

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

ТОШКЕНТ ДАВЛАТ ТЕХНИКА УНИВЕРСИТЕТИ

БОБОМУРОВОДА МУНОЖАТ СУЛТОНМУРОВОДНА

**ИММОБИЛЛАНГАН АРСЕНАЗО III ЁРДАМИДА
ҚЎРҒОШИН(II), СИМОБ(II) ВА КАДМИЙ(II) ИОНЛАРИНИ
СОРБЦИОН-ФОТОМЕТРИК АНИҚЛАШ**

02.00.02 – Аналитик кимё

03.00.10 – Экология

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

Тошкент -2022

**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**

Бобомуродова Муножат Султонмуродовна

Иммобилланган арсеназо III ёрдамида кўрғошин (II), кадмий (II) ва симоб (II) ионларини сорбцион-фотометрик аниқлаш.....3

Бобомуродова Муножат Султонмуродовна

Сорбционно-фотометрическое определение ионов свинца (II), ртути (II) и кадмия (II) иммобилизованным арсеназо III.....21

Bobomurodova Munojat Sultonmurodovna

Sorption-photometric determination of lead (II), mercury (II) and cadmium (II) ions by immobilized arsenazo III.....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 АСОСИДАГИ БИР МАРТАЛИК
ИЛМИЙ КЕНГАШ**

ТОШКЕНТ ДАВЛАТ ТЕХНИКА УНИВЕРСИТЕТИ

БОБОМУРОВОДА МУНОЖАТ СУЛТОНМУРОВОДНА

**ИММОБИЛЛАНГАН АРСЕНАЗО III ЁРДАМИДА
ҚЎРҒОШИН(II), СИМОБ(II) ВА КАДМИЙ (II) ИОНЛАРИНИ
СОРБЦИОН-ФОТОМЕТРИК АНИҚЛАШ**

02.00.02 – Аналитик кимё

03.00.10 – Экология

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

Тошкент – 2022

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси хузуридаги Олий аттестация комиссиясида B2021.2.PhD/K295 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация Тошкент давлат техника университетида бажарилган.

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

Илмий раҳбарлар:

Сманова Зулайхо Асаналиевна
кимё фанлари доктори, профессор

Рахимова Латофат Собиржановна
техника фанлари доктори, доцент

Расмий оппонентлар:

Пўлатов Хайрулла Лутпуллаевич
кимё фанлари доктори, профессор

Яхшиева Зухра Зиятовна
кимё фанлари доктори, доцент

Етақчи ташкилот:

Умумий ва ноорганик кимё институти

Диссертация химояси Ўзбекистон Миллий университети хузуридаги DSc.03/30.12.2019.K.01.03 рақамли Илмий кенгаш асосидаги бир марталик Илмий кенгашнинг 2022 йил « ____ » _____ соат ____ 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 (____ -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: nauka@nuu.uz).

Диссертация автореферати 2022 йил « ____ » _____ куни тарқатилди.

(2022 йил « ____ » _____ даги _____ рақамли реестр баённомаси).



Х.Т. Шарипов

Илмий даражалар берувчи
бир марталик илмий кенгаш раиси,
к.ф.д., профессор

Д.А. Гафурова

Илмий даражалар берувчи бир марталик
илмий кенгаш илмий котиби, к.ф.д.

Н.Х. Қутлимуротова

Илмий даражалар берувчи бир марталик
илмий кенгаш қошидаги илмий
семинар раиси, к.ф.д., доцент

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Тадқиқот мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Дунёда аҳоли сонининг кун сайин ортиб бориши озиқ-овқатга, саноат ва техника ривожига бўлган талаб ортишига олиб келмоқда. Бу эса қишлоқ хўжалиги, озиқ-овқат, кимё саноатидан кўплаб саноат чиқиндиларининг оқава сув ва зарарли газ сифатида атроф-муҳитни ифлослантиришга, сув, ҳаво, тупроқ объектларида оғир ва захарли металллар ва бошқа кимёвий бирикмаларнинг рухсат этилган чегаравий миқдоридан ортиб кетишига асосий омил ҳисобланади. Шу сабабли атроф-муҳитнинг тозалигини асраш оғир ва захарли бўлган симоб, қўрғошин, кадмий ионларини мониторинг қилиш амалий аҳамиятга эгадир.

Жаҳонда сувли муҳитда оғир металлларнинг ультрамикромикдорларини таҳлил қилишга имкон берадиган физик ва физик-кимёвий таҳлил усуллари дунё олимлари томонидан ишлаб чиқилган. Буларга, асосан атом-абсорбцион, атом-эмиссион, спектрофотометрик ва баъзи электрокимёвий усуллар киради. Айрим усуллар қиммат бўлса, бошқа усуллар ҳар доим ҳам рухсат этилган чегаравий миқдордан кам бўлган симоб, кадмий, қўрғошин ионларини аниқлаш имконини бера олмайди. Шу муносабат билан аввалдан концентрлаш, ундан сўнг тегишли физик-кимёвий усуллар билан аниқлашни ўз ичига олган «гибрид» усуллар ишлаб чиқиш муҳим аҳамиятга эга.

Республикамизда нафақат аниқланиш даражаси юқори, балки экологик тоза ва арзон маҳаллий хомашё асосида ишлаб чиқилган усулларни яратиш масаласи илгари сурилмоқда. Охириги йилларда иқлим ўзгариши, ҳароратнинг кескин ортиши, чучук сув муаммоси, саноат объектларидан чиқаётган оқава сувларни тозалаш ва Ўзбекистон Республикаси учун сув захираларини сақлаш ва кўпайтириш давлат сиёсати даражасига кўтарилди. Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича 2017-2021 йилларга мўлжалланган Ҳаракатлар стратегиясида «юқори технологияли қайта ишлаш тармоқларини, энг аввало, маҳаллий хом ашё ресурсларини чуқур қайта ишлаш асосида юқори қўшимча қийматли тайёр маҳсулот ишлаб чиқаришни жадал ривожлантиришга қаратилган сифат жиҳатидан янги босқичга ўтказиш орқали саноатни янада модернизация ва диверсификация қилиш»¹ вазифалари белгилаб берилган. Бу борада, материалларнинг сифатини ҳамда тозалик даражасини назорат қилиш, атроф-муҳит объектларининг мониторингини олиб бориш учун маҳаллий хомашё асосида олинган толали ташувчиларга иммобилланган реагентлар ёрдамида металл ионларини аниқлаш муҳим аҳамият касб этади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегияси тўғрисида», 2019 йил 30 октябрдаги ПФ-5863-сон «2030 йилгача бўлган даврда Ўзбекистон Республикасининг атроф-муҳитни муҳофаза қилиш концепциясини тасдиқлаш тўғрисида», 2020 йил 30 сентябрдаги ПҚ-4845-сон «Маиший ва қурилиш чиқиндилари билан боғлиқ

¹ Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича ҳаракатлар стратегияси тўғрисидаги фармони»

ишларни бошқариш тизимини янада такомиллаштириш чора-тадбирлари тўғрисида» қарорларида, Вазирлар Маҳкамасининг 2021 йил 3 июндаги 343-сон «Атроф-муҳитнинг ифлосланиш даражасини ҳолатини баҳолаш тизимини янада такомиллаштириш тўғрисида» қарориди ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазибаларни 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 «Кимё технологиялари ва нанотехнологиялари» устувор йўналишига мувофиқ бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Бир қатор жаҳон илмий марказлари ва университетларида, хусусан, Mon Gil университети Монреал (Канада); Biotexnologiya, School of Biotechnology, Chemical and Biomedical Engineering, VTT University (Ҳиндистон); Hasetepe University, Faculty of Engineering, Department of Chemical Engineering (Анкара, Туркия); Institute of Landssape Ecology, Seske Budejovise (Чехия); Chinese Research Academy of Environmental Scienses, Beijing (Хитой); Institut ode Peskuisas Energeticase Nucleares Cao Paulo (Бразилия)ларда турли хил органик реагентлар асосида олинган янги сорбция материаллари ва улардан технологик жараёнлар оқова сувлар ва ер усти сувларини тозалашда фойдаланиш бўйича тизимли тадқиқотлар олиб борилмоқда. МДҲ мамлакатларида бир қатор экологик муаммоларни ҳал қилиш учун эктоксикантларни сорбцион концентрлашни ўрганиш ишлари Москва давлат университети (Россия), Қозон давлат технология университети (Россия), Тбилиси давлат университети (Грузия), Харьков техника университети (Украина), Архангельск давлат техника университетида, Санкт-Петербург давлат университетида (Россия) индивидуал тадқиқотчилар ва тадқиқот гуруҳлари томонидан олиб борилмоқда.

Ўзбекистонда кимёвий сенсорлар ва элементларни аниқлашнинг тест-усулларини ишлаб чиқиш билан Геворгян А.М., Насимов А. М., Абдурахманов Э., Джиянбаева Р.Х., Кабулов Б.Д., Шестерова И.П. анализнинг оптик усуллари билан шуғулланишган.

Симоб, кадмий, қўрғошин ионларини аниқлашнинг янги, янада мукамал ва замонавий усуллари ишлаб чиқиш, замон талабларига жавоб берадиган мавжуд таҳлил усуллари ва жараёнларини такомиллаштириш зарурати жуда муҳимдир. Шу сабабли, мазкур диссертация иши маҳаллий хомашё асосида, топилиши осон, арзон реагентлар ва сорбентлар иштирокида битта намуна таркибидан симоб, қўрғошин, кадмий ионларини аниқлай оладиган, экологик хавфсиз, тезкор усулни ишлаб чиқишга қаратилган.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилган олий таълим муассасасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Тошкент давлат техника университети илмий-тадқиқот ишлари

режасининг ПЗ-20170927346 «Оқова сувларни тозалаш учун поликонденсацион турдаги янги ион алмашувчи полимерлар олиш технологиясини яратиш» мавзусидаги лойиҳа ва № 2-2/2021 «Тошкентдаги Хонобод худудидаги ишлаб чиқариш корхонасидаги оқова сувлар таркибини ўрганиш ва уларни тозалаш бўйича тавсиялар ишлаб чиқиш» мавзусидаги хўжалик шартномаси доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади полимер ташувчиларга иммобилланган арсеназо III ёрдамида кўрғошин (II), кадмий (II) ва симоб (II) ионларини сорбцион-фотометрик аниқлашдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

арсеназо III реагентининг толали сорбентларга иммобиллашнинг оптимал шароитларини танлаш;

иммобилланган Арсеназо III реагентининг симоб (II), кўрғошин (II), кадмий (II) ионлари билан комплекс ҳосил қилиш реакцияларининг оптимал шароитларини топиш;

ҳосил бўлган комплекс бирикмаларнинг барқарорлик константаларини, таркибини, комплекс ҳосил бўлиш механизмини аниқлашда квант-кимёвий ҳисоблаш, ИҚ ва нур қайтариш спектроскопияси усуллари ёрдамида аниқлаш;

Hg(II), Pb(II), Cd (II) ионларини аниқлаш учун сорбцион-спектроскопик усул ишлаб чиқиш ва усулнинг тўғрилиги, аналитик ва метрологик тавсифларини аниқлаш;

ишлаб чиқилган симоб, кадмий, кўрғошин ионларини аниқлашнинг сорбцион-фотометрик усулини турли модел, бинар, учламчи ва мураккаб аралашмалари ва экологик объектлар: оқова сув, тупроқ анализидида қўллаш.

Тадқиқот объекти сифатида саноат корхоналари чиқинди ва оқова сувлари, ифлосланган тупроқ, ичимлик сувлари олинган.

Тадқиқот предмети ППФ-1 ва ППА-1 толалаларга иммобилланган органик реагентлар, симоб, кўрғошин, кадмий ионлари ва уларнинг бирикмалари ҳисобланади.

Тадқиқот усуллари. ИҚ-спектроскопияси, рентген-флуоресцент, нур қайтариш спектроскопияси, сорбцион-фотометрик, квант кимёвий, математик статистик усулларидан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги куйидагилардан иборат:

илк бор маҳаллий хомашё асосида синтез қилинган ППФ-1 ва ППА-1 сорбентига арсеназо III реагенти иммобиллаш механизми ва металл ионлари билан комплекс ҳосил бўлиши реагент таркибидаги функционал фаол гуруҳлар жойлашишига, металл ионларининг координацион сонига, ион боғларнинг характерига боғлиқлиги исботланган;

комплекснинг беқарорлик константалари ҳисобланган ва ППФ-1 толали сорбенти учун комплекснинг барқарорлиги $Pb > Hg > Cd$ тартибида, ППА-1 толали сорбенти учун эса $Hg > Pb > Cd$ тартибида ортиб бориши аниқланган;

илк бор янги синтез қилинган ППФ-1 ва ППА-1 толали ташувчиларга иммобилланган Арсеназо III реагенти ёрдамида кўрғошин, кадмий, симоб ионларини аниқлашга ҳалақит берувчи анион ва катионлар таъсири аниқланган;

симоб, кадмий, кўрғошинни экологик объектлар таркибидан ППФ-1, ППА-1 сорбентларига иммобилланган органик реагентлар ёрдамида сорбцион-фотометрик аниқлашнинг янги усули яратилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қўйидагича:

арсеназо III реагентининг толали сорбентлар (ППА-1, ППФ-1) га иммобиллашнинг оптимал шароитлари аниқланган;

толали сорбентларга (ППФ-1, ППА-1) иммобилланган арсеназо III реагенти ёрдамида симоб, кадмий, кўрғошин ионларига комплекс ҳосил қилиш оптимал шароитлари аниқланган;

экологик ва атроф-муҳит объектларидан симоб, кўрғошин, кадмий ионларини иммобилланган арсеназо III реагенти билан сорбцион-фотометрик аниқлаш усули яратилган, металл ионларининг рухсат этилган чегаравий миқдор ва ундан паст концентрацияда аниқлаш имконини бериши исботланган;

ишлаб чиқилган кадмий, кўрғошин, симоб ионларини сорбцион-фотометрик аниқлаш усулида иккиламчи, учламчи, мураккаб аралашмалар, сунъий аралашмалар, оқава ва ифлосланган сув таркибидан аниқлашга қўлланилган, натижада нисбий стандарт четланиш 0,12 дан ошмаслиги келтирилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги ИҚ спектроскопияси, вольтамперометрия, спектрофотометрия, фотометрия, рентген-флуоресцент, нур қайтариш спектроскопияси усуллари билан аниқланганлиги. Олинган натижалар «киритилди-топилди», «қўшимчалар қўшиш», квант-кимёвий ҳисоблаш усуллари билан тасдиқланганлиги, атроф-муҳит объектларининг анализи классик методлари билан солиштирилганлиги билан асосланади.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти. Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти шундан иборатки, полимер ташувчиларга арсеназо III реагентини иммобиллашнинг оптимал шароитлари топилган, бегона халақит берадиган ионларнинг таъсири камайтирилган, реагентларнинг иммобилланиши ҳисобига симоб, кўрғошин, кадмий ионларини аниқлашнинг аналитик ва метрологик параметрлари яхшиланган.

