайхо Асаналиевна,
Доктор химических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Султонов Марат Мирзаевич
Доктор химических наук, доцент

Тиллаев Санжар Усмонович
Кандидат химических наук, доцент

Ведущая организация

Ташкентский фармацевтический институт

Защита диссертации состоится «19» января 2021 г. в 10⁰⁰ часов на заседании Научного совета DSc.03/30.12.2019.K.01.03 при Национальном университете Узбекистана. (Адрес: 100174, Ташкент, ул. Университетская, 4, Тел.: (99871)246-07-88, (99871)277-12-24; факс: (99871) 246-53-21. e-mail: chem0102@mail.ru.

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Национального университета Узбекистана за № 140 100174, Ташкент, ул. Университетская 4, Тел.: (99871)246-67-71).

Автореферат диссертации разослан «29» 12 2020 г.
(протокол рассылки № 18 от 28.12 2020 г.)



Х.Т.Шарипов

Председатель научного совета
по присуждению ученых степеней,
д.х.н., профессор

Д.А.Гафурова

Ученый секретарь научного совета
по присуждению ученых степеней,
д.х.н.

Э. Абдурахманов

Председатель научного семинара при
научном совете по присуждению учёных степеней,
д.х.н., профессор

ВВЕДЕНИЕ. (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. В мировом масштабе в последние годы в результате интенсификации производства и промышленности, развития науки, а также внедрения в производство новых технологических процессов значительно возрастает антропогенное влияние на окружающую среду. Определение тяжелых токсичных канцерогенных металлов, рассеянных в окружающей среде, с помощью большинства используемых в настоящее время аналитических методов анализа требует значительных затрат времени. Именно поэтому, при определении ионов металлов с использованием иммобилизованных органических реагентов, усовершенствование экспрессных, простых и селективных сорбционно-спектроскопических «гибридных» методов, для достижения высокой эффективности имеет большое значение.

В мире химиками-аналитиками ведутся широкомасштабные исследования по разработке и совершенствованию «гибридных» методик определения тяжелых токсичных металлов с помощью иммобилизованных на волокна комплексобразующими органическими реагентами. В этой связи актуальными проблемами являются иммобилизация органических реагентов на волокнистых носителях, определение механизма участия в этом процессе аналитических активных групп, подбор функционально активных групп при комплексообразовании, иммобилизация, оптимизация и создание новых методов. Использование органических реагентов, иммобилизованных на волокнах и обладающих высокой селективностью, воспроизводимостью и чувствительностью имеют особое значение для разработки современных методов определения ионов ванадия, молибдена, вольфрама из различных объектов окружающей среды.

В республике для развития химической промышленности особое внимание уделяется на создание «гибридных» методов определения ионов тяжелых и токсичных металлов в объектах окружающей среды. На основе проведенных нормативных мероприятий в данном направлении достигнуты определенные успехи, в частности, проводятся широкомасштабные научные исследования по качественному и количественному контролю состава сточных вод, руд, промышленных отходов. В частности, с помощью иммобилизации органических реагентов разрабатываются новые сорбционные методы обнаружения ионов металлов различных объектах окружающей среды. В стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан были определены основные задачи по «Ускоренному развитию производства готовых продукции на основе переработки местного сырья, освоению производства принципиально новых видов продукции и технологий, повышение уровня модернизации на новый уровень с точки зрения качества». В связи с широким использованием таких металлов, как ванадий, молибден и вольфрам в химической промышленности, народном хозяйстве нашей

республики важно разработать современные, более надежные, быстрые и дешевые методы их обнаружения.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит реализации задач, указанных в постановлениях президента Республики Узбекистан от 2 марта 2020 года ПП-5953 «О государственной программе по реализации в год развития науки, просвещения и цифровой экономики», от 7 февраля 2017 года №ПФ-4947 «О Стратегии действий по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан», от 3 апреля 2019 года ПП-4265 «О мерах по дальнейшему реформированию химической промышленности и повышению ее инвестиционной привлекательности» и других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии Республики. Диссертация выполнена в соответствии с приоритетными направлениями развития науки и технологий в республике: «VII. Химические технологии и нанотехнологии».

Степень изученности проблемы. В мире существует много методов определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама оптическими и электрохимическими методами. В результатах, полученных этими методами, наблюдается мешающий эффект сопутствующих ионов, низкая чувствительность и избирательность, а также связанная с ней малая экспрессность.

Многие ученые предложили использовать иммобилизованные органические реагенты для решения этой проблемы. Твердофазно-спектроскопические методы, основанные на использовании иммобилизованных органических реагентов, один из новых подходов, отвечающий этим требованиям по чувствительности и надежности. В этом направлении такие ученые, как Золотов Ю.А., Саввин С.Б., Мясоедова Г.М., Брыкина Г.Д., Гавриленко Н.А., Лосев В.Н., Амелин В.Г., Моросанова Е.И., Дмитриенко С.Г. и др. разработали спектроскопические и флуоресцентные методы, в которых используются различные силикагелевые сорбенты, природные цеолиты, полиэтиленовые пленки, нитрат целлюлозы, поликапроамидные гелевые мембраны, модифицированные кремнеземы и др в качестве носителей.

В Узбекистане разработкой экспрессных и простых методов обнаружения ионов тяжелых металлов занимались: Геворгян А.М., Насимов М.А., Абдурахманов Э., Джиянбаева Р.Х., Кабулов Б.Д., Шестерова И.П. Использование иммобилизованных органических реагентов для определения ионов вольфрама, молибдена и ванадия создаёт условия для резкого уменьшения мешающих ионов, повышения скорости определения.

Связь темы диссертации с научно-исследовательской работой высшего учебного заведения, где выполнена диссертация. Диссертационное исследование выполнено в рамках фундаментальных и прикладных проектов плана научно-исследовательских работ Национального университета Узбекистана: Ф.22.7 «Синтез селективных органических

реагентов» (2012-2016 гг.), А.12.53 «Иммобилизованные реагенты на полимерных носителях при разработке методов фотометрического и сорбционно-фотометрического определения экотоксикантов в объектах окружающей среды» (2015-2017 гг.) и ФЗ-20171024243 «Исследование физико-химических свойств иммобилизованных азореагентов при определении ионов кобальта и железа» (2018-2019).

Целью исследования является разработка сорбционно-спектрофотометрических методов определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама с помощью иммобилизованных органических реагентов в промышленных и природных объектах.

Задачи исследования:

выбор оптимальных условий иммобилизации органических реагентов на волокнистые сорбенты: влияние среды, статическую и динамическую обменные емкости волокна, определение функционально активных групп органических реагентов, участвующих в иммобилизации, механизма иммобилизации;

определение оптимальных условий комплексообразования ионов ванадия, молибдена и вольфрама с иммобилизованными на волокна органическими реагентами: определение влияния кислотности среды, подчинение законам Бугер-Ламберт-Бера, нахождение влияния мешающих ионов;

проведение квантово-химических расчётов для определения констант устойчивости комплексных соединений и механизма комплексообразования, изучение ИК- и отражательной спектроскопией аналитических свойств органических реагентов;

применение разработанных сорбционно-фотометрических методик определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама в образцах бинарных, тройных и более сложных модельных смесях, сточных вод и отходов химической промышленности.

Объектами исследования являются природные и промышленные материалы, образцы природных и сточных вод, почвы и т. д.

Предметом исследования являются ионы ванадия, молибдена и вольфрама, их соединения, волокна на основе ПАВ, органические реагенты, содержащие сульфо-, азо-, гидроксильные группы.

Методы исследования. Методы оптического анализа (сорбционно-спектрофотометрический, метод отражательной спектроскопии, атомно-абсорбционный); элементный анализ, методы ИК-спектроскопии и квантово-химических расчетов.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

установлены аналитические характеристики иммобилизации органических реагентов, в зависимости от структуры функциональных и аналитико- активных групп;

доказано, что механизм взаимодействия иммобилизованных реагентов с ионами ванадия, молибдена и вольфрама, основанный на их химико-

аналитических свойствах, зависит от расположения функционально-активных групп и характера ионных и координационных связей;

найден мешающее влияние сопутствующих катионов и анионов на определение ионов ванадия, молибдена и вольфрама;

разработан новый сорбционно-спектрофотометрический метод определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама иммобилизованными органическими реагентами.

Практические результаты исследования заключаются в следующем: определены оптимальные условия иммобилизации органических реагентов: фенилфлуорона, пирокатехинового фиолетового, натриевой соли 1-(2-гидрокси-1-нафтой азо)-2-нафтол-4-серной кислоты на волокнистые сорбенты;

доказано, что нижний предел обнаружения сорбционно-фотометрического метода, разработанного для определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама иммобилизованными органическими реагентами (фенилфлуорон, пирокатехин фиолетовый, натриевая соль 1-(2-гидрокси-1-нафтой азо)-2-нафтол-4-серной кислоты), снижается в 10 раз по сравнению с фотометрическим методом.

ионы ванадия, молибдена и вольфрама определяли иммобилизованными органическими реагентами (фенилфлуорон, пирокатехин фиолетовый, натриевая соль 1-(2-гидрокси-1-нафтой азо)-2-нафтол-4-серной кислоты), из состава различных объектов окружающей среды (руды, сточные и питьевые воды, почвы) сорбционно-фотометрическим методом.

Достоверность результатов исследования обосновывается тем, что полученные результаты подтверждены методами «введено-найденно», «стандартными образцами», «методом добавок», квантово-химическими расчетами и другими методами, реальные образцы объектов окружающей среды сравнивались с ГОСТовскими методами и обрабатывались методами математической статистики.

Научная и практическая значимость результатов исследования

Научная значимость результатов исследования заключается в том, что найдены оптимальные условия иммобилизации реагентов на полимерные носители, показана возможность повышения их селективного действия на ионы ванадия, молибдена и вольфрама, уменьшено влияние посторонних мешающих ионов. За счет иммобилизации реагентов улучшены аналитические и метрологические параметры определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама.

Практическая значимость исследования заключается в том, что применение разработанных сорбционно-спектрофотометрических методов определения ванадия, молибдена и вольфрама к анализу природных и промышленных объектов будут служить решению проблем экоаналитической химии.

Внедрение результатов исследования. На основании результатов проведенных исследований по разработке нового сорбционно-

спектрофотометрического метода определения и очистки промышленных сточных вод от ионов ванадия, молибдена и вольфрама:

сорбционно-спектрофотометрический метод определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама с применением иммобилизованных органических реагентов был введен в практику анализа Центральной аналитической лаборатории Алмалыкского ГМК (справка от 28 августа 2020 № 73/1-478 АО «Алмалыкский ГМК»). В результате этого появилась возможность экспрессного обнаружения в сточных водах ванадия, молибдена и вольфрама;

метод определения и разделения ионов ванадия, молибдена и вольфрама внедрен в практику центральной аналитической лаборатории АО «Навоийский ГМК» (справка от 16 октября 2020 года №02-06-07/10874АО «Навоийский ГМК»). В результате это появилась возможность обнаружения и эффективного извлечения ионов определяемых металлов, содержащихся в сточных водах;

сорбционно-фотометрический метод определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама был использован в прикладном проекте ПЗ-20170925290 «Получение ионитов на основе местного сырья и их применение при сорбции цветных и редких металлов из промышленных отходов» (справка № 89-03-2227 Министерства высшего и среднего специального образования РУз). В результате был предложен тест-метод обнаружения ионов ванадия, молибдена и вольфрама, содержащихся в промышленных отходах, а также возможность их применения в народном хозяйстве.

Апробация результатов исследования. Результаты данного исследования были освещены и обсуждены на 10, в том числе 4 международных и 6 республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. Опубликовано 16 научных работ по теме диссертации в рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан изданиях для публикации основных научных результатов докторских (PhD) диссертаций: 6 статей, в том числе 4 статьи в республиканском, 2 научных статей в международных журналах.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертации составил 120 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснованы актуальность и необходимость темы диссертации, цель и задачи исследования, охарактеризованы объект и предмет исследования, показано соответствие приоритетным направлениям развития науки и технологии Республики Узбекистан, приведены научная новизна и практические результаты исследования, раскрыта теоретическая и практическая значимость полученных результатов, список внедрения

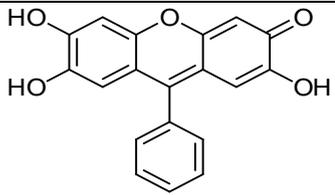
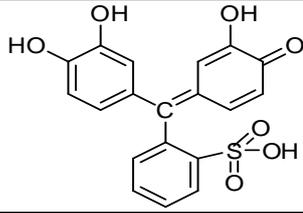
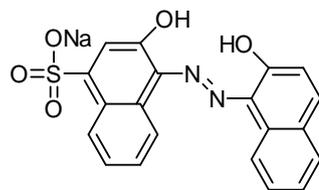
результатов исследования, опубликованность работы и данные о структуре диссертации.

В первой главе диссертации «Литературный обзор по методам определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама» приведен анализ имеющихся данных по определению ионов ванадия, молибдена и вольфрама сорбционно-спектроскопическими методами различными сорбентами, использование различных по природе сорбентов, их применение в сорбционно-спектроскопических и визуально-тестовых методах, использование в оптически химических сенсорах.

Систематизированы результаты определения тяжёлых токсичных металлов в различных объектах иммобилизованными реагентами. Отмечено, что иммобилизация органических реагентов на волокнистые сорбенты для определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама недостаточно изучены. Это помогло определить объект исследования.

Во второй главе диссертации «Используемые приборы, материалы и реактивы. Приготовление растворов и реактивов для анализа» приведены материалы, приборы и методы проведения исследований, методы подготовки стандартных и рабочих растворов, отбор проб и методы их подготовки. Приведены методы определения состава веществ и определения СОЕ и ДОЕ, выполнения процессов сорбции и десорбции. Структурные формулы органических реагентов приведены в табл. 1.

Таблица 1

№	Название реагента	Технической название. Брутто формула	Mr	Структурная формула реагента
1	фенилфлуорон (2,6,7-тригидрокси- 9-фенил-3(3Н)- ксантенон)	(ФФ) $C_{19}H_{12}O_5$	320	
2	Пирокатехин фиолетовый	(ПФ) $C_{19}H_{14}O_7S$	386	
3	Натриевая соль 1- (2- гидрокси -1- нафгойазо)-2- нафтол-4-сульфат кислоты	(ГННС) $C_{20}H_{13}N_2O_5S$	393	

Были изучены физико-химические свойства органических реагентов, иммобилизованных на органический носитель ПАН, который был синтезирован на основе доступного местного сырья, сотрудниками кафедры Химия полимеров. Оптимальные условия иммобилизации реагента на различные носители представлены в таблице 2.