Тадқиқотнинг натижаларининг амалий аҳамияти, симоб, кадмий, кўрғошин ионларини аниқлашнинг сорбцион-фотометрик усуллари табиий ва саноат объектлари анализида қўлланилиши экоаналитик кимёнинг муаммоларини ечишга ҳамда атроф-муҳитни зарарли ва заҳарли чиқиндилар билан ифлослантирмайдиган тоза корхона тизимини режалаштириш ва ташкил этишга хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларини жорий қилиниши. иммобилланган органик реагентлар ёрдамида кўрғошин (II), кадмий (II), симоб (II) ионларини аниқлаш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

ишлаб чиқилган сорбцион-фотометрик усул Олмалиқ КМК амалиётига жорий қилинган (Олмалиқ КМК АЖнинг 2021 йил 21 майдаги АА-20/23-сон маълумотномаси). Натижада, оқова сувлар таркибидан кўрғошин ионини сифат ва миқдорий аниқлаш имконини берган;

ишлаб чиқилган усул Ўзбекистон Республикаси Ветеринария ва чорвачиликни ривожлантириш давлат қўмитаси «Ветеринария дори воситалари ва озучабоб қўшимчалар сифати ва муомаласи назорати бўйича давлат илмий маркази» амалиётига жорий этилган (Ўзбекистон Республикаси Ветеринария ва чорвачиликни ривожлантириш давлат қўмитасининг 2021 йил 26 мартдаги 05/28-121-сон маълумотномаси). Натижада, ветеринария дори воситалари таркибидаги оғир ва захарли металл ионларини аниқлаш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқот натижалари 10 та, жумладан, 3 та халқаро ва 7 та республика илмий-амалий анжуманларида маъруза қилинган ва муҳокамадан ўтган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилинганлиги. Мазкур диссертация мавзуси бўйича жами 18 та илмий иш чоп этилган, Ўзбекистон Республикаси олий аттестация комиссиясининг фалсафа доктори (PhD) диссертациялари асосий илмий натижаларни чоп этиш тавсия этилган нашрларида 5 та, жумладан, 2 та республика ва 3 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 ҳамда 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, ишнинг нашр этилганлиги ҳамда диссертациянинг тузилиши тўғрисидаги маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг **«Экологик омил сифатида оғир металл ионларининг одам организмига ва атроф-муҳитга таъсири ва симоб, кадмий, қўрғошин ионларини аниқлаш усуллари»** номли биринчи бобида қўрғошин, кадмий ва симоб ионларининг инсон организмига захарли таъсири, турли сорбентлар ва уларнинг афзаллик ва камчиликлари, аниқлаш усуллари, иммобиллаш учун ишлатиладиган баъзи ташувчиларнинг тавсифлари, табиатига кўра турлича бўлган сорбентлардан фойдаланиш, уларни сорбцион-спектроскопик усулларда қўлланилиши бўйича мавжуд маълумотларнинг таҳлили келтирилган.

Атроф-муҳит объектларда иммобилланган реагентлар ёрдамида оғир ва захарли металл ионларини аниқлаш натижалари ўрганилди, таҳлил қилинди. Қўрғошин (II), кадмий (II) ва симоб (II) ионларини аниқлаш учун синтез қилинган янги толасимон сорбентларга арсеназо III реагентининг иммобилланиши ўрганилмаганлиги ва илк бор бу ишлар бажарилганлиги кўрсатилган.

Диссертациянинг «Қўрғошин, кадмий ва симоб ионларини аниқлашда ишлатилган асбоб-ускуналар ва реактивлар, эритмаларни тайёрлаш усуллари, реагент синтези, толали сорбентлар» номли иккинчи бобида материаллар, асбоблар ва тадқиқот усуллари, симоб, қўрғошин ва кадмий ионларини ишлатиладиган стандарт ва ишчи эритмаларини ҳамда реагентларни тайёрлаш ва стандартлаш усуллари, буфер эритмаларни тайёрлаш усуллари келтирилган. Турли полимер сорбентлар ва уларнинг статик алмашинув сифимлари ва толалали сорбентларнинг олиниши ва реакция шароитлари ва уларни танлаш келтирилган.

Диссертациянинг «Арсенazo III реагентининг ППА-1 ва ППФ-1 толали сорбентларга иммобиллашнинг ва металл ионлари билан комплекс ҳосил булиш оптимал шароитлари танлаш» номли учинчи бобида юқорида келтирилган органик реагентларни маҳаллий хомашёдан янги синтез қилинган, ПАН асосидаги (ППА-1, ППФ-1) полимер сорбентларига арсенazo III реагентининг иммобиллаш шароитлари аниқланган. Реагентни ташувчиларга иммобилланишининг оптимал шароитлари 1-жадвалда келтирилган.

1-жадвал

Арсенazo III реагентини иммобилланишининг оптимал шароитлари ($m_H=0,2$ гр)

Ташувчи	pH	Буфер аралашма ҳажми, мл	Ютилиш максимуми, нм	Вақт, мин.
ППА-1	pH<4	5	490	4-5
ППФ-1	pH<4	5	540	4-5

Органик реагентларни толали сорбентларга иммобиллаш, сорбция ҳамда десорбция хоссалари, ҳисоблаш усуллари ва олинган натижаларни қайта ишлаш келтирилган.

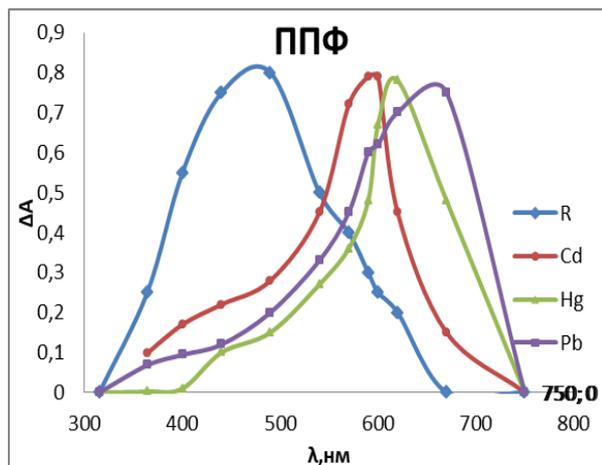
Иммобилланган органик реагентларнинг қўрғошин, кадмий ҳамда симоб ионлари билан комплекс ҳосил бўлишига нур ютиш тўлқин узунлигининг, эритма кислоталигининг, буфер эритма ва вақтнинг, металл концентрациясининг таъсирлари аниқланган.

ППА-1 ва ППФ-1 толалли сорбентларга арсенazo III реагентининг иммобилланишига муҳитнинг таъсири ўрганилган.

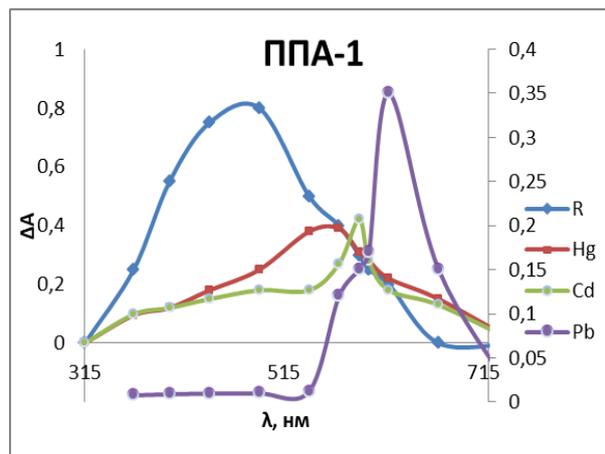
Юқоридаги маълумотлардан, кўришиб турибдики ППА -1 арсенazo III реагенти иммобилланиши учун pH 4-6 оралиғида ППФ-1 учун эса 3-5 оралиғида яхши натижага эришиш мумкин. Кейинги ишларда ППА 1 учун pH 3, ППФ-1 учун pH 4 бўлган буфердан фойдаланилди.

Реагентларнинг нур ютилиш ва қайтарилиш спектрларининг таҳлили шуни кўрсатадики (1-2 расм), нур ютилиш ва қайтарилиш спектрларида ўхшашлик кузатилади. Ёруғликнинг ютилиш максимумларини батохром

силжиши, реагентларни турли мухитларда турлича диссоциланиши билан боғлиқ эканлиги асосланди.



1-расм. Симоб(II), кўрғошин (II), кадмий (II) ионининг ППА-1 толага иммобилланишининг оптик зичлигини тўлқин узунлигига боғлиқлиги графиги [I=2, T=25 °C, m_{сорбент} =0,2000 г]



2-расм. Симоб(II), кўрғошин (II), кадмий (II) ионининг ППА-1 толага иммобилланишининг оптик зичлигини тўлқин узунлигига боғлиқлиги графиги [I=2, T=25 °C, m_{сорбент} =0,2000 г]

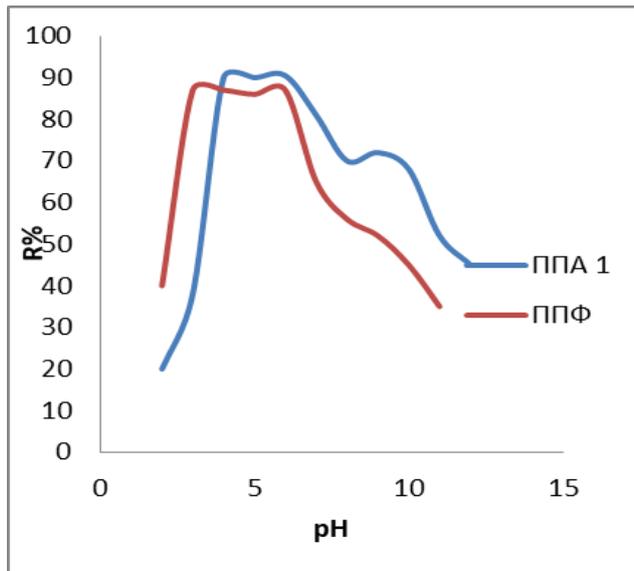
Симоб, кўрғошин ва кадмий ионларини аниқлаш учун реакцияни кучли ҳамда кучсиз кислотали мухитда олиб бориш лозим, чунки, бошқа мухитларда қайтмас жараёнлар кечади ва натижада керакли аналитик сигнал олиш имконияти бўлмайди.

2-жадвал

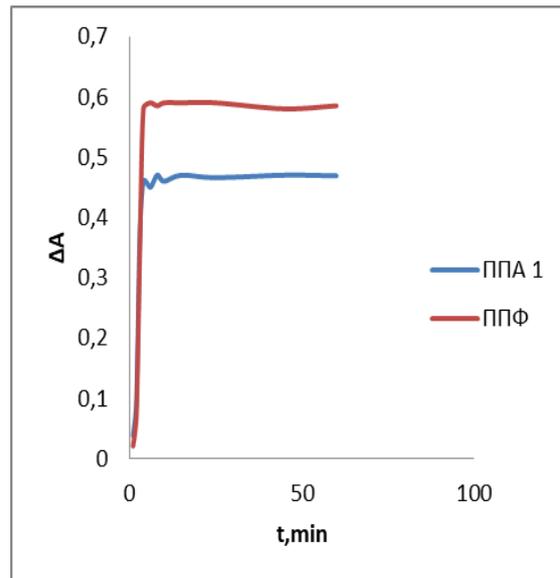
Арсеназо III реагенти, иммобилланган арсеназо III, иммобилланган реагентнинг Me^{2+} билан ҳосил қилган комплексининг спектрал тавсифлари

ППА 1						
R	IMR+Hg	IMR+Cd	IMR+Pb	$\Delta\lambda_{Hg}$	$\Delta\lambda_{Cd}$	$\Delta\lambda_{Pb}$
490-670	570	590	620	80	100	130
pH	1-2	3-7,5	3-6			
ППФ-1						
R	IMR+Hg	IMR+Cd	IMR+Pb	$\Delta\lambda_{Hg}$	$\Delta\lambda_{Cd}$	$\Delta\lambda_{Pb}$
540-670	620	600	670	80	60	130
pH	1-2	3-6	4-6			

Арсеназо III реагентининг турли хил ФФГ ва АФГ таъсири ўрганилганда, ППА-1 толасига иммобилланганда ҳам функционал фаол гуруҳлар ўзининг танлаб таъсир этувчанлик хусусиятларини сақлаб қолади. Улар ИҚ- ва квант кимёвий ҳисоблашлар ёрдамида аниқланди ва олинган натижалар қуйидаги жадвалда келтирилди.



3-расм. Имобилланган реагентнинг универсал буфер эритманинг мухит кислоталигига боғлиқлик графиги



4-расм. Арсеназо III реагентининг тўла имобилланиш вақтини аниқлаш

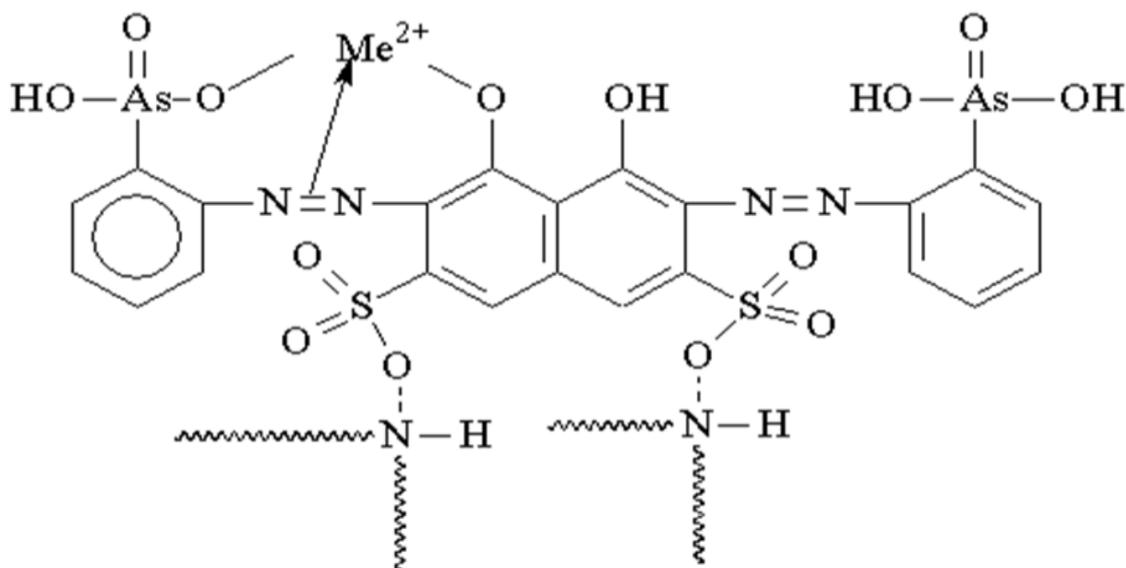
3-жадвал

Арсеназо III реагентининг ППА-1 толага имобилланганиши ва металл ионларининг комплекси характеристик частоталари ва уларни ИҚ-спектрларда акс этиши (cm^{-1})

Функционал Гуруҳлар	$V_{\text{ППА1}}, \text{cm}^{-1}$	$V_{\text{ИМР}}, \text{cm}^{-1}$	$V_{\text{комплекс}} \text{cm}^{-1}$		
			$V_{\text{комплекс Cd}} \text{cm}^{-1}$	$V_{\text{комплекс Pb}} \text{cm}^{-1}$	$V_{\text{комплекс Hg}} \text{cm}^{-1}$
-OH	2923	2981 2884	2943,5	2959,6	2981,5 2971,2 1619,7
-N=	1655,3	1663,4	1661,2	1662,6	1306,3
-SO ₃ H	-	1356,4	-	-	
-C≡N	2239	2324,2	1159	2113	2242
-COOH	1132	1159,4	905,71	-	-
C-Cl	903,74	946,72	751,1	906,32	954,96
O-As=	-	749,28	667,81	746,52	770,92
-OMe	-	-		613,21	825,23

Кўрғошин (II), кадмий (II) ва симоб (II)ни имобилланган арсеназо III билан комплексларининг тузилиши ИҚ-спектрларидан олинган натижалар асосида тахминий тузилиш формулалари тузилди.

Натижалардан хулоса қилиб, комплекснинг кўриниши қуйидаги ҳолда деб топилди:



Бошланғич ва иммобилланган Арсеназо III спектрларини солиштириш натижаларига кўра, комплекс ҳосил бўлишига жавоб берадиган функционал фаол гуруҳлар ўхшаш, улар иммобилланган ҳолатда ҳам структурасини сақланиб қолиши аниқланди.

4-жадвал

Арсеназо III реагентининг ППФ-1 толага иммобилланганиши ва металл ионларининг комплекси характеристик частоталари ва уларни ИҚ-спектрларда акс этиши (см⁻¹)

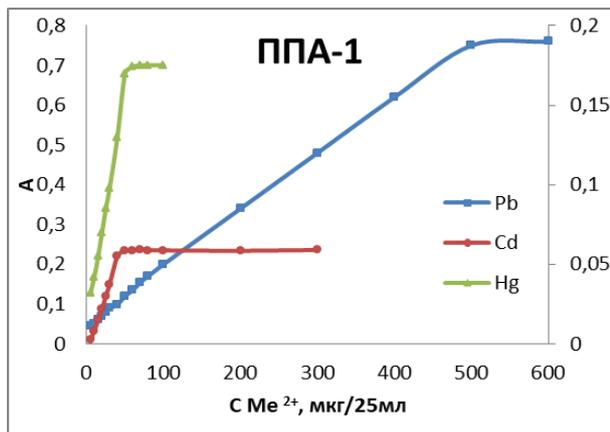
Функцио-нал Гуруҳлар	V _{ППА1} , см ⁻¹	V _{ИМР} , см ⁻¹	V _{комплекс} см ⁻¹		
			V _{комплекс} Cd см ⁻¹	V _{комплекс} Pb см ⁻¹	V _{комплекс} Hg см ⁻¹
-OH	3958,14	3249,14	3200,59	-	3249,14
-NH _{деформ}	2941,42	2935,22	2925,60	2925,60	3200,59
-SO ₃ H	-	1375,77	-	1375,77	1379,2
-C≡N	2242,2	2325,3	-	2242,3	-
-C=O	1166,88	1166,40	1159,23	-	1166,88
C-Cl	906,02	905,84	905,39	824,86	906,07
-OMe	-	-	650,34	518,07	517,87

Ўрганилган ППА-1 поликатионити ва ППФ-1 полиамфолитига иммобилланган арсеназо III нинг сульфогуруҳи сорбентларнинг ионланган аминогуруҳлари билан қуйидаги схема бўйича реакцияга киришиши аниқланди:

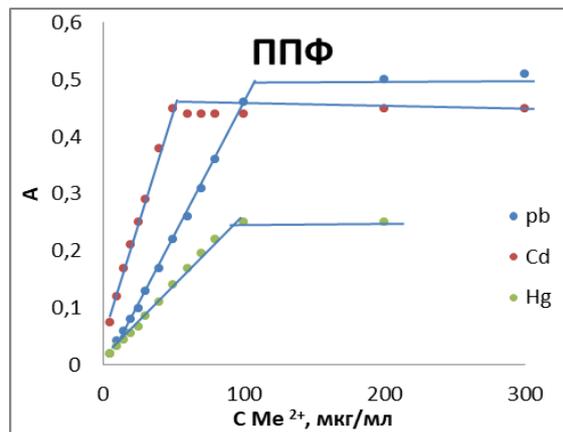


Таклиф этилган схема бўйича реакциянинг боришига иммобилланган системалардаги ИҚ-спектрларнинг ютилиш чизиқларини силжиши кўрсатади, улар бу реакцияда иштирок этаётган сорбентларнинг ФФГ ва иммобилланган Арсеназо III га тегишли.

Иммобилланган арсеназо III реагенти билан Hg²⁺, Cd²⁺, Pb²⁺ иони билан ҳосил қилган комплексининг металл миқдорига боғлиқлиги ўрганилди.



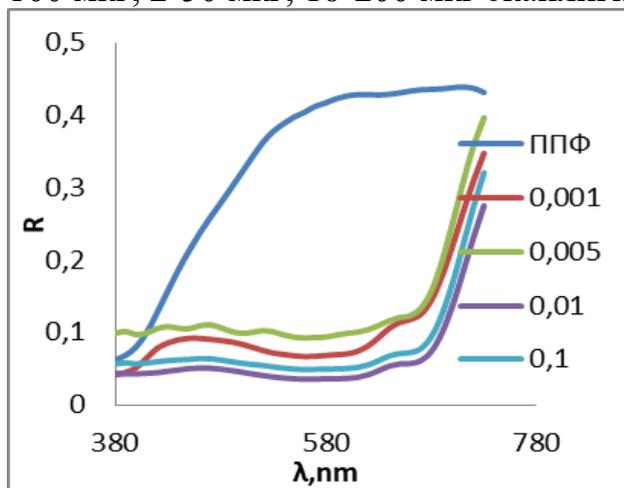
5-расм. Иммобилланган арсеназо III реагенти билан Hg^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} иони билан ҳосил қилган комплекснинг металл миқдорига боғлиқлиги



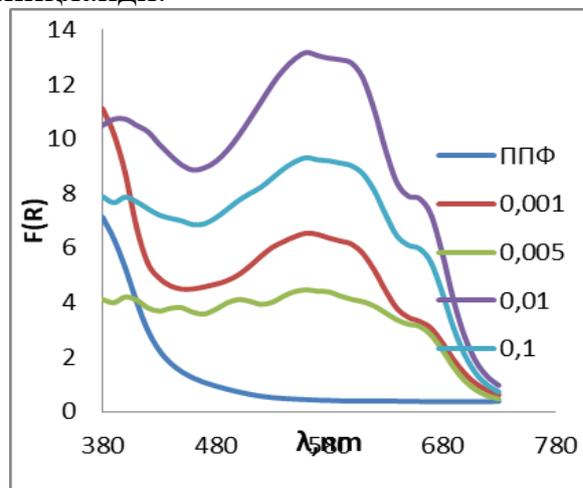
6-расм. Иммобилланган (ППФ-1) арсеназо III реагенти билан Hg^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} ионлари билан ҳосил қилган комплекснинг металл концентрациясига боғлиқлиги

ППА-1 толали сорбентига иммобилланган арсеназо III реагентининг Pb^{2+} , билан комплексида 100-500 мкг, Cd^{2+} учун 1-40 мкг, Hg^{2+} учун 2-50 мкг миқдоригача Бугер -Ламберт-Бер қонунига бўйсунуши аниқланди.

ППФ-1 толали сорбентига иммобилланган арсеназо III реагентининг Hg^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} ионлари билан ҳосил қилган комплексининг мос равишда 10-100 мкг, 2-50 мкг, 10-200 мкг эканлиги аниқланди.



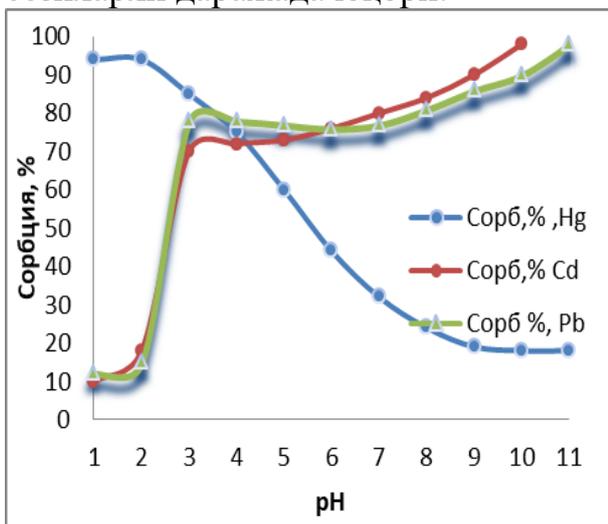
7-расм. Комплекс ҳосил қилиш реакциясига кўрғошин(II) ионинг концентрациясига боғлиқлиги



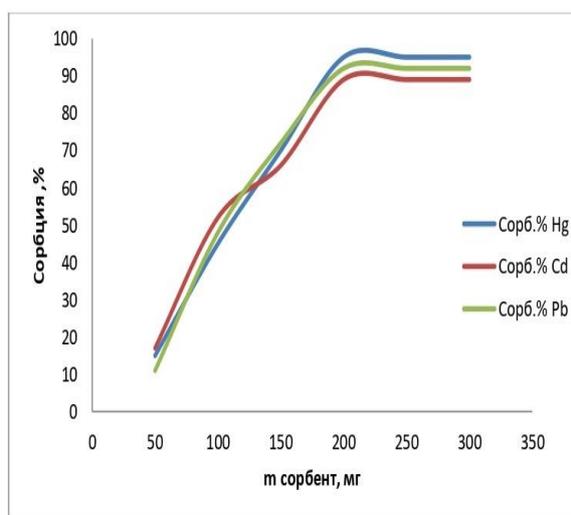
8-расм. Комплекс ҳосил қилиш реакциясига кўрғошин(II) ионининг концентрация Кубелки –Мунка функциясига боғлиқлиги

ППА-1, ППФ-1 толага иммобилланган арсеназо III реагентининг Me^{2+} билан ҳосил қилган комплексининг ранг интенсивликларининг ўзгариши ўлчанди ППА1 $l=1$, $\lambda_R=490$ нм, $\lambda_{имR+Hg}=570$ нм, $\lambda_{имR+Cd}=590$ нм, $\lambda_{имR+Pb}=570$ нм, универсал буфер эритма симоб учун $pH=2$, кадмий учун 3-7,5, кўрғошин учун 3-6, ППФ-1 учун $l=1$, $\lambda_R=540$ нм, $\lambda_{имR+Hg}=620$ нм, $\lambda_{имR+Cd}=600$ нм, $\lambda_{имR+Pb}=670$ нм, универсал буфер эритма симоб учун $pH=2$, кадмий учун 3-7,5 кўрғошин учун 3-6 шароитда комплекс ҳосил қилинди. Танланган

матрицалар нитрон асосида модификацияланган монохлорсиркислота ва фосфит кислота бўлиб сорбилаш хусусияти нитрон матрицага нисбатан сезиларли даражада юқори.



9-расм. ППА 1 толага иммобилланган арсеназо III реагентининг сорбиланиш даражасига муҳитнинг боғлиқлик даражаси



10-расм. Металл ионларининг ютилиш даражасининг сорбент массасига боғлиқлиги

ППА-1 ва ППФ-1 сорбентларига иммобилланган арсеназо III реагентларининг қўрғошин, кадмий ва симоб ионлари билан ҳосил қилган комплексларининг барқарорлик константалари Толмачев усули ёрдамида аниқланди.

Барқарорлик константаларини ортиб бориш қатори яратилди.