**Оптимальные условия иммобилизации органических реагентов
($m_H=0,2$ гр.)**

Реагент	Носитель	pH	Объём буферной смеси, мл	Максимум поглощения, нм	Время, мин.
ФФ	ППД-1	3,0 – 5,0	2,00	470	5
ГНС	ППД-1	3,5 – 5,5	4,00	490	5
ПФ	ППД-1	3,0 – 6,0	3,00	540	5

В последующих исследованиях были использованы реагенты, иммобилизованные на волокне ППД-1, которые были применены для обнаружения ионов ванадия (IV), молибдена (IV) и вольфрама (IV).

В третьей главе диссертации «**Аналитические характеристики и оптимизация условий иммобилизации и комплексообразования ванадия, молибдена и вольфрама**» представлены оптические и физико-химические характеристики реагентов, а также оптимальные условия получения их комплексов с ионами ванадия, молибдена и вольфрама. При изучении влияния различных ФАГ и ААГ исследованных реагентов выявлено, что при иммобилизации органических реагентов на ПАН-волокна, функционально-активные группы сохраняют свои селективные свойства. Проведенные исследования показали, что наличие ААГ приводит к увеличению селективного воздействия и чувствительности синтезированных реагентов к ионам ванадия, молибдена и вольфрама.

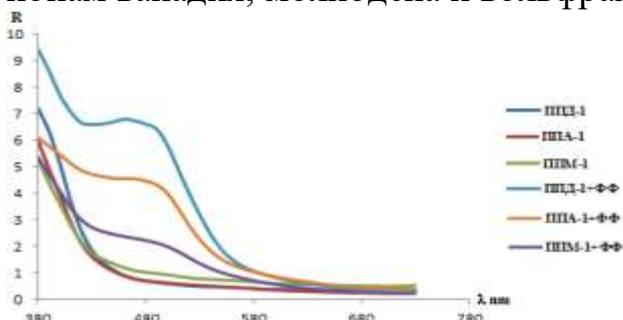


Рис. 1. Спектр отражения ФФ до иммобилизации (1) и после (2) на различных типах волокон ($C_R=0,2M$, $\lambda_R=550nm$, $pH=4-6$, $m_{сорб.}=0,2000г$, $V=10мл$, $t=5$ мин)

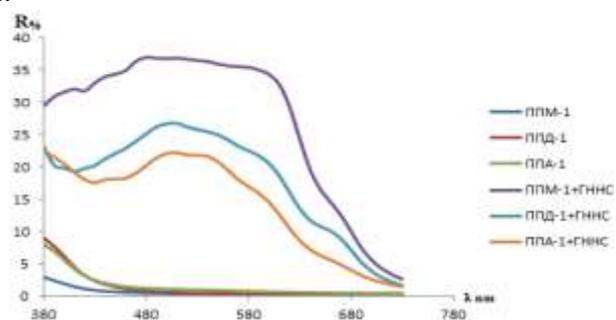


Рис. 2. Спектры отражения ГНС до иммобилизации (1) и после (2) на различных волокнах ($C_R=0,2M$, $\lambda_R=513nm$, $pH=4-6$, $m_{сорб.}=0,2000г$, $V=10мл$, $t=5$ мин).

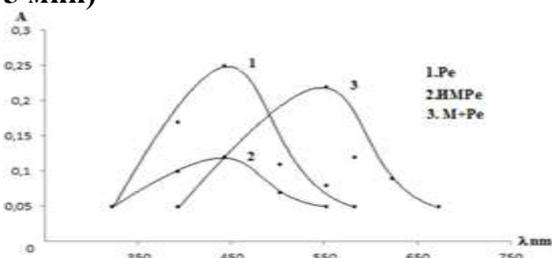


Рис. 4. Спектры поглощения ФФ до иммобилизации (1) и после (2) на волокне ППД-1 и его комплекса с ионами молибдена (3) ($C_R=0,2M$, $\lambda_R=550nm$, $pH=4-6$, $m_{сорб.}=0,2000г$, $V=10мл$, $t=5$ мин).

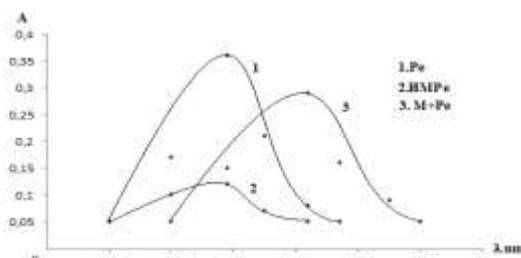
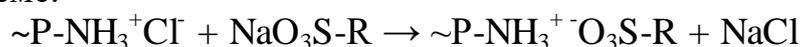


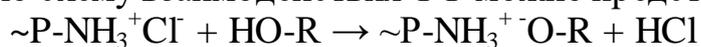
Рис. 3. Спектры поглощения ГНС до иммобилизации (1) и после (2) на волокне ППД-1 и его комплекса с ионами вольфрама (3) ($C_R=0,2M$, $\lambda_R=513nm$, $pH=4-6$, $m_{сорб.}=0,2000г$, $V=10мл$, $t=5$ мин).

Анализ спектров поглощения и отражения реагентов (рис.1-4) показывает, что наблюдается аналогия в спектрах поглощения и отражения. Батохромное смещение максимума поглощения света, которое может быть объяснено тем, что в различных средах реагенты диссоциируют по разному. Для определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама необходимо проводить реакцию в кислой и слабокислой среде, так как в других средах происходят необратимые процессы, в результате чего отсутствует возможность получения необходимого аналитического сигнала.

Найдено, что наилучшие результаты по спектрам отражения и поглощения дает ГННС иммобилизованная на волокно ППД-1, которая осуществляется за счет химических связей между его функциональными группами и группами носителя. Установлено, что сульфогруппа изученных реагентов ПФ и ГННС вступает в реакцию с ионизированной аминогруппой сорбентов по схеме:



Предполагаемую схему взаимодействия ФФ можно представить в виде:



На протекание реакций по предполагаемым схемам указывают обнаруженные значения смещения полос поглощения в ИК-спектрах иммобилизованных систем, соответствующих ФАГ сорбентов и иммобилизованных реагентов, участвующих в этих реакциях. Результаты электронного и ИК-спектроскопического анализа при исследовании строения иммобилизованных реагентов и их комплексов с ионами металлов доказали данный механизм реакций.

Квантово-химическими методами (метод B3LYP/def2-TZVP программы ORCA) рассчитаны максимумы электронных плотностей реагентов. Используя эти методы, в результате протонирования реагентов в растворе с кислой средой образует координационную связь за счет электростатического притяжения неразделенной электронной пары. Выбранные для иммобилизации реагенты содержат несколько потенциальных центров в своем составе и обнаружено, что они сконцентрированы на атомах азота, кислорода, которые имеют высокое электростатическое притяжение к ионам металлов.

На основе квантово-химических расчетов найдены эффективные заряды донорных атомов с наиболее активной реакционной способностью и характер распределения электронных плотностей донорных центров в молекулах реагентов.