5-жадвал

Иммобилланган реагент ва металл иони билан комплексларнинг спектроскопик тавсифлари ва шартли барқарорлик константалари

Комплекс таркибий нисбати	компонентларни моляр нисбати Me:R			$\epsilon_{\text{ҳақ}} \cdot 10^6$	$K_{\text{бек}(MR)} \cdot 10^{-18}$	$K_{\text{барқ}(MR)}^* \cdot 10^{19}$	$\lg K_{\text{барқ}}$
	изомоляр сериялар усули	Бабко усули	Асмус усули				
	ППА-1						
Hg(II):ИМАр III	1:1	1:1	1:1	2,9	7,852	4,89	19,69
Cd (II): ИМАр III	1:1	1:1	1:1	4,11	57,26	0,4028	18,605
Pb ИМАр III	1:1	1:1	1:1	4,85	19,54	2,4	19.38

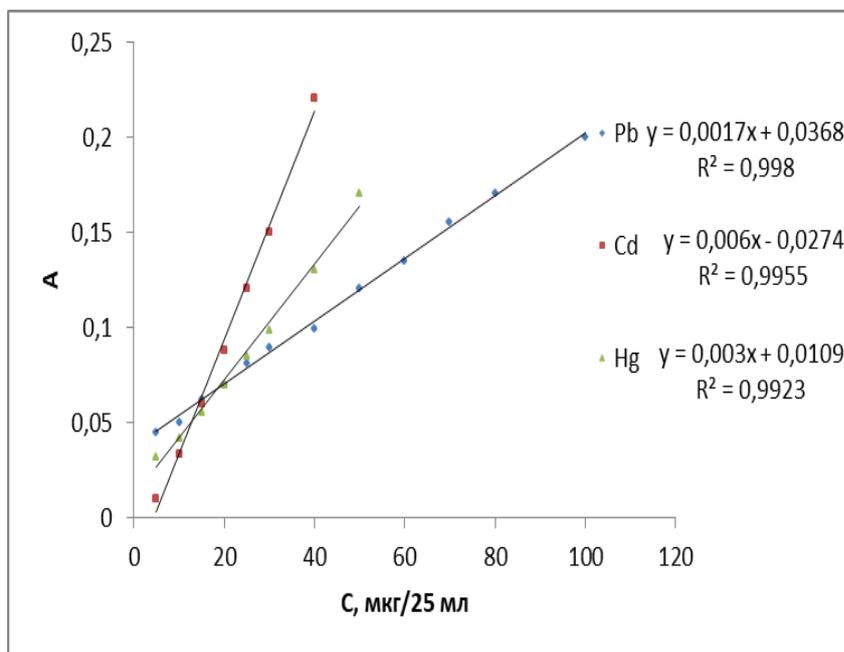
Қуйидаги $\text{Hg} > \text{Pb} > \text{Cd}$ кетма-кетлик бўйича комплекс бирикмаларнинг барқарорлик константалари ортиб бориш қатори топилди. Комплекс бирикманинг таркибий қисми изомоляр қатор, тўйиниш, Асмус ва Бабконинг суюлтириш усуллари билан эритмада аниқланди.

Иммобилланган реагент ва металл иони билан комплексларнинг спектроскопик тавсифлари ва шартли барқарорлик константалари

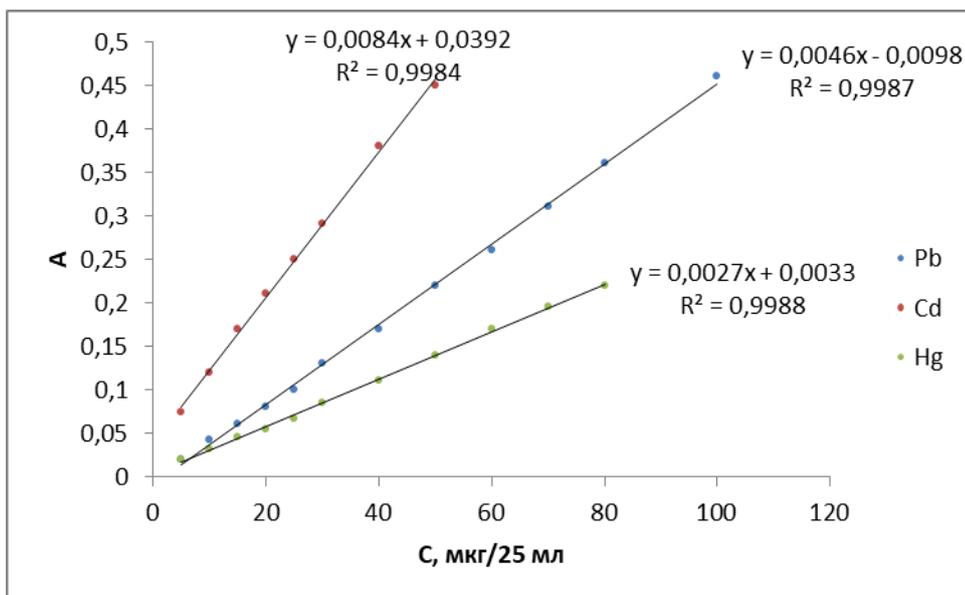
Комплекс таркибий нисбати	компонентларни моляр нисбати Me:R			$\epsilon_{\text{хак}} \cdot 10^6$	$K_{\text{бек}(MR)} \cdot 10^{-18}$	$K_{\text{барқ}(MR) \cdot \beta} \cdot 10^{19}$	$\lg K_{\text{барқ}}$
	изомоляр сериялар усули	Бабко усули	Асмус усули				
ППА-1							
Hg(II):ИМАр III	1:1	1:1	1:1	5,69	8,096	1,23	20,29
Cd (II): ИМАр III	1:1	1:1	1:1	4,86	67,32	1,48	19,17
Pb ИМАр III	1:1	1:1	1:1	4,48	24,11	4,15	19,24

ППФ-1 толага иммобилланган Арсеназо III металл ионлари билан қуйидаги $Pb > Cd > Hg$ кетма-кетлик бўйича комплекс бирикмаларнинг барқарорлик константалари ортиб бориш қатори топилди.

Ишлаб чиқилган усулнинг аниқлигини баҳолаш мақсадида қўрғошин, симоб ва кадмий ионларини иммобилланган реагентлар ёрдамида аниқлашнинг оптималлаштирилган шароитларида градуировка графиклари тузилди (11-12 расм).



11-расм. Hg, Pb, Cd ни ППА-1 га иммобилланган Ар III ёрдамида аниқлашнинг градуировкали графиги



12-расм. Hg, Pb, Cd ни ППФ-1 га иммобилланган Ар Ш ёрдамида аниқлашнинг градиуровкали графиги

Расмдан кўринадикки, градуировкали графикда тўғри чизиқли боғланиш ППФ-1 учун 10-100 мкг, ППА -1 учун симоб миқдорининг 2-50 мкг, ППФ-1 учун кадмийники 2-50 мкг, ППА-1 учун 1-40 мкг, ППФ-1 учун кўрғошиники 10-200, ППА-1 учун 100-500 мкг миқдорларига тўғри келади, бу эса аниқланаётган ионларни атроф-муҳит объектларидан аниқлаш учун етарли катталиқ ҳисобланади. Корреляция коэффицентининг 1 га яқинлиги ишлаб чиқилган усулни юқори аниқлигини исботлайди.

Ишлаб чиқилган усулнинг танлаб таъсир этувчанлигини аниқлаш учун металл ионларини аниқлашга ҳалақит берадиган бегона ионлар таъсири ўрганилди. Кадмий ионларини аниқлашда Fe^{3+} (1:2), Pb^{2+} , Zn^{2+} , CN^- , J^- , Cl^- , $S_2O_3^{2-}$, F^- , цитрат, тартрат ҳалақит беради

Симоб ионларини аниқлаш учун сув таркибидаги K^+ , Na^+ , Al^{3+} , SO_4^{2-} катта миқдорларда ҳам ҳалақит бермайди. Cd^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , ЭДТА, аммоний тартрат, цитрат, ионлари ҳалақит бериши кузатилди. Cu^{2+} (1:1), NH_4^+ (1:1), Pb^{2+} (1:1), Ba^{2+} (1:10), I^- (1:5), NO_3^- (1:10), CH_3COO^- (1:250) ионлари белгилаб келтирилган миқдорда таъсири сезилмайди.

Кўрғошин ионларини аниқлаш учун Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Al^{3+} кўп миқдорларда ҳам ҳалақит бермайди. Cd^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , ЭДТА, аммоний тартрат, цитрат, J^- , SO_4^{2-} , $S_2O_3^{2-}$ ионлари ҳалақит бериши кузатилди. Fe^{2+} (1:1), NH_4^+ (1:1), Ba^{2+} (1:10), Cl^- (1:100), CH_3COO^- (1:250) белгилаб келтирилган миқдордан ортиқ бўлганда ҳалақит беради. Бу ионлари қопловчи реагентлар ёрдамида ҳалақит беришини бартараф этилади.

Кадмий, симоб ва кўрғошин ионларини аниқлашнинг танловчанлиги сорбцион-фотометрик усулда фотометрик усулга нисбатан юқори, ташувчи ва эритмадаги реакцияларда ўхшашлик кузатилган. Темир ва бошқа осон гидролизланадиган ионларни эритмага тиогликол кислотаси билан қопланади.

Диссертациянинг «Натижаларни математик статистик қайта ишлаш» номли бешинчи бобида бу ионларни сорбцион-фотометрик аниқлаш усуллари ишлаб чиқиш бўйича олинган натижалар келтирилган. Бу усуллар бинар учламчи ва мураккаб модел аралашмалар ва реал объектларнинг таҳлилида қўлланилган.

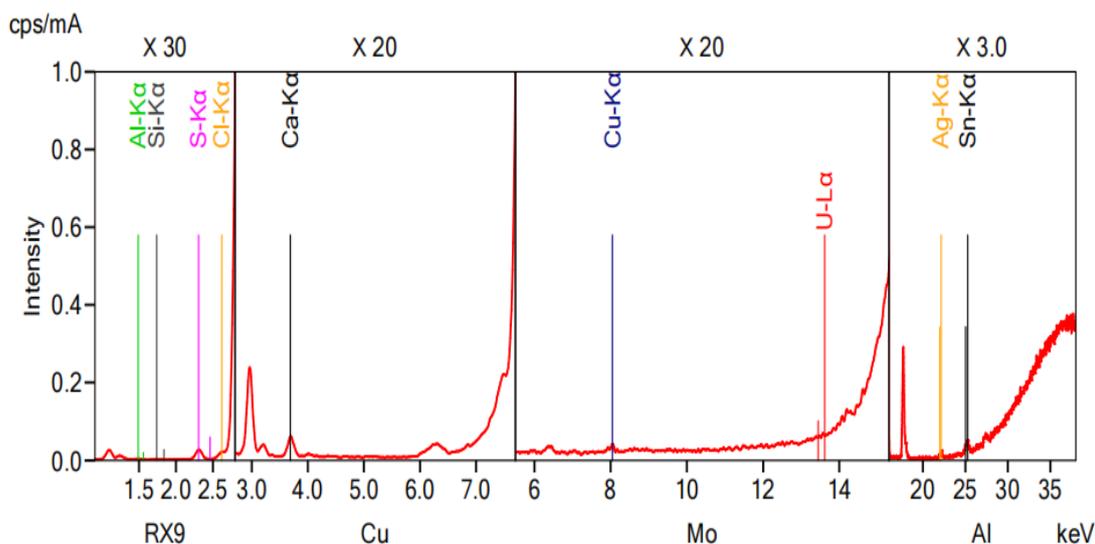
Ишлаб чиқилган сорбцион-фотометрик усулларни қўрғошин, кадмий ва симоб ионларини реал объектларда аниқлашда қўллаш имкониятларини топиш учун сунъий иккиламчи, учламчи ва мураккаб модел аралашмалар тайёрланди. Қўрғошин, кадмий ва симоб ионларини индивидуал ва сунъий аралашмалар ва реал объектларда аниқлаш натижалари 5- ва 6-жадвалларда келтирилган.

Кадмий, симоб ва қўрғошин ионларини индивидуал эритмаларда аниқлаш учун «киритилди-топилди» усулидан фойдаланилди, олинган натижалар киритилган миқдорларга мос келади, нисбий стандарт четланиш 0,12 дан ошмайди. Бу ишлаб чиқилган усулларни тўғрилиги аниқлиги ва қайта тикланувчанлигини кўрсатади.

7-жадвал

Металл ионини ИМАрIII реагенти билан индивидуал эритмаларида сорбцион-фотометрик аниқлаш натижалари (P=0,95)

Олмалиқ сув	Кири- тилди мг/см ²	ΔA	Топил- ди	S	S _r
Pb учун: pH=3-6, l=1, λ=620 нм, m=0,2000 г,универсал буфер, V _R =10 мл					
Al (706), P (42,7), S (89,2) Cl (182), Ca (42,3)	0	0,185	5,2	0,190	0,019
Fe (17,3), Zn (1,47), Zr (1,47), Sr (1,86), Nb (1,63), Ag (5,55), Pb (16,5), Hf (6,14) Th (0,998)	5	0,257	21,5	0,182	0,007
Cd учун: pH=3-7,5, l=1, λ=590 нм, m=0,2000 г,универсал буфер, V _R =10 мл					
Al (706), P (42,7), S (89,2) Cl (182), Ca (42,3)	10	0,300	10	0,220	0,025
Fe (17,3), Zn(1,47), Zr (1,47), Sr (1,86), Nb(1,63), Ag (5,55), Pb(16,5), Hf (6,14) Th (0,998)	15	0,447	14,97	0,340	0,002
Hg учун: pH=2, l=1, λ=570 нм, m=0,2000 г,универсал буфер, V _R =10 мл					
Al(706), P(42,7), S(89,2) , Cl (182),Ca (42,3) Fe(17,3),	5	0,360	4,98	0,02	0,002
Zn(1,47), Zr(1,47), Sr (1,86), Nb(1,63), Ag (5,55), Pb(16,5), Hf (6,14) ,Th (0,998)	10	0,450	9,97	0,01	0,0015



«Bukhara cotton» МЧЖ текстил комбинати оқава суви анализ учун олинди ва таркибидаги қўрғошиннинг миқдори топилди. Оқава сув таркибида 1,923 мг/л миқдорда қўрғошин ионлари борлигини кўрсатди ва ишлаб чиқилган усул ёрдамида 89,97 % миқдордаги қўрғошин ионларини ажратиш имкониятига эга эканлиги исботланди.