Как известно, уровни электростатического потенциала являются важным показателем при определении реакционных центров молекул, особенно для нековалентных взаимодействий связей, указывающих на нуклеофильные и электрофильные центры молекулы. На рисунке 5 красная сферическая линия-это отрицательная область линии ЭСП, которая представляет собой поле, богатое электронами. Фиолетовые сферические линии-это положительная область линии ЭСП, указывающая на области с дефицитом электронов.

В соединении 1 имеется три ОН-группы, положительные значения уровней ЭСП играют важную роль в нахождении в них подвижного атома Н (электроно-дефицитного). Анализ уровня ЭСП показал, что электронная плотность в 3-х гидроксильных группах распределена 3-мя различными способами. Установлено, что максимальное значение самого маленького положительного ЭСП находится в атоме водорода в гидроксильной группе, который образует внутреннюю молекулярную водородную связь с атомом кислорода в группе. Наиболее активный натрий, нуклеофильный центр, это атом натрия в гидроксильной группе, максимальное значение ЭСП которого составляет 136,49 ккал/моль. В межмолекулярных взаимодействиях можно указать атом кислорода сульфогруппы молекулы, в качестве центров которой он может участвовать в качестве донора электронов. ЭСП-анализ показал, что связывание этого соединения с полимерными соединениями может проходить через гидроксильную группу, которая удерживает наиболее подвижный атом натрия в сульфогруппе.

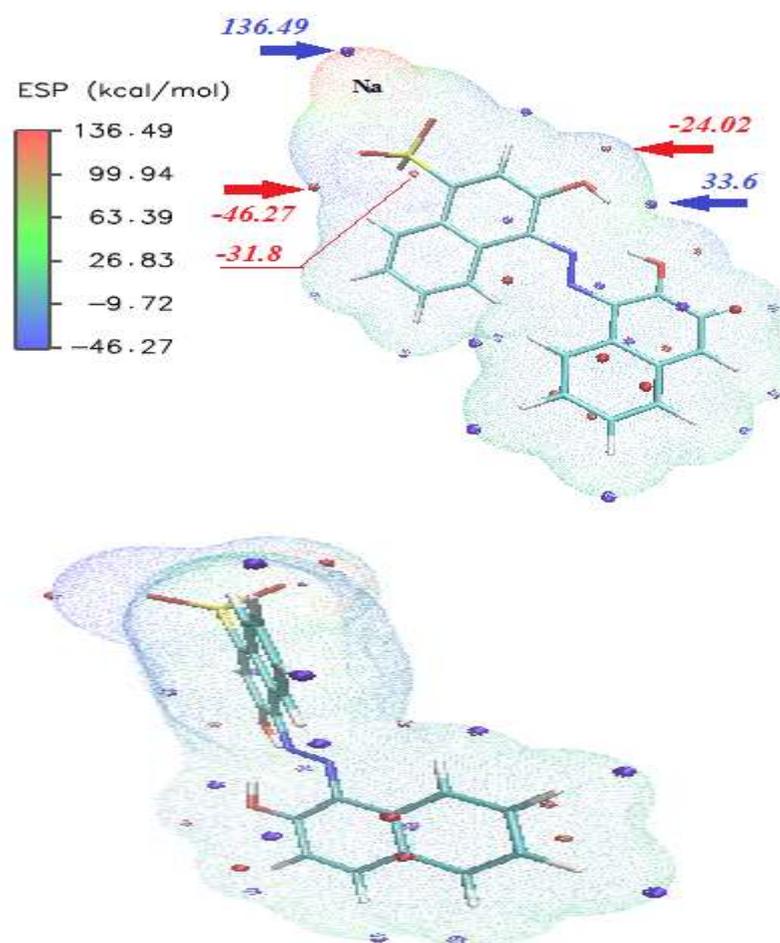


Рисунок 5. Максимумы и минимумы ЭСП соединений (вид сбоку справа). Красные сферические линии представляют собой минимумы ЭСП, а фиолетовые сферические линии-максимумы ЭСП. Большие максимумы и малые минимумы обозначены стрелками.

В таблице 3 приведены количества эффективных зарядов атомов с донорно-акцепторными свойствами в молекуле реагента ГНС.

Таблица 3

количества эффективного заряда атомов с донорно-акцепторными свойствами в молекуле реагента ГННС

	MNDO	TZVP
$\delta_q O^1_{(OH)}$	-0,199	-24,02
$\delta_q O^2_{(OH)}$	-0,145	-21,45
$\delta_q O^3_{(OH)}$	-0,249	-31,8
$\delta_q O^1_{(S=O)}$	-0,315	-46,27
Энергия образования	-2558.3 (ккал/моль)	-2553.6 (ккал/моль)

Наибольшая плотность электронного облака наблюдалась в сульфогруппе, но так как эта группа неактивна, то реагенты иммобилизуются на носитель за счет атомов кислорода в гидроксильных группах, образование комплекса с ионами металлов происходит за счет гидроксигрупп реагента.

По результатам ИК-спектров определена структура комплексов ванадия, молибдена и вольфрама с иммобилизованными ФФ, ПБ и ГННС, механизм иммобилизации их к носителю. ИК-спектры реагентов и их комплексов с ионами металлов получены на приборе Аватар-300 в диапазоне частот 400-4000 см^{-1} .

При изучении ИК-спектров ППД-1 сорбента, реагентов и иммобилизованного реагента и комплекса, основные изменения в частотах поглощения наблюдаются в области 1460-1357 см^{-1} , 3450, 3500, 1400-1500 см^{-1} , и 1700-1750 см^{-1} , которые относятся к -N=N-, -ОН и сульфогруппам реагента и сорбента. При сравнении ИК-спектров нативного и иммобилизованного реагента основные изменения происходят в области, характерной для групп -N=N и -ОН.

При исследовании ИК-спектров волокна до иммобилизации и после нее основные изменения происходят в области 3316-3437 см^{-1} , характерной для ОН-групп, возможное их расширение происходит за счёт образования межмолекулярных связей. Линии поглощения наблюдаются в области 1460-1357 см^{-1} , 1400-1500 см^{-1} , характерные для групп -N=N- реагента. В области 3164-3437 см^{-1} появление интенсивных линий, характерные для группы -ОН принадлежит к иммобилизованным реагентам. Таким образом, реагент с группой -SO₃H- иммобилизуется на носитель через -NH₂ группу. Для исследования механизма иммобилизации ГННС были получены ИК-спектры комплекса с носителем, реагентом, иммобилизованным реагентом и его ионами металлов.

Появление интенсивной линии поглощения в ИК-спектре иммобилизованного ГННС в области 300-3600 см^{-1} объясняется валентными колебаниями ассоциированных групп -ОН. Кроме того, интенсивная линия в области 1100 см^{-1} относится к деформационным колебаниям гидроксильной группы фенола. В ИК-спектре молекулы реагента наблюдается несколько линий, характерных для групп -C=C -, -C=N -, -N=N - в областях 1500, 1600 см^{-1} .