Тадқиқотлар асосида қўрғошин, кадмий ва симоб ионларини аниқлашнинг ишлаб чиқилган янги сорбцион-спектроскопик усулларини реал объектлар таҳлилида қўллаш мумкинлиги кўрсатиб берилди.

Анализ натижасида ППА-1 га имобилланган Арсеназо III учун 89,4 % миқдорда, ППФ-1 га имобилланган Арсеназо III учун 85,4 % миқдорда Pb иони толага тўла сорбиланиши исботланди.

6-жадвал

**Симоб(II) ионини ИМАрIII реагенти билан бинар, учламчи ва мураккаб аралашмаларда аниқлаш натижалари (P=0,95; n=5)
[pH=2, универсал буфер эритма, m=0,2000 г, t=5-6 мин]**

Анализ қилинадиган аралашма таркиби, мкг	Топилган Hg, мкг ($\bar{x}_{\text{җр}} \pm \Delta x$)	S	S _r
Hg(1,0)+Pb(2,0)	0,98 ± 0,15	0,09	0,086
Hg(1,0)+Cd(10,0)	0,960 ± 0,223	0,09	0,099
Hg(2,0)+Fe(50,0)+Ni(50,0)	1,96 ± 0,18	0,16	0,081
Hg(1,0)+Cd(30,0)+Pb(5,0)+Cu(10,0)	1,00 ± 0,26	0,11	0,107
Hg(3,0)+Cu(20,0)+Cr(10,0)+Fe(15,0)	2,90 ± 0,29	0,25	0,086
Hg(0,5)+Cr(50,0)+Pb(1,0)+Cd(30,0)	0,480 ± 0,223	0,05	0,104
Hg(1,0)+K(30,0)+Pb(0,5)+Zn(10,0)+Cd(5,0)	1,14 ± 0,304	0,12	0,120

Олинган натижалардан хулоса қилиб ишлаб чиқилган усул реал объектлар анализига тавсия этиш мумкин, нисбий стандарт четланиш 0,12 дан ортмаслиги ишлаб чиқилган усулнинг танлаб таъсир этувчанлигидан ва аниқлигини билдиради.

ХУЛОСА

1. Қўрғошин, кадмий, симоб ионларини аниқлаш учун ППА- 1 ва ППФ-1 полимер толасига иммобиллаш учун Арсеназо III аналитик реагент сифатида таклиф этилди.

2. Иммобилланган Арсеназо III ёрдамида комплекснинг ҳосил бўлишининг оптимал шароитлари танланди ва тузилиши ИҚ-, рентген-флуорицент, нур қайтариш спеклари вольтамперометрик усул ёрдамида таҳлил қилинди ва ташувчида комплекснинг таркиби изомоляр сериялар ва Асмуснинг тўғри чизикли усуллари, Бабконинг суюлтириш методи ёрдамида $Me:ImR=1:1$ эканлигини аниқланди. Унга кўра ишлаб чиқилган усул юқори сезгирликка эга эканлиги исботланди.

3. Ламберт-Бугер-Бер қонунига бўйсунуши ППФ-1 га иммобилланган арсеназо III билан Pb^{2+} (10-200 мкг), Cd (2-50 мкг), Hg^{2+} (10-100 мкг), ППА-1 га иммобилланган арсеназо III билан Pb^{2+} (100-500 мкг), Cd (1-40 мкг), Hg^{2+} (2-50 мкг) гача бўйсунуши исботланди.

4. Ишлаб чиқилган усул фотометрик аниқлаш натижалари билан солиштирилди. Халақит берувчиларнинг камлиги, экспресслиги ва комплекснинг барқарорлиги юқори температура, қуёш нурига чидамлилиги ва сорбентларни қайта анализда ишлатиш имконияти билан бошқа усуллардан афзалликларга эгаллиги исботланди ва қўрғошин, кадмий, симоб ионларининг аниқлашга тавсия этилди.

5. Ишлаб чиқилган сорбцион-фотометрик усул қўрғошин, кадмий, симоб ионларини аниқлашда «Ветеринария ва чорвачиликни ривожлантириш давлат қўмитаси ветеринария дори воситалари ва озуқабоб қўшимчалар сифати ва муомаласи назорати» бўйича давлат илмий марказида ва «Олмалик кон- металлургия комбинати» марказий аналитик лабораториясида синовдан ўтди ва амалиётга қўллашга тавсия этилди.

**РАЗОВЫЙ НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.03/30.12.2019.K.01.03
ПО ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЁНЫХ СТЕПЕНЕЙ ПРИ
НАЦИОНАЛЬНОМ УНИВЕРСИТЕТЕ УЗБЕКИСТАНА**

**ТАШКЕНТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ**

БОБОМУРОВОДА МУНОЖАТ СУЛТОНМУРОВОДОВА

**СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ
СВИНЦА (II), РТУТИ (II) И КАДМИЯ (II) С ИММОБИЛИРОВАННЫМ
АРСЕНАЗО III**

**02.00.02-Аналитическая химия
03.00.10-Экология**

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

Ташкент – 2022

Тема диссертации доктора философии (PhD) по химическим наукам зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за номером B2021.2.PhD/K295.

Диссертация выполнена в Ташкентский государственный технический университет.

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

Научные руководители:

Сманова Зулайхо Асаналиевна,
доктор химических наук, профессор

Рахимова Латофат Собиржановна
доктор технических наук, доцент

Официальные оппоненты:

Пулатов Хайрулла Лутпуллаевич
доктор химических наук, профессор

Яхшиева Зухра Зиятовна
доктор химических наук, доцент

Ведущая организация:

Институт общей и неорганической химии

Защита диссертации состоится «_____» _____ 2022 г. в _____ часов на заседании разового Научного совета на основе Научного совета DSc.03/30.12.2019.K.01.03 при Национальном университете Узбекистана. (Адрес: 100174, Ташкент, ул. Университетская, 4, Тел.: (71)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 № _____ 100174, Ташкент, ул. Университетская 4, Тел.: (99871) 246-67-71).

Автореферат диссертации разослан «_____» _____ 2022 г.
(протокол рассылки № _____ от _____ 2022 г.)



Х.Т. Шарипов
Председатель разового Научного совета
по присуждению ученых степеней,
д.х.н., профессор

Д.А. Гафурова
полный секретарь разового Научного
совета по присуждению ученых
степеней, д.х.н.

Н. Кутлимуротова
Председатель разового Научного семинара при
Научном совете по присуждению учёных
степеней, д.х.н., доцент

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и необходимость темы исследования. В мире ежедневное увеличение численности населения является основным фактором увеличения спроса на продукты питания, развития промышленности и техники. Это приводит к тому, что многие промышленные выбросы от сельского хозяйства, пищевой, химической промышленности в качестве сточных вод и вредных газов приводят к загрязнению окружающей среды, превышают предельно допустимые концентрации металлов и других химических веществ водных, воздушных, почвенных объектах. Поэтому сохранение чистоты окружающей среды, мониторинг тяжелых и токсичных ионов ртути, свинца, кадмия остается главной актуальной проблемой на сегодняшний день.

В мире многими учеными разработано множество физических и физико-химических методов анализа, позволяющих анализировать ультрамикрo концентрации тяжелых металлов в водной среде. К ним относятся, в основном, атомно-абсорбционные, атомно-эмиссионные, спектрофотометрические и электрохимические методы. Некоторые методы стоят дорого, другие методы не всегда позволяют обнаружить ионы ртути, кадмия, свинца ниже допустимого порогового значения. В связи с этим, остается актуальной разработка «гибридных» методов, которые включают в себя предварительное концентрирование, а затем, определение соответствующими физико-химическими методами.

В нашей республике выдвигается вопрос о создании методов, разработанных не только с высокой степенью точности, но и из экологически чистого и доступного местного сырья. В последние годы изменение климата, повышение температуры, проблема пресной воды, очистка промышленных сточных вод, а также сохранение и увеличение водных ресурсов Республики Узбекистан вышли на государственный уровень. В Стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан на 2017-2021 годы определены задачи «дальнейшей модернизации и деверсификации промышленности путем перевода высокотехнологичных перерабатывающих отраслей, прежде всего, на качественно новый уровень, направленный на ускоренное развитие производства готовой с высокой добавленной стоимостью на основе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов¹». В связи с этим, важен контроль за качеством и чистой материалов, мониторинг объектов окружающей среды для обнаружения ионов металлов с использованием иммобилизованных реагентов на волокнистых носителях, полученных из местного сырья.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит для реализации задач, предусмотренных в Указах Президента Республики Узбекистан №УП -4947 от 7 февраля 2017 года «О Стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан», № УП-5863 от 30 октября

¹Указ Президента Республики Узбекистан УП-4947 от 7 февраля 2017 года «О Стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан»

2019 года «Об утверждении Концепции охраны окружающей среды Республики Узбекистан до 2030 года», № ПП-4845 от 30 сентября 2020 года «О мерах по дальнейшему развитию и по усовершенствованию обращения с бытовыми и строительными отходами», постановление Кабинета Министров Республики Узбекистан № 343 от 3 июня 2021 года «О дальнейшем совершенствовании системы оценки состояния загрязнения окружающей среды», а также в других нормативных правовых актах, связанных с данной деятельностью.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии Республики. Диссертация выполнена в соответствии с приоритетными направлениями развития науки и технологий в республике: VII. Химическая технология и нанотехнология.

Степень изученности проблемы. Ряд мировых исследовательских центров и университетов, в том числе университет Mon Gil Монреал (Канада); Биотехнология, School of Biotechnology, Chemical and Biomedical Engineering, VIT University (Индия); Hasetepe University, Faculty of Engineering, Department of Chemical Engineering (Анкара, Турция); Institute of Landssape Ecology, Seske Budejovise (Чехия); Chinese Research Academy of Environmental Scienses, Beijing (Китай); Institut ode Peskuisas Energeticase Nucleares Cao Paulo (Бразилия) проводят систематические исследования по новым сорбционным материалам, на основе различных органических реагентов и их использования в технологических процессах, водоочистке, очистке сточных вод и поверхностных вод. Изучение сорбционного концентрирования экотоксикантов для решения ряда экологических проблем в странах СНГ проводятся отдельными исследователями и исследовательскими группами в Московском государственном университете (Россия), Казанском государственном технологическом университете (Россия), Тбилисском государственном университете (Грузия), Харьковском техническом университете (Украина), Архангельском государственном техническом университете, Санкт-Петербургском государственном университете (Россия).

В Узбекистане разработкой тестовых методов обнаружения химических элементов и сенсоров занимались Геворгян А.М., Абдурахманов Э., Джиянбаева Р.Х., Кабулов Б.Д., Насимов М.А., Шестерова И.П.

Необходимость в разработке новых, более усовершенствованных и современных методов определения ионов ртути, кадмия, свинца на основе существующих методов анализа и процессов, отвечающих современным требованиям, является актуальной. Поэтому данная диссертационная работа направлена на разработку экологически безопасного метода определения ионов ртути, свинца, кадмия в составе одного образца, в присутствии легкодоступных и дешевых реагентов из носителей сорбентов основе местного производства.

Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ высшего учебного заведения. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ

Ташкентского государственного технического университета ПЗ 20170927346 «Разработка технологии получения новых ионообменных полимеров поликонденсационного типа для очистки сточных вод» и хоз.договора №2-2/2021 «Изучение состава сточных вод на производственном предприятии в Ханабадском районе Ташкента и разработка рекомендаций по их очистке».

Цель работы заключается в разработке сорбционно-фотометрических методов определения ионов ртути (II), кадмия (II), свинца (II), оказывающих негативное влияние на экологию.

Задачи исследования:

выбор оптимальных условий иммобилизации реагента арсеназо III на волокнистые сорбенты;

нахождение оптимальных условий реакций комплексообразования иммобилизованного арсеназо III с ионами ртути (II), свинца (II), кадмия (II);

определение констант устойчивости, состава, механизма образующихся комплексных соединений методами квантовохимического расчета, ИК- и отражательной спектроскопии при определении аналитических и метрологических характеристик разработанного метода;

разработка сорбционно-фотометрического определения ионов ртути, свинца и кадмия и определение правильности, аналитических и метрологических характеристик методик;

применение разработанного сорбционно-фотометрического метода определения ионов ртути (II), кадмия (II), свинца (II) в анализе различных модельных, бинарных, третичных и более сложных смесей и объектов окружающей среды: сточных вод, почв.

Объектами исследования являются отходы и сточные воды промышленных предприятий, загрязненная почва, питьевая вода.

Предметом исследования. Органические реагенты, иммобилизованные на волокнах ППФ-1 и ППА-1, ионы ртути (II), свинца (II), кадмия (II) и их соединения.

Методы исследования. Использовались методы ИК-спектроскопии, рентгенофлуоресценции, спектроскопии отражения, сорбционной спектрофотометрии, электронной спектроскопии, квантово-химические, математические и статистические методы расчета.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

доказан механизм иммобилизации Арсеназо III на впервые синтезированных из местного сырья сорбентах ППФ-1 и ППА-1 и их комплексообразование с ионами Hg, Pb, Cd зависящий от расположения функционально- активных групп, координационного числа металлов и ионного характера связи;

найден ряд возрастания устойчивости в ряду Pb>Hg>Cd на волокнистом сорбенте ППФ-1 и Hg>Pb>Cd на носителе ППА-1;

выявлено влияние посторонних мешающих катионов и анионов, мешающих определению ионов ртути (II), кадмия (II), свинца (II) с Арсеназо

III иммобилизованного на впервые синтезированных новых носителях ППА-1 и ППФ-1;

создан новый метод сорбцион-фотометрического определения ртути (II), кадмия (II), свинца (II) в составе экологических объектов с использованием органического реагента арсеназо III, иммобилизованного на сорбенты ППФ-1, ППА-1.

Практические результаты исследования заключается в следующем:

определены оптимальные условия иммобилизации реагента Арсеназо III на волокнистых сорбентах (ППА- 1, ППФ-1);

выявлены оптимальные условия образования комплексов с ионами ртути, кадмия, свинца с использованием волокнистых сорбентов (ППФ-1, ППА-1);

создан новый сорбционно-фотометрический метод с использованием иммобилизованного реагента арсеназо III для определения ионов ртути (II), свинца (II), кадмия (II) из объектов окружающей среды и доказано, что нижний предел обнаружения ионов металлов находится на уровне предельно допустимых концентраций и ниже;

разработанный метод сорбционно-фотометрического определения ионов кадмия, свинца, ртути применен к бинарным, тройным и более сложным смесям, а также реальным объектам при определении состава сточных и загрязненных вод, где приведенные относительные стандартные отклонения не превышают 0,12.