Результаты ИК спектров иммобилизованных реагентов и комплексообразования

Функциональная группа	$\nu_{\text{носитель}} \text{ см}^{-1}$	$\nu_{\text{реагент}} \text{ см}^{-1}$	$\nu_{\text{иммобилизованного реагента}} \text{ см}^{-1}$	$\nu_{\text{комплекс}} \text{ см}^{-1}$	$\Delta\nu$
-NH ₂	2987	-	2915	2915	72
-N=N-	-	1549	1425	1455	124
-OH	-	3450	3415	358	3092
-CN	2243	-	2240	2240	3

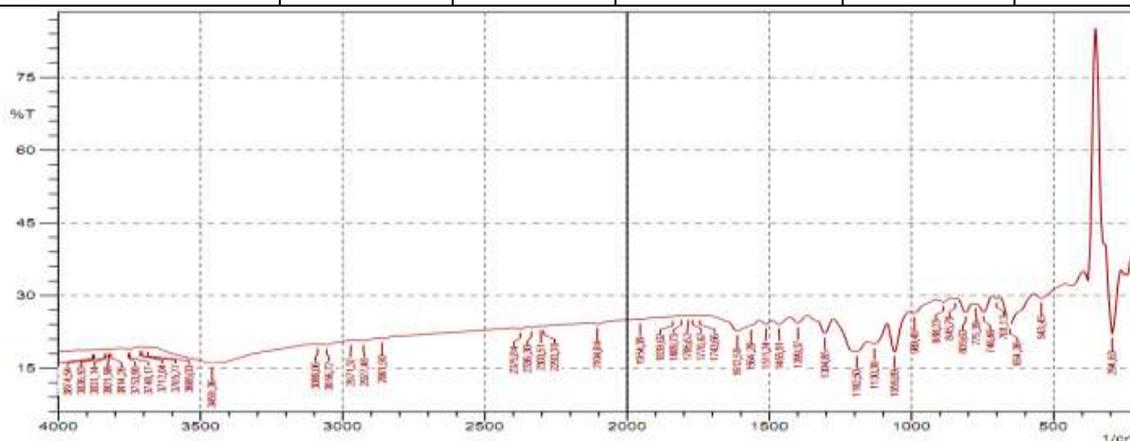


Рис. 6. ИК-спектр ГНС реагента.

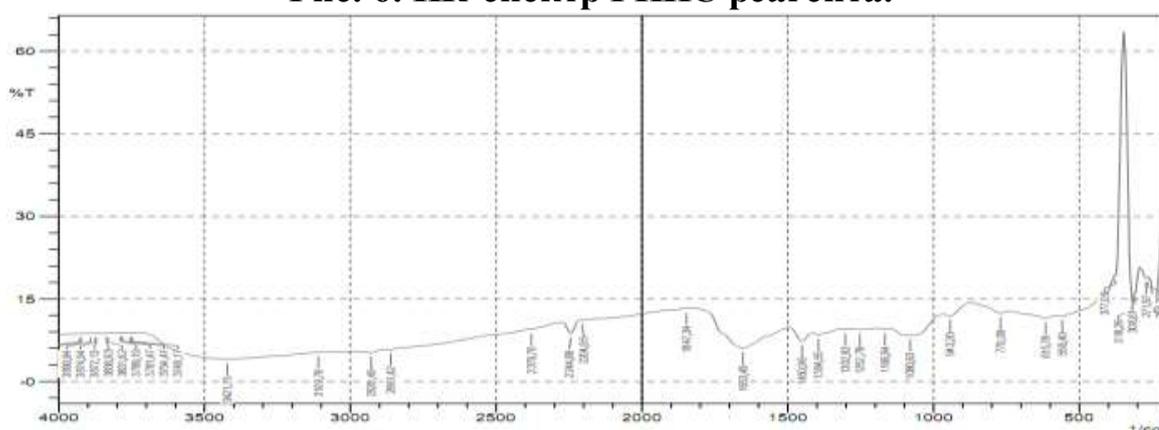


Рис. 7. ИК-спектр иммобилизованной ГНС.

При сравнении спектров ГНС наблюдаются идентичные две интенсивные полосы, характерные для -OH и -N=N- групп.

В ИК-спектрах органических реагентов в фрагментах ФАГ (-OH, -N=N) и ААГ (-SO₃H, -OH) имеется bathochromic сдвиг полос при 26-33 см⁻¹ доказывающий предполагаемые механизмы иммобилизации и комплексообразования.

Аминогруппа, имеющая наибольшую электронную плотность и карбоксильная группа реагента образуют ионную связь. Образование комплексов через функционально -активные гидроксогруппы также доказано методом электронной спектроскопии. Наблюдение максимумов поглощения комплексов в растворе и на носителе с иммобилизованным реагентом в одной и той же области доказывает, что комплексообразование происходит за счет одних и тех же функционально активных групп. Иногда наблюдается смещение в спектрах поглощения комплексов с иммобилизованными

реагентами на 10-25 нм по сравнению с нативными. Это можно объяснить тем, что на носителе отсутствуют колебательные и вращательные движения молекулы комплекса, т.е. жесткостью молекулярного скелета за счет фазовых препятствий.

На основе результатов, полученных по ИК-спектрам комплекса ванадия, молибдена и вольфрама с иммобилизованными ФФ, ПБ и ГННС, были составлены приближенные структурные формулы (рис.8).



Рис. 8. Примерная структура комплексов, образованных ионами ванадия и вольфрама с реагентами ФФ и ГННС.

В четвертой главе диссертации «Исследование аналитических и метрологических характеристик комплексов ионов ванадия(IV), молибдена(IV) и вольфрама(IV) в растворе и носителе» исследованы аналитические параметры образования комплексов с использованием органических реагентов ФФ, ПБ и ГННС, иммобилизованных с определяемыми ионами металлов.

Исследованы изотермы сорбции ФФ и ПФ в полимерных матрицах. Изотермы относятся к S-и L-типу и характеризуют нехимические типы адсорбции (S-тип), они обусловлены дисперсионными силами, водородными связями или гидрофобными взаимодействиями, хемосорбция (L-тип) обусловлена смешанными взаимодействиями, ионными и координационными связями.

Исходя из вида экспериментальных изотерм сорбции, можно предположить, что молекулы ПБ удерживаются на поверхности полимерных матриц, с одной стороны, за счет гидрофобной связи (ассоциации молекул, высвобождающихся из водной среды) и сил Ван-дер-Ваальса, с другой-за счет хемосорбции.

Из литературы известно, что при определении исследуемых ионов с помощью иммобилизованного волокна с органическими реагентами, на аналитический сигнал оказывают влияние природа реагента, затраченное время, окружающая среда и другие факторы, поэтому можно повысить чувствительность и селективность метода за счет оптимизации условий сорбционно-спектрофотометрического определения ионов металлов и этим можно уменьшить влияние мешающих ионов.

Для сравнения образования комплекса ионов металлов в растворе и иммобилизованными на носитель реагентами, были проведены определения с участием чужеродных ионов и из полученных результатов рассмотрены методы исключения этих ионов. Установлено, что при образовании комплекса

реагентов с ионами ванадия(IV), молибдена(IV) и вольфрама(IV) чувствительность иммобилизованных ОР была выше, чем в растворе. Селективность определения ионов ванадия(IV), молибдена(IV) и вольфрама(IV) была выше в сорбционно-фотометрическом методе, чем в фотометрическом методе, наблюдалось сходство реакций на носителе и в растворе. При фотометрическом определении вольфрама многие ионы металлов мешают, в то время как при использовании иммобилизованных ГННС в сорбционно-фотометрическом методе мешают только ионы железа и меди. Железо и другие легко гидролизующиеся ионы могут быть удалены при добавлении в раствор фторидов и тартратов. В оптимизированных условиях определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама с помощью иммобилизованных реагентов был построен градуировочный график, который представлен на рис.9.

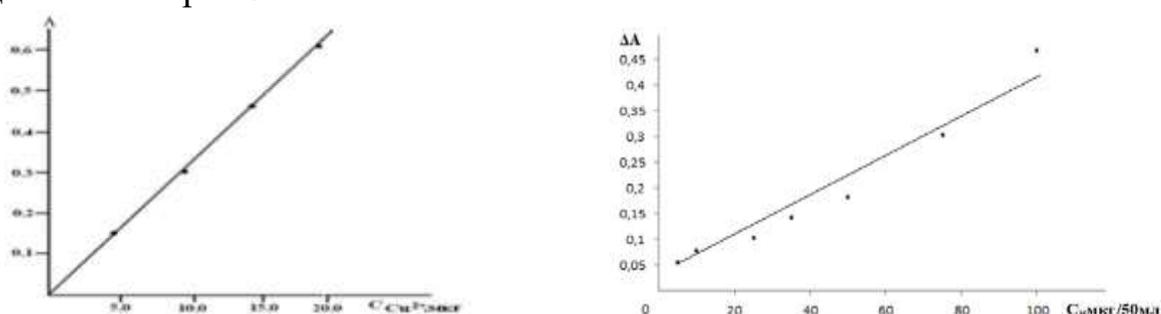


Рис.9. Градуировочные графики определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама иммобилизованными ФФ, ПФ и ГННС.

Для изучения воспроизводимости аналитического сигнала были проведены исследования по многократности использования иммобилизованных реагентов и носителя. Возможность использования иммобилизованных носителей для определения ионов ванадия(IV), молибдена(IV) и вольфрама(IV) была изучена в процессе сорбции и десорбции. Из табл.6 видно, что воспроизводимость аналитических сигналов в циклах удовлетворительная.

**Таблица 5
Воспроизводимость аналитического сигнала в процессе сорбции и десорбции(P=0,95; n=3)**

Воспроизводи мость цикла		1	2	3	5	8	9	10	12	15
ИМ- ПФ	ΔA	0,294	0,294	0,294	0,292	0,290	0,270	0,265	0,219	0,210
	%	92	92	92	92	91	90	87	80	76
ИМ- ГННС	ΔA	0,352	0,352	0,352	0,352	0,352	0,352	0,352	0,333	0,332
	%	94	94	94	94	94	94	94	92	90

При проведении процесса сорбция-десорбция в качестве аналитического сигнала взята разность в спектрах поглощения до и после регенерации реагента (ΔA), а в качестве носителя полимерные волокна ППД-1. После регенерации ГННС можно использовать до 4-6 раз.

Сравнены некоторые аналитические параметры и метрологические характеристики иммобилизованных органических реагентов с ионами металлов по сравнению с растворами. Наблюдается улучшение некоторых

характеристик полученных комплексов по сравнению с растворами. На твердой фазе результаты спектров поглощения (спектров отражения) показали соотношение иммобилизованного реагента и иона металла 1:1, что доказано методами изомолярных серий и Асмуса.

В результате изучения влияния посторонних сопутствующих ионов в реальных объектах ионам ванадия, молибдена и вольфрама, показано уменьшение влияния посторонних ионов на полимерном волокне иммобилизованными реагентами по сравнению с раствором.

В пятой главе диссертации «Аналитическое применение разработанных сорбционно-спектроскопических методов для определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама» приведены результаты по разработке методики сорбционно-фотометрического определения этих ионов. Предлагаемые методики применены к анализу бинарных, тройных и более сложных модельных смесей и реальных объектов.

Таблица 6

Спектральные характеристики комплексов ванадия, молибдена и вольфрама с иммобилизованными реагентами

Иммобилизованная система	pH	λ_{\max} , R	λ_{\max} , КО МП	$\Delta\lambda$	ΔA	$\varepsilon \cdot 10^4$	С.с, 10^{-4} мкг/мл
ППД-1:ФФ:VO ²⁺	1,7	440	560	120	0,17	2,2	0,01
ППД-1:ПФ:MoO ²⁺	2,2	550	660	110	0,22	1,6	0,01
ППД-1:ГННС:WO ²⁺	2,4	513	630	117	0,26	2,8	0,004

Полученные данные показывают, что реакция контрастна ($\Delta\lambda$) и чувствительна (ε).

Определение ионов ванадия, молибдена и вольфрама в индивидуальных растворах проведено методом «введено-найдено», полученные результаты соответствуют введенным количествам, относительное стандартное отклонение не превышает 0,33. Это указывает на правильность, точность и воспроизводимость разработанных методик.

Получены вторичные, третичные и сложные модельные смеси для выявления возможностей использования разработанных сорбционно-фотометрических методов при определении ионов ванадия(IV), молибдена(IV) и вольфрама(IV) в реальных объектах. Результаты определения ионов ванадия(IV), молибдена(IV) и вольфрама(IV) в искусственных соединениях и реальных объектах представлены в таблицах 7 и 8.

Таблица 7

Результаты сорбционно-спектрофотометрического определения ванадия (IV) в сложных модельных смесях (P = 0,95; n = 5)

Таҳлил қилинадиган аралашма таркиби, мкг	Топилди V, мкг ($\bar{x} \pm \Delta X$)	S	S _r
V(1,0)+Pb(2,0)+Zn(15);	0,93±0,09	0,08	0,084
V(1,0)+Cr(2,0)+ Cd(4,0);	0,96±0,18	0,16	0,081
V(1,0)+Cr(2,0)+ Cu(1,0);	1,03±0,21	0,19	0,096
V(1,0)+Cr(1,0)+Cd(13,0)+Cu(10,0);	1,06±0,12	0,11	0,112
V(3,0)+Cr(5,0)+ Fe(15,0)+Mn(10,0);	2,87±0,68	0,59	0,121
V(0,5)+Cr(3,0)+Cd(2,0)+Cu(10,0)+Fe(30,0).	0,57±0,63	0,55	0,172

Таблица 8

Результаты сорбционно-спектрофотометрического определения вольфрама (IV) в сложных модельных смесях (P = 0,95; n = 4)

Состав анализируемой смеси, мкг	Найдено W, мкг ($\bar{x} \pm \Delta X$)	S	S _r
W(0,4)+Mo(0,4)+Ag(0,4);	0,41 ± 0,08	0,05	0,132
W(0,5)+Cu(5,0)+ Mo(5,0);	0,52 ± 0,13	0,08	0,137
W(0,6)+ Mo(5,0)+ Pb(0,8);	0,58 ± 0,11	0,07	0,120
W(0,5)+Fe(0,5)+Pb(7,0)+Mo(0,1);	0,54 ± 0,13	0,08	0,153
W(0,6)+Mo(1,5)+Pb(60,0)+Fe(30,0);	0,58 ± 0,14	0,09	0,138
W(0,7)+Mo(0,75)+Pb(8,0)+Cu(2,0);	0,72 ± 0,18	0,11	0,156

Разработанные методы определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама были использованы при анализе реальных образцов природных объектов.

На основе проведенных исследований показаны возможности использования новых сорбционно-спектроскопических методов анализа реальных объектов, в которых разработано определение ионов ванадия, молибдена и вольфрама.