Достоверность полученных результатов обосновывается проведены математические расчеты результатов по общепринятым критериям, подтвержденные методами добавок, стандартных образцов, «введено-найденно», квантово-химическими методами и др. на реальных образцах природных и промышленных объектов и сравнением со стандартными образцами. Полученные результаты обработаны методами математической статистики.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования заключается в нахождении оптимальных условий иммобилизации органических реагентов на полимерные носители, ППФ и ППАснижении влияния мешающих ионов, а также улучшены аналитические и метрологические параметры определения ионов ртути, свинца, кадмия за счет иммобилизации реагента Арсеназо III.

Практическая значимость исследования заключается в том, что применении сорбционно-фотометрических методов определения ионов ртути, кадмия, свинца в анализе природных и промышленных объектов и служит для решения задач экоаналитической химии, планирования и организации системы чистого предприятия, не загрязняющего окружающую среду вредными и токсичными отходами.

Внедрение результатов исследований. На основании результатов, полученных при разработке нового сорбционно-фотометрического метода обнаружения и очистки ионов ртути (II), кадмия (II) и свинца (II) в промышленных сточных водах:

сорбционно-фотометрический метод определения ионов ртути (II) кадмия (II), свинца (II) с использованием иммобилизованных органических реагентов был введен в практику Алмалыкский ГМК (справка ГМК Алмалыка от 21 мая 2021 года № АА-20/23). Результаты дали возможность качественного и количественного мониторинга ионов свинца в сточных водах.

Государственного агентства по ветеринарии и развитию животноводства (справка №05/28-121 от 26 марта 2021 года «Государственного научного центра контроля качества и обращения ветеринарных препаратов и пищевых добавок Государственного агентства по ветеринарии и развитию животноводства»). Результате дала возможность определения ионов тяжелых и токсичных металлов в ветеринарных лекарственных средствах.

Апробация результатов исследования. Результаты данного исследования были освещены и обсуждены на 10, в том числе 3 международных и 7 республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. Опубликовано 18 научных работ по теме диссертации в рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан изданиях для публикации основных научных результатов докторских (PhD) диссертаций: 5 статей, в том числе 2 статьи в республиканском, 3 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 обоснована актуальность и необходимость темы диссертации, цели и задачи исследования, описаны объект и предмет исследования, указано соответствие приоритетным направлениям развития науки и технологии Республики Узбекистан, представлена научная новизна и практические результаты исследования, освещена теоретическая и практическая значимость полученных результатов, приведен перечень внедрения результатов исследования, информация об издании работы и структуре диссертации.

В первой главе диссертации **«Влияние ионов тяжелых металлов на организм человека и окружающую среду, как экологический фактор и методы определения ионов ртути, кадмия, свинца»** представлен анализ имеющихся данных о токсическом действии ионов свинца, кадмия и ртути на организм человека, о различных сорбентах и их преимуществах и недостатках, методах определения, характеристиках некоторых носителей, используемых для иммобилизации, использовании сорбентов, различающихся по своей природе, их применении в сорбционно-спектроскопических методах.

Изучены и проанализированы результаты обнаружения тяжелых и токсичных металлов в объектах окружающей среды с использованием иммобилизованных реагентов. Показано, что иммобилизация реагента арсеназо III на волокнистых сорбентах ПАН, синтезированных для обнаружения ионов свинца (II), кадмия (II) и ртути (II), не изучалась, и что и явилось целью данного исследования.

Во второй главе диссертации под названием **«Оборудование и реагенты, применяемые при определении ионов свинца, кадмия и ртути, способы приготовления растворов, синтез реагентов, волокнистые сорбенты»** представлены материалы, приборы и методы исследования, стандартные и рабочие растворы, используемые для определения ион ртути, свинца и кадмия, методы приготовления и стандартизации реагентов, методы приготовления буферных растворов. Приведены различные полимерные сорбенты и их статические обменные емкости, а также методики получения волокнистых сорбентов и условия реакции и их выбор.

В третьей главе диссертации **«Выбор оптимальных условий иммобилизации и условия комплексообразования ионов свинца (II), кадмия (II), ртути (II) с иммобилизованным реагента арсеназо III на волоконных сорбентах ППА-1 и ППФ-1»** найдены условия иммобилизации реагента арсеназо III на полимерных сорбентах ПАН модифицированных различными группами (ППА-1, ППФ-1) синтезированных из местного сырья. Иммобилизация органических реагентов в волокнистых сорбентах, сорбционные свойства, расчета и обработки полученных результатов изучены в данной главе. Оптимальные условия иммобилизации реагента на носителях приведены в таблице 1.

Таблица 1

Оптимальные условия Арсеназо III иммобилизации органического реагента ($m_H=0,2$ гр.)

Носитель	pH	Объем буферной смеси, мл	Максимальное поглощение, нм	Время иммобилизации, мин.
ППА-1	pH<4	5	490	4-5
ППФ-1	pH<4	5	540	4-5

Приведены сорбционные и десорбционные свойства, методы расчета и обработка полученных результатов иммобилизации органических реагентов в волокнистых сорбентах.

Найдены влияние длины волны поглощения света, кислотности раствора, буферного раствора и времени, концентрации металла на комплексообразование иммобилизованного органического реагента с ионами свинца, кадмия и ртути.

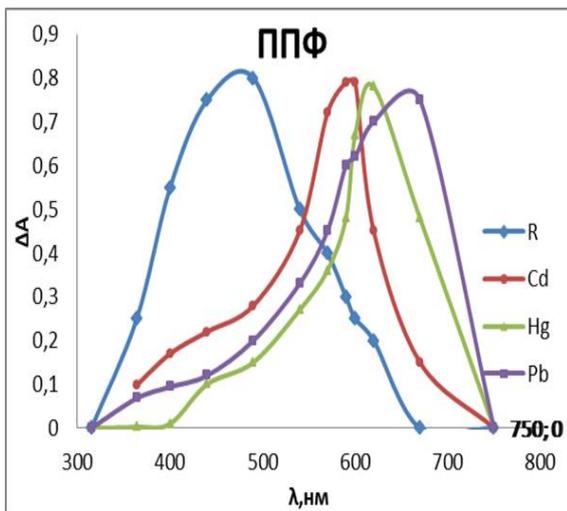


Рис.1. График зависимости оптической плотности ионов ртути (II) с Арсеназо III иммобилизованной на волокне ППФ-1 от длины волны [I=2, T=25 °C, m_{сорбент} =0,2000 г]

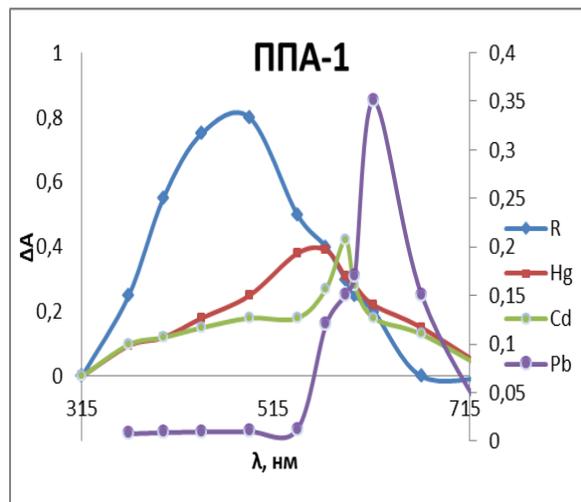


Рис.2. График зависимости оптической плотности ионов ртути (II) с Арсеназо III иммобилизованной на волокне ППФ-1 от длины волны [I=2, T=25 °C, m_{сорбент} =0,2000 г]

Найдены влияние длины волны поглощения света, кислотности раствора, буферного раствора и времени, концентрации металла на комплексобразование иммобилизованного органического реагента с ионами свинца, кадмия и ртути.

Таблица 2

Спектральные характеристики реагента Арсеназо III, иммобилизованного на сорбентах ППА-1 и ППФ-1, и его образование с ионами металлов арсеназо III и комплекса с Me^{2+} иммобилизованным реагентом

ППА 1						
R	ИМР+Hg	ИМР+Cd	ИМР+Pb	$\Delta\lambda_{Hg}$	$\Delta\lambda_{Cd}$	$\Delta\lambda_{Pb}$
490-670	570	590	620	80	100	130
pH	1-2	3-7,5	3-6			
ППФ-1						
R	ИМР+Hg	ИМР+Cd	ИМР+Pb	$\Delta\lambda_{Hg}$	$\Delta\lambda_{Cd}$	$\Delta\lambda_{Pb}$
540-670	620	600	670	80	60	130
pH	1-2	3-6	4-6			

Изучено влияние среды на иммобилизацию реагента арсеназо III на волокнистых сорбентах ППА-1 и ППФ-1 (рис. 3)

Из приведенных данных рис 3 видно, что удовлетворительные результаты могут быть получены при иммобилизации реагента на ППА-1 арсеназо III в диапазоне pH от 1-4 и для ППФ-1 в диапазоне pH 2-4. В последующих работах использовался буфер, который имел pH 4 для ППА 1, pH 5 для ППФ-1.

Анализ спектров поглощения и отражения реагента Арсеназо III показывает (рис. 1-2), что наблюдается аналогия в полученных спектрах.

Смещение максимумов поглощения на 10-20 нм связано с различной диссоциацией реагентов в разных средах. Для обнаружения ионов ртути, свинца и кадмия необходимо проводить реакцию в сильной и слабокислой среде, так как в других средах происходят необратимые процессы, в результате чего нет возможности получения необходимого аналитического сигнала.

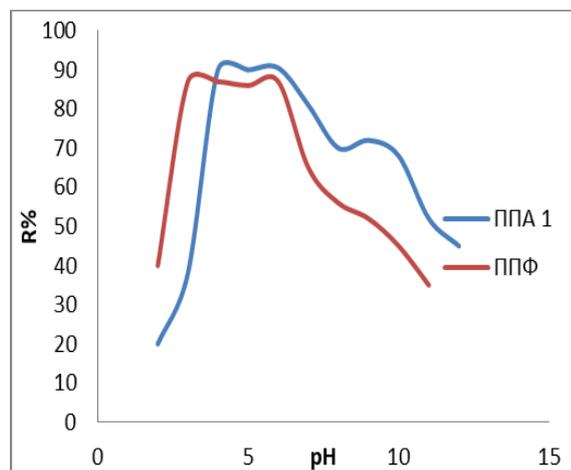


Рис. 3. График зависимости иммобилизации реагента от кислотности среды (универсальный буферный раствор)

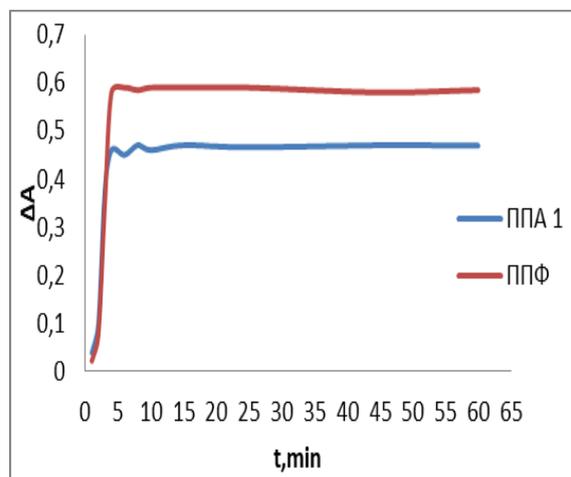


Рис.4. Зависимость аналитического сигнала от времени полной иммобилизации определения реагента арсеназо III

При изучении влияния различных ФАГ и ААГ исследуемого реагента Арсеназо III, установлено, что функционально активные группы сохраняют свои селективные свойства даже при иммобилизации органических реагентов на волокно ППА-1. Полученные результаты представлены в таблице 3,4.

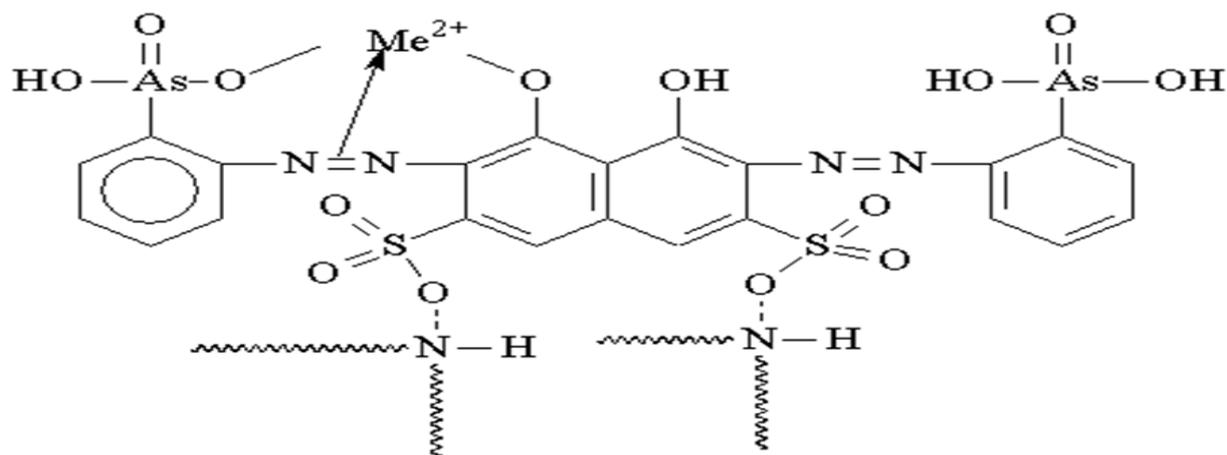
Таблица 3

Иммобилизация реагента Арсеназо III в волокне ППА-1 и характеристические частоты комплексообразования ионов металлов в ИК-спектрах (см⁻¹)

Функциональные группы	V _{ППА 1} , см ⁻¹	V _{ИМР} , см ⁻¹	V _{комплекс} см ⁻¹		
			V _{комплекс кс Cd} см ⁻¹	V _{комплекс Pb} см ⁻¹	V _{комплекс Hg} см ⁻¹
-ОН	2923	2981 2884	2943,5	2959,6	2981,5 2971,2
-N=	1655,3	1663,4	1661,2	1662,6	1619,7
-SO ₃ H	-	1356,4	-	-	1306,3
-C≡N	2239	2324,2	-	2113	2242
-COOH	1132	1159,4	1159	-	-
C-Cl	903,74	946,72	905,71	906,32	954,96
(НО) ₂ -	-	749,28	751,1	746,52	770,92
-OMe	-	-	667,81	613,21	825,23

На основании результатов ИК-спектроскопии составлены приближенные структурные формулы и строение комплексов свинца (II), кадмия (II) и ртути (II) с иммобилизованным арсеназо III.