Таблица 9

Результаты определения молибдена в различных пробах почв (P = 0,95)

№	Найдено Mo, мкг/кг ($\bar{x} \pm \Delta X$)	n	S	S _r
1	0,75±0,12	5	0,09	0,120
2	1,53±0,16	4	0,10	0,065
3	2,81±0,09	5	0,07	0,025
4	3,31±0,10	4	0,06	0,018
5	4,12±0,06	5	0,05	0,012
6	5,76±0,05	4	0,03	0,005

Точность и воспроизводимость результатов, полученных разработанным методом, подтверждена определением иона ванадия в реальных пробах природных вод методом добавления добавок. Полученные результаты представлены в таблице 10.

Таблица 10

Применение разработанного сорбционно-фотометрического метода определения иона ванадия (IV) к реальным объектам (P = 0,95)

Название пробы	Найдено V, мкг/дм ³ ($\bar{x} \pm \Delta X$)	n	S	S _r
Река Чирчик	1,21±0,09	5	0,11	0,090
Река Ангрэн	0,94±0,11	4	0,07	0,074
Река Амударья	0,89±0,10	5	0,08	0,089
Река Сурхондарья	0,78±0,09	4	0,06	0,077

Разработанные сорбционно-фотометрические методы были сопоставлены с методами представленными в литературе и используемыми в промышленности, и показано их конкурентоспособность.

Таблица 11

Результаты сорбционно-фотометрического и фотометрического определения ионов вольфрама с ГННС (конкурентоспособность разработанной методики) (n=5; p=0,95)

№	Найдено вольфрама, %		S _r		Ошибка	
	Разработанная методика	Фотометр методика	Разработанная методика	Фотометр методика	Абсолют	Относит
1	2,55±0,01	2,61±0,54	0,0042	0,0044	0,06	2,29
2	4,81±0,02	5,01±0,38	0,0046	0,0061	0,20	3,99
3	8,26±0,03	8,49±0,11	0,0025	0,0095	0,23	2,71
4	1,33±0,81	1,35±0,34	0,0042	0,0051	0,02	1,48

Как видно из данных, представленных в таблице 11, наблюдалась корреляция результатов разработанных методик для определения вольфрама и фотометрических методов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. В сорбционно-фотометрическом методе определения ионов ванадия(IV), молибдена(IV) и вольфрама(IV) в качестве аналитических реагентов предложены иммобилизованные на волокно ППД-1 органические реагенты: фенилфлуорон, пирокетехин фиолетовый и натриевая соль 1-(2- гидроксид-1-нафтой-азо)-2-нафтол-4-серной кислоты.
2. Предложены оптимальные условия определения ионов ванадия, молибдена и вольфрама с помощью иммобилизованных органических реагентов.
3. Электронные плотности реагентов фенилфлуорона, пирокатехинового фиолетового и натриевой соли 1-(2 - гидроксид-1-нафтоазо)-2-нафтол-4-сульфо кислоты определены методом B3LYP/def2-TZVP программы ORCA и доказано участие -SO₃H групп в иммобилизации органических реагентов на волокнистый сорбент, а -ОН и -N=N – группы в образовании комплекса с ионами металлов.
4. Структура комплексов, образованных ионами ванадия(IV), молибдена(IV) и вольфрама(IV) и иммобилизованными на волокно реагентами, были изучены методом ИК-и электронной спектроскопии, методами сдвига равновесия, изомольярных серий и прямой линии Асмуса был определен состав комплексов равный Me:R=1:1.
5. Разработан метод сорбционно-фотометрического определения ионов ванадия(IV), молибдена(IV) и вольфрама(IV) с использованием иммобилизованных органических реагентов, результаты которых рекомендованы для применения к анализу модельных, бинарных, тройных и более сложных смесей с относительным стандартным отклонением не более 0,33.
6. Разработанный сорбционно-фотометрический метод анализа был использован при определении ионов V(IV), Mo(IV) и W(IV) в стандартных образцах руд, почв, промышленных сточных вод, испытан в лабораториях "АГМК" и "НГМК" и рекомендованы к применению на практике.

**SCIENTIFIC COUNCIL ON AWARD OF SCIENTIFIC DEGREES
DSc.03/30.12.2019.K.01.03 AT THE
NATIONAL UNIVERSITY OF UZBEKISTAN**

INSTITUTE OF THE CHEMISTRY OF PLANT SUBSTANCES

RAKHIMOV SAMARIDDIN

**DEVELOPMENT OF SORPTION-SPECTROSCOPIC METHODS FOR
DETERMINATION OF VANADIUM, MOLYBDENUM AND TUNGSTEN
IONS BY IMMOBILIZED ORGANIC REAGENTS**

02.00.02 – Analytical chemistry

**DISSERTATION ABSTRACT OF THE DOCTOR
OF PHILOSOPHY (PhD) ON CHEMICAL SCIENCES**

Toshkent – 2020

The title of the doctoral of philosophy (PhD) dissertation has been registered by the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan with registration numbers of B2020.02PhD/K299

The dissertation has been prepared at the Institute of the Chemistry of Plant Substances.

The abstract of dissertation in three languages (Uzbek, Russian, English (resume)) is available online www.ik-kimyo.nuuz.uz and on the website of "ZiyoNet" information-educational portal www.ziynet.uz.

Scientific supervisor: Smanova Zulaykho
Doctor of chemical sciences, professor

Official opponents: Sultonov Marat
Doctor of chemical sciences, dotsent

Tillayev Sanjar
Candidate of chemikal sciences, dotsent

Leading organization: Tashkent Pharmaceutical Institute

The defense of the dissertation will take place on « 19 » January 2021 in « 1000 » at the meeting of Scientifical council DSc.03/30.12.2019.K.01.03 at the National University of Uzbekistan (Address: 100174, Tashkent, Universitetical street, 4. Phone: (99871)227-12-24, Fax: (99824) 246-53-21; 246-02-24. e-mail:chem0102@mail.ru).

The dissertation has been registreded at the Informational Resource Centre of National University of Uzbekistan under № 140 (Address: 100174, Universitetical street, 4. Tashkent, Administrative Building of the National University of Uzbekistan, tel.: (99871) 246-67-71).

The abstract of the dissertation has been distributed on « 29 » 12 2020 year

Protocol at the register № 18 dated « 28 » 12 2020 year



Kh. Sharipov
Kh. Sharipov
Chairman of the Scientific Council for
awarding of the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences, Professor

D. Gafurova
D. Gafurova
Scientific Secretary of the Scientific Council
for awarding the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences

E. Abdurakhmanov
E. Abdurakhmanov
Chairman of the Scientific Seminar under Scientific
Council for awarding the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences, Professor

INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

The aim of the research work is the development of sorption-spectrophotometric methods for the determination of vanadium, molybdenum and tungsten ions in industrial and natural objects.

The objects of the research work are natural and industrial materials, samples of natural and waste water, soil, etc.

The scientific novelty of the research work is as follows:

the analytical characteristics of the immobilization of organic reagents containing sulfo- and azo groups on fibrous sorbents were established using quantum-chemical calculations (B3LYP / def2-TZVP method of the ORCA program);

it was determined that the formation of complexes of vanadium, molybdenum and tungsten with organic reagents immobilized on fibers under acidic conditions reduces the interfering effect of other ions;

the stability constants of complex compounds were determined by the methods of J. Bjerrum and Adamovich, the complexation reaction with the composition Me: R = 1: 1 was confirmed by the methods of direct Asmus, isomolar series, equilibrium shift;

a sorption-photometric method for the determination of vanadium, molybdenum and tungsten ions by immobilized organic reagents and its application on samples of chemical industry waste, wastewater, various model binary and ternary mixtures has been developed, their high metrological parameters have been confirmed.