В заключение выяснилось, что внешний вид комплекса выглядит следующим образом:



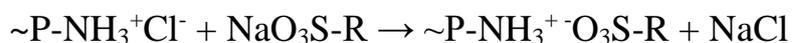
По результатам исследования и сравнения спектров нативного и иммобилизованного Арсеназо установлено, что функционально активные группы, отвечающие за комплексообразование сходны и сохраняют свою структуру в иммобилизованном состоянии.

Таблица 4

**Иммобилизация реагента Арсеназо III в волокне ППФ-1 и
характеристические частоты комплексообразования ионов металлов и
в ИК-спектрах (см⁻¹)**

Функциональные группы	V _{ППА 1} , см ⁻¹	V _{ИМР} , см ⁻¹	V _{комплекс} см ⁻¹		
			V _{комплекс Cd} см ⁻¹	V _{комплекс Pb} см ⁻¹	V _{комплекс Hg} см ⁻¹
-ОН	2924 2853,5	2983	2932,2	2939,4 3265,4	2981,5
-NH деформ	1643,3	1658,2	1662	1655,8	1649
-SO ₃ H	-	1379,2	1379,2	1375,2	1379,2
-C≡N	2242,2	2325,3 2078,5	-	2242,3	-
-C=O	-	1159,4	1159	-	-
C-Cl	973,92	-	973,73	909,72	907,07
O-As=	-	751,23	-	-	-
-OMe	-	-	538	478,4	550

Установлено, что сульфогруппа имеющаяся у арсеназо III, на исследованных реагирует с ионизированными аминогруппами полианионита ППА-1 и полиамфолита ППФ-1 по следующей схеме:



О протекании реакции по предложенной схеме свидетельствует сдвиг линий поглощения ИК-спектров в иммобилизованных системах, которые

относятся к ФФГ и иммобилизованным реагентам сорбентов, участвующих в этой реакции.

Исследована зависимость количества металла в комплексе, образованном иммобилизованным реагентом арсеназо III с ионами Hg^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} .

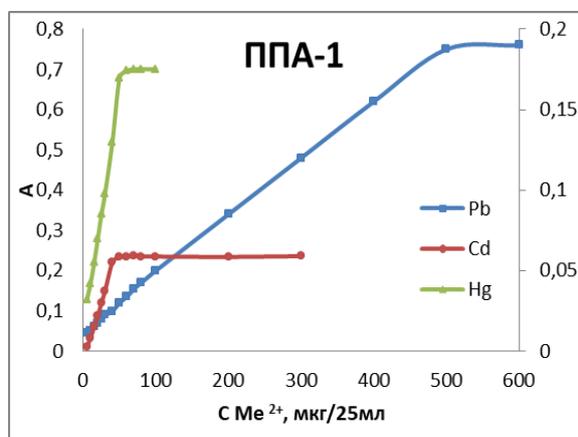


Рис.5. Зависимость от концентрации металла комплекса, образованного иммобилизованным (ППА-1) реагентом арсеназо III с ионами Hg^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+}

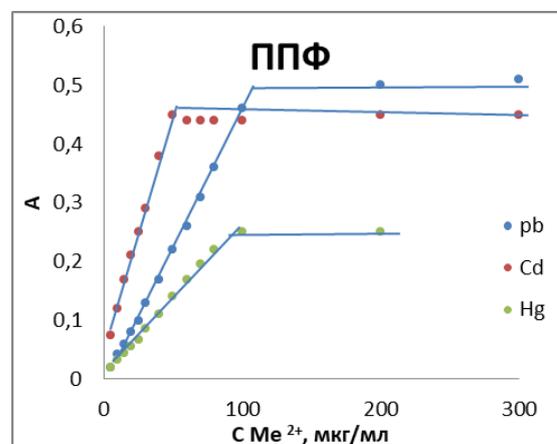


Рис.6. Зависимость от концентрации металла комплекса, образованного иммобилизованным (ППФ-1) реагентом арсеназо III с ионами Hg^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+}

Установлено, что ион Pb^{2+} с арсеназо III, иммобилизованным на волокнистый сорбент ППА-1, подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бера в интервале 100-500 мкг, Cd^{2+} в интервале концентраций 1-40 мкг, Hg^{2+} от 2 до 50 мкг.

Установлено, что комплексы Hg^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} с арсеназо III, иммобилизованным на сорбенте ППФ-1 подчиняются закону Бугера-Ламберта-Бера в интервале концентраций 10-100 мкг, 2-50 мкг, 10-200 мкг соответственно.

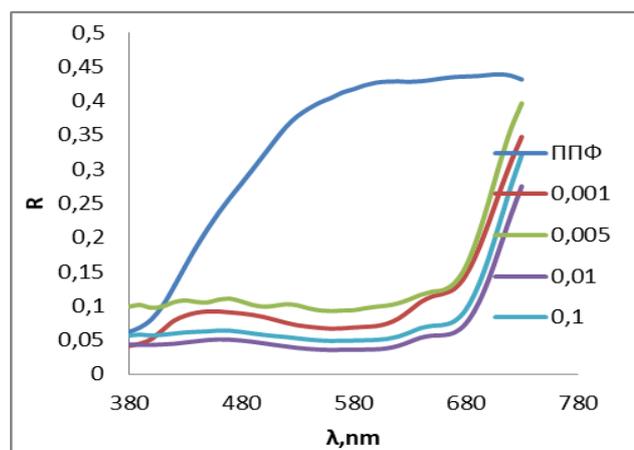


Рис.7. Зависимость концентрации иона свинца(II) от реакции комплексообразования

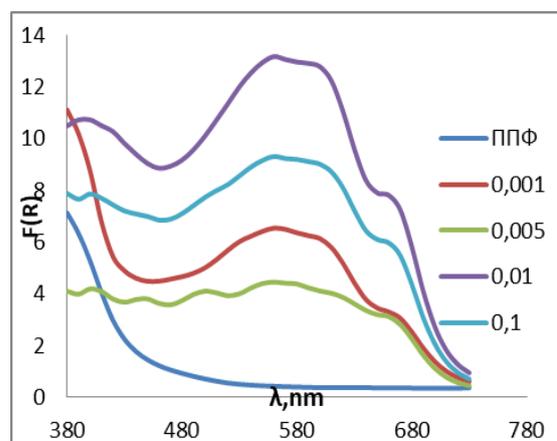


Рис.8. Зависимость аналитического сигнала от длина волны при различных концентрациях свинца(II)

Изучено изменение интенсивности комплексообразования реагента арсеназо III с Me^{2+} иммобилизованных на волокне ППА1 $l=1$, $\lambda_R=490$ нм, $\lambda_{имR+Hg}=570$ нм, $\lambda_{имR+Cd}=590$ нм, $\lambda_{имR+Pb}=570$ нм, универсальный буферный раствор для ртути рН=2, для кадмия 3-7,5, для свинца 3-6, для ППФ-1 $l=1$, $\lambda_R=540$ нм, $\lambda_{имR+Hg}=620$ нм, $\lambda_{имR+Cd}=600$ нм, $\lambda_{имR+Pb}=670$ нм, универсальный буферный раствор для ртути рН=2, для кадмия 3-7,5 свинца 4-6. Селективными матрицами для Арсеназо III являются ППА-1 и ППФ-1, сорбционная способность которых значительно выше, чем у полиакрилонитрильной матрицы.

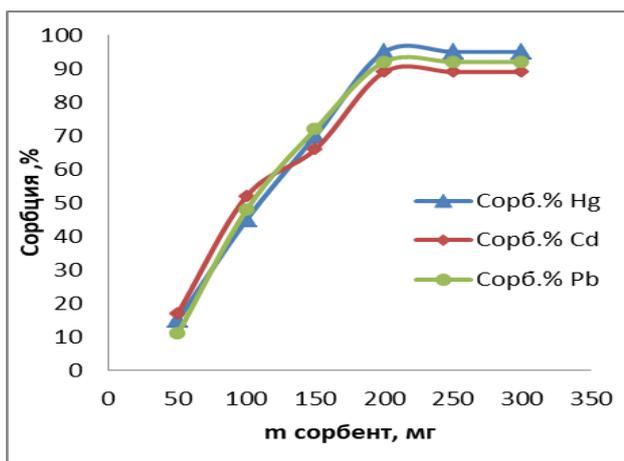


Рис.9. Зависимость скорости сорбции от массы сорбента

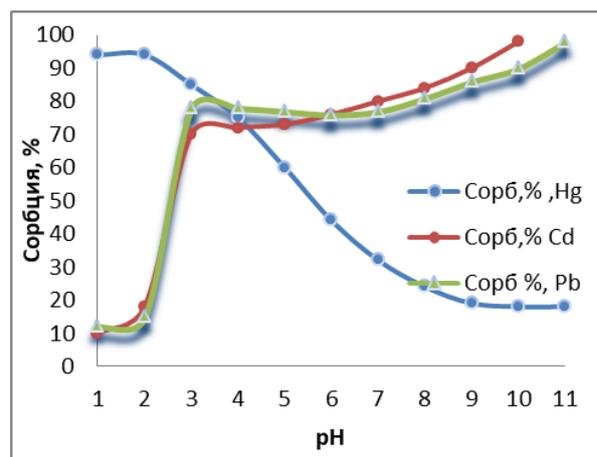


Рис.10. Зависимость степени сорбции реагента арсеназо III, иммобилизованного на волокне ППА 1 от рН среды.

Константы устойчивости комплексов металлов с арсеназо III, иммобилизованных на сорбентах ППА-1 и ППФ-1 с ионами свинца, кадмия и ртути определены методом Толмачева.

Таблица 5

Спектроскопические характеристики и условные константы устойчивости комплексов иммобилизованного Арсеназо III на ППА-1 с ионами Pb, Cd и Hg

Соотношение компонентов комплекса	молярное соотношение компонентов Me:R			$\epsilon_{ист} 10^6$	$K_{нест(MR)} * \beta k * 10^{-18}$	$K_{уст(MR)} * \beta k * 10^{19}$	$lg K_{уст(MR)} * lg \beta k$
	Метод изомерной серии	Метод Бабко	Метод Асмуса				
ППА-1							
Pb (II):ИМАр III	1:1	1:1	1:1	2,9	7,852	4,89	4,38
Cd (II): ИМАр III	1:1	1:1	1:1	4,11	57,26	0,4028	8,595
Hg(II): ИМАр III	1:1	1:1	1:1	4,85	19,54	2,4	6,54

Найден ряд возрастания константы устойчивости комплексных соединений в следующей последовательности $Hg > Pb > Cd$. Состав комплексного соединения определяли в растворе методами изомолярных серий насыщения, разбавления, Асмуса и Бабко.

Таблица 6

Спектроскопические характеристики и условные константы устойчивости комплексов иммобилизованного на ППА-1 реагента с ионами металлов

Соотношение компонентов комплекса	молярное соотношение компонентов Me:R			$\epsilon_{ист} \cdot 10^6$	$K_{нест(MR)} \cdot 10^{-18}$	$K_{уст(MR)} \cdot \beta_k \cdot 10^{19}$	$lgK_{уст}$
	метод изомолярной серии	Метод Бабко	Метод Асмуса				
ППА-1							
Hg(II):ИМАр III	1:1	1:1	1:1	5,69	8,096	1,23	20,29
Cd (II): ИМАр III	1:1	1:1	1:1	4,86	67,32	1,48	19,17
Pb ИМАр III	1:1	1:1	1:1	4,48	24,11	4,15	19,24

Для оценки точности разработанного метода были построены градуировочные графики в оптимизированных условиях определения ионов свинца, ртути и кадмия с использованием иммобилизованного Арсеназо III (рисунок 11-12).