Implementation of the research results. Based on the results of the studies carried out to develop a new sorption-spectrophotometric method for the determination and purification of industrial wastewater from vanadium, molybdenum and tungsten ions:

The sorption-spectrophotometric method for the determination of vanadium, molybdenum and tungsten ions using immobilized organic reagents was introduced into the practice of analysis of the Central Analytical Laboratory of the Almalyk MMC (certificate of 28 August 2020 No. 73 / 1-478 of JSC Almalyk MMC). As a result, it became possible to rapidly detect vanadium, molybdenum and tungsten in wastewater;

the method for the determination and separation of vanadium, molybdenum and tungsten ions has been introduced into the practice of the central analytical laboratory of JSC Navoi MMC (certificate dated October 16, 2020 No. 02-06-07 / 10874 of JSC Navoi MMC). As a result, it became possible to detect and efficiently extract ions of the determined metals contained in wastewater;

The sorption-spectrophotometric method for the determination of vanadium, molybdenum and tungsten ions was used in the applied project PZ-20170925290 "Obtaining ion exchangers based on local raw materials and their use in the sorption of non-ferrous and rare metals from industrial waste" (certificate No. 89-03-2227 of the Ministry of Higher and secondary specialized education of the Republic of Uzbekistan). As a result, a test method was proposed for the detection of vanadium, molybdenum and tungsten ions contained in industrial waste, as well as the possibility of their application in the national economy.

The structure and volume of the dissertation. The dissertation consists of an introduction, five chapters, a conclusion, a list of used literature and annexes. The volume of the dissertation was 120 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS
I бўлим (I часть; part 1)

1. Rakhimov S.B., Khalilova L.M., Zhumaeva E.Sh., Gafurova D.A., Smanova Z.A. Determination Of Tungsten By Solid Phase Spectroscopy Using Immobilized Reagents. // American Journal of Applied Sciences, V.2 №09. 2020. 244-254. <https://usajournalshub.com/index.php/tajas/article/view/1060> (IF=0,52 SJR=0,162)

2. Рахимов С.Б., Сманова З.А. Сорбционно-фотометрическое определение молибдена. // Universum. №12(78) 2020. С. 39-44 (02.00.00, №2)

3. Рахимов С.Б., Эрматова О.А., Жумаева Э.Ш., Сманова З.А., Рузметов У.У. Имобилизованный фенилфлуорон как чувствительный слой оптического сенсора на ионы ванадия. // СамДУ илмий ахборотномаси, №3 2020. 47-53 б (02.00.00. №9)

4. Усманова Х.У., Рахимов С.Б., Эрматова О.А., Зияев Д.А., Сманова З.А. Определение вольфрама методом твердофазной спектроскопии с применением иммобилизованного морина. // Узбек кимё журнали. №3 2020. (02.00.00. №6)

5. Рахимов С.Б., Сманова З.А. Металл ионларини спектрофотометрик аниқлашда янги органик реагентларнинг фаол функционал гурухларини ўрганиш учун квант кимёвий ҳисоблашларнинг аҳамияти. // СамДУ илмий ахборотномаси №5 2019. 51-54 б. (02.00.00. №9)

6. Рахимов С.Б., Инатова М.С., Турамбетова А.К., Сманова З.А., Гафурова Д.А. 3-Гидрокси-4-нитрозо-2-нафтой кислота ёрдамида темир (II) ионларини сорбцион фотометрик аниқлаш // Композицион материаллар илмий-техникавий ва амалий журнали. №2. 2019. 36-38 б. (02.00.00. №4)

II бўлим (II часть; II part)

7. Raximov S., Mahmadiyev S., Madatov O', Ziyaev D., Gafurova D., Smanova Z. Sorption-photometric determination of molybdenum. // Journal of Critical Reviews. VOL.7. ISSUE 6. 2020. P.1182-1188. <https://www.bibliomed.org/mnsfulltext/197/197-1594653929.pdf?1608051653>

8. Рахимов С.Б., Сманова З.А., Исакулов Ф.Б., Самандарова Н.Э. Имобилизованные Азопроизводные как аналитические реагенты на ионы переходных металлов. // Международной симпозиум XXI Менделеевский съезд по общей и прикладной химии. Санкт-Петербург 2019. 4 том. С.307.

9. Rakhimov S.B., Madatov U.A., Chorshanbiev Sh.B., Zhuraev I.I., Smanova Z.A. Structure and analytical characteristics of derivative pyridylazo compounds. // International conference problems and solutions of advanced scientific researchcc LEMS. Андижон 2018. P.396-403.

10. Рахимов С.Б., Халилова Л.М., Жумаева Э.Ш., Сманова З.А. Сорбционно-фотометрическое определение молибдена. // Международная

научно-практическая on-line конференция «Актуальные проблемы и инновационные технологии в области естественных наук» Тошкент 2020. 1 том. С.388-393.

11. Рахимов С.Б., Туйчиев С.А., Рузметов У.У., Зияев Д.А., Сманова З.А. Сорбционно-фотометрическое определение молибдена. // International scientific practical conference «IX global science and innovations 2020»: Нур-Султан (Астана), Казакстан 2020. С.18-22.

12. Жураев И.И., Рахимов С.Б., Ешимбетов А.Г., Инатова М.С., Имобилизованные антипириновые производные как аналитические реагенты на ионы переходных металлов. // Республика илмий-техникавий конференциясини мақолалар тўплами «Целлюлоза ва унинг ҳосилаларини кимёси ва технологиясини долзарб муаммолари» Тошкент 2018. С.201-203.

13. Рахимов С.Б., Туйчиев С.А., Мадатов Ў.А., Гафурова Д.А., Сманова З.А. Ванадий(V) ионини аниқлашда танлаб олинган 1-амино-2-нафтол-4-сульфо кислотани толага имобиллаш. // «Функционал полимерлар фанининг замонавий ҳолати ва истиқболлари» мавзусидаги профессор ўқитувчилар ва ёш олимларнинг илмий-амалий анжумани материаллари. Тошкент 2020. 310 б.

14. Рахимов С.Б., Абдуллаева Ш.А., Баракаева Д., Кунгратов К.А. Органик реагентлар билан металл ионларини аниқлашда квант кимёвий ҳисоблашларнинг ўрни. // «XXI аср аналитик кимёси: муаммолари ва истиқболлари» мавзусидаги илмий-амалий анжуман материаллари. Тошкент 2018. С.53-54.

15. Рахимов С.Б., Мадатов Ў.А., Аширов М.А., Турамбетова А.К., Сманова З.А. Сорбционно-спектрофотометрическое определение ионов тяжелых металлов. // Республика илмий-амалий конференцияси «Функционал полимерлар фанининг замонавий ҳолати ва истиқболлари» Тошкент 2020. С.311.

16. Турамбетова А.К., Рахимов С.Б., Ешимбетов А.Г. Комплексообразование антипириновых производных с ионами некоторых металлов. // «Кимёнинг долзарб муаммолари» мавзусидаги профессор-ўқитувчилар ва ёш олимларнинг илмий-амалий анжумани материаллари Тошкент 2019. С.44.