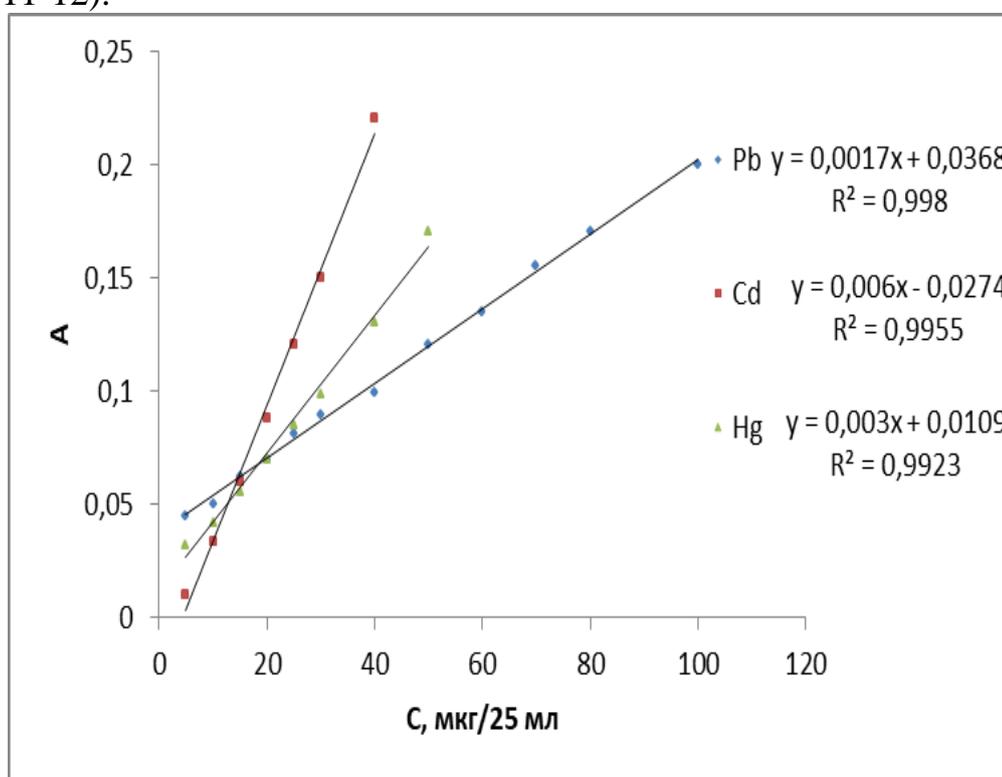


Рис. 11. Градуировочный график определения Pb, Cd и Hg с иммобилизованным Ар III на ППА-1

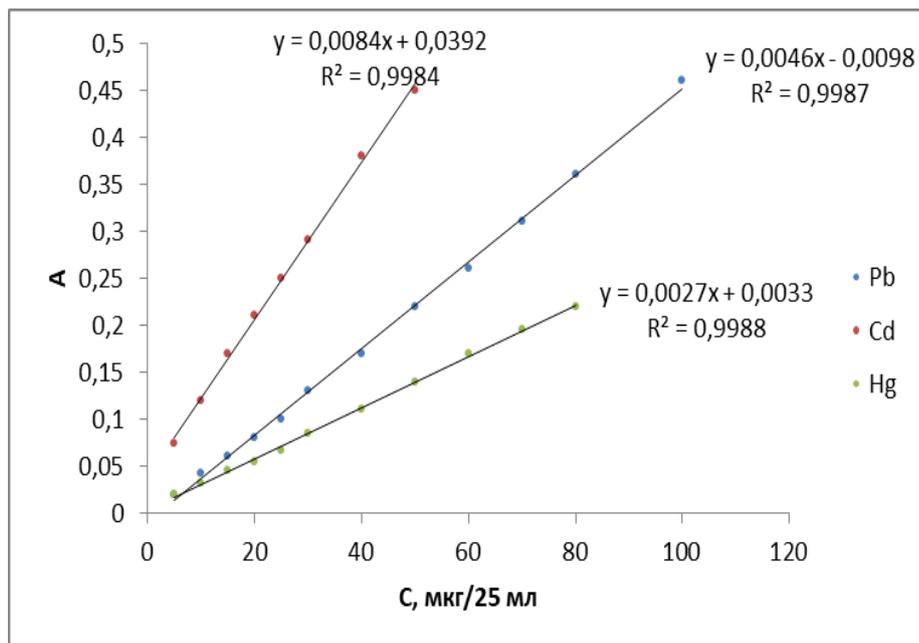


Рис.12. Градуировочный график определения Pb, Cd и Hg с иммобилизованным Ар III на ППФ-1

Из градуировочных графиков видно, что прямолинейная зависимость соответствует количествам 10-100 мкг для ППФ-1, 2-50 мкг для ртути для ППА -1, 2-50 мкг для кадмия для ППФ-1, 1-40 мкг для ППА-1, 10-200 мкг для свинца для ППФ-1, 100-500 мкг для ППА-1, что является достаточным для определения исследуемых ионов из объектов окружающей среды. Близость коэффициента корреляции к 1 доказывает высокую точность разработанного метода.

Для определения селективности разработанного метода исследовали влияние посторонних ионов, мешающих определению ионов металлов. При обнаружении ионов кадмия Fe^{3+} (1:2), Pb^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , J^- , $S_2O_3^{2-}$, F^- мешают, при количестве (1:1000) K^+ , Ca^{2+} не мешают определению.

Для определения ионов ртути Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Al^{3+} , SO_4^{2-} , содержащихся в воде не мешают даже в больших количествах. Было найдено, что ионы Cd^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , EDTA, тартрат аммония, цитрат мешают определению. Определенные ионы Cu^{2+} (1:1), NH_4^+ (1:1), Pb^{2+} (1:1), Ba^{2+} (1:10), I^- (1:5), NO_3^- (1:10), CH_3COO^- (1:250) в указанном количестве не обнаруживаются.

Для определения ионов свинца Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , Al^{3+} , SO_4^{2-} - не мешают даже в больших количествах. Было найдено, что ионы Cd^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , EDTA, тартрат аммония, цитрат, CN^- , SO_3^{2-} – в любых соотношениях мешают определению. Cu^{2+} (1:1), NH_4^+ (1:1), Ba^{2+} (1:10), I^- (1:5), NO_2^- (1:50), Cl^- (1:100), CH_3COO^- (1:250) мешают при превышении указанного количества. Мешающее влияние посторонних ионов устраняют с помощью маскирующих реагентов.

Селективность определения ионов кадмия, ртути и свинца была выше при сорбционно-фотометрическом методе, чем при фотометрическом методе, наблюдалась аналогия комплексообразования в реакциях на носителе и в

растворе. Железо и другие легко гидролизующиеся ионы маскируются ЭДТА и тартрат ионами.

В пятой главе диссертации «Аналитическое применение сорбционно-спектроскопических методов для определения разработанных ионов свинца, кадмия и ртути» представлены результаты, полученные при разработке сорбционно-фотометрических методов определения этих ионов. Эти методы использовались при анализе бинарных, тройных и более сложных модельных смесей и реальных объектов.

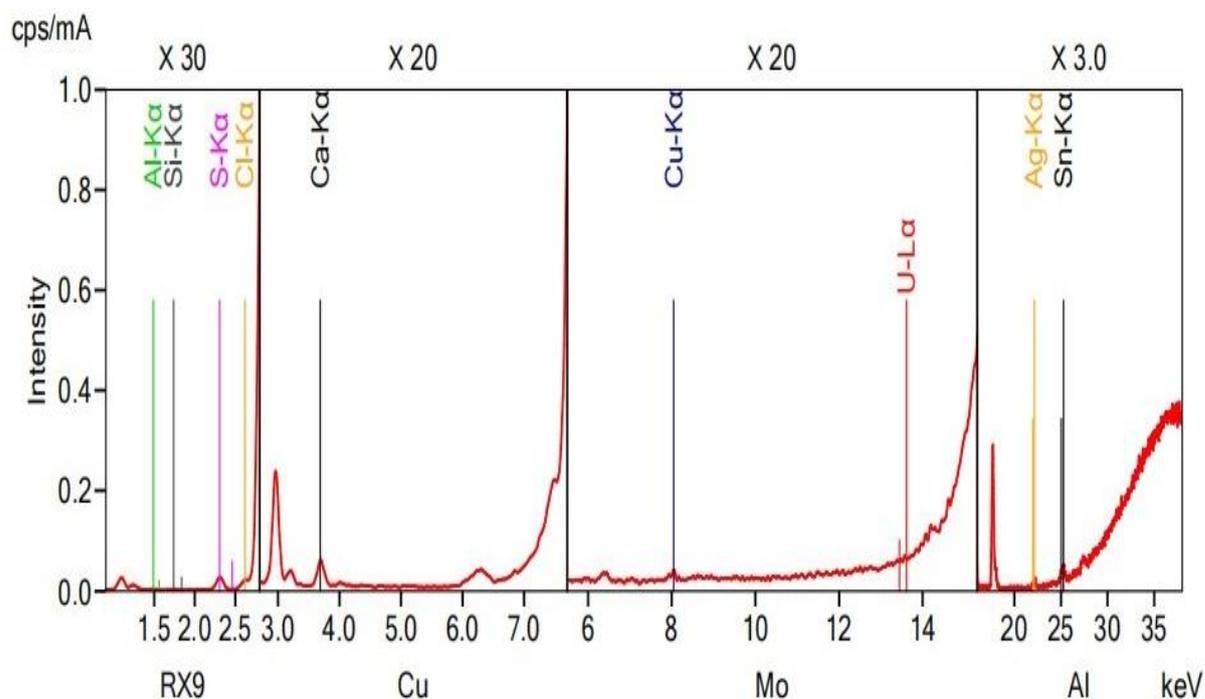
Для определения ионов кадмия (II), ртути (II) и свинца (II) в отдельных растворах использовали метод «введено-найденно», где полученные результаты соответствуют введенным количествам, относительное стандартное отклонение не превышает 0,12. Это свидетельствует о точности и хорошей воспроизводимости разработанных методик.

Результаты определения ионов свинца, кадмия и ртути в индивидуальных и искусственных смесях и реальных объектах приведены в таблицах 6 и 7.

Таблица 6

Результаты сорбцион-фотометрического определения иона кадмия с реагентом ИМАрIII (P=0,95)

Состав минеральной воды	Введено мг/см ³	ΔA	Найдено мг/см ³	S	Sr
Для Pb: pH=3-6, l=1, λ=620 нм, m=0,2000 г, универсальный буфер, V _R =10 мл					
Al(706), P(42,7), S(89,2) Cl(182), Ca(42,3)	5	0,185	5,2	0,190	0,019
Fe(17,3), Zn(1,47), Zr(1,47), Sr(1,86), Nb(1,63), Ag(5,55), Pb(16,5), Hf(6,14), Th(0,998)	10	0,257	9,92	0,182	0,007
Для Cd: pH=3-7,5, l=1, λ=590 нм, m=0,2000 г, универсальный буфер, V _R =10 мл					
Al(706), P(42,7), S(89,2) Cl(182), Ca(42,3)	10	0,300	10	0,220	0,025
Fe(17,3), Zn(1,47), Zr(1,47), Sr(1,86), Nb(1,63), Ag(5,55), Pb(16,5), Hf(6,14), Th(0,998)	15	0,447	14,97	0,340	0,002
Для Hg: pH=2, l=1, λ=570 нм, m=0,2000 г, универсальный буфер, V _R =10 мл					
Al(706), P(42,7), S(89,2) Cl(182), Ca(42,3)	5	0,360	4,98	0,02	0,002
Fe(17,3), Zn(1,47), Zr(1,47), Sr(1,86), Nb(1,63), Ag(5,55), Pb (16,5), Hf(6,14), Th(0,998)	10	0,450	9,97	0,01	0,0015



Сточные воды ООО «Bukhara cotton» были взяты на анализ и определено в нем содержание свинца. В сточных водах содержание свинца составляет 1,923 мг/л и при использовании разработанного метода доказано, что они способны концентрировать до 89,97% ионов свинца.

В результате экспериментов показано, что разработанные сорбционно-спектральные методы обнаружения ионов свинца, кадмия и ртути могут быть использованы при анализе реальных объектов.

Анализ показал, что Арсеназо III иммобилизованный на ППА-1 и ППФ-1 с адсорбирует ионы Рb до 89,4 % и 85,4 % соответственно.

Таблица 7

**Результаты сорбцион-фотометрического определения иона ртути в его растворах с реагентом ИМАрIII (P=0,95; n=5)
[pH=2, универсальный буферный раствор, m=0,2000 г, t=5-6 мин]**

Состав анализируемой смеси, мкг	Найденно Hg, мкг ($\bar{x} \pm \Delta x$)	S	S _r
Hg(1,0)+Pb(2,0)	0,98 ± 0,15	0,09	0,086
Hg(1,0)+Cd(10,0)	0,960 ± 0,223	0,09	0,099
Hg(2,0)+Fe(50,0)+Ni(50,0)	1,96 ± 0,18	0,16	0,081
Hg(1,0)+Cd(30,0)+Pb(5,0)+Cu(10,0)	1,00 ± 0,26	0,11	0,107
Hg(3,0)+Cu(20,0)+Cr(10,0)+Fe(15,0)	2,90 ± 0,29	0,25	0,086
Hg(0,5)+Cr(50,0)+Pb(1,0)+Cd(30,0)	0,480 ± 0,223	0,05	0,104
Hg(1,0)+K(30,0)+Pb(0,5)+Zn(10,0)+Cd(5,0)	1,14 ± 0,304	0,12	0,120

На основании полученных результатов разработанный метод рекомендован для анализа реальных объектов, относительное стандартное отклонение, не превышающее 0,12, свидетельствует о селективности и точности разработанного метода.

ВЫВОДЫ

1. Арсеназо III предложен в качестве аналитического реагента для иммобилизации на полимерных волокнах ППА-1 и ППФ-1 при определении ионов свинца, кадмия и ртути.

2. С помощью иммобилизованного Арсеназо III были выбраны оптимальные условия комплексообразования с ионами Pb, Cd, Hg структура и механизм которых найдены ИК-, рентгенофлуоресцентной, отражательной, электронной спектроскопией и вольтамперометрией. Состав комплекса на носителе был определен методами изомолярных серий, Асмуса, разбавления Бабко и составил $Me:ИмR=1:1$. Доказано, что разработанная методика высокочувствительна.

3. Комплексы Pb^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} с иммобилизованным арсеназо III на ППФ-подчиняются закону Ламберта-Бугера-Бера в интервале концентраций 10-200 мкг, 2-50 мкг, 10-100 мкг соответственно, на ППА-1 100-500 мкг, 1-40 мкг, 2-50 мкг соответственно.

4. Разработанный метод был сравнен с результатами фотометрического метода. Низкое влияние мешающих компонентов, экспрессность и устойчивость комплекса, устойчивость к солнечному свету и высоким температурам, возможность повторного применения сорбентов доказали, что он превосходит другие методы и был рекомендован для обнаружения ионов свинца, кадмия и ртути.

5. Разработанные сорбционно-фотометрические методики определения ионов Pb, Cd, Hg с иммобилизованным Арсеназо III рекомендованы для внедрения в Государственный научный центр контроля качества и обращения ветеринарных препаратов и пищевых добавок Государственного комитета ветеринарии и животноводства, а также в центральную аналитическую лабораторию АГМК.

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

TASHKENT STATE TECHNICAL UNIVERSITY

BOBOMURODOVA MUNOJAT SULTONMURODOVNA

**SORPTION-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF LEAD (II),
MERCURY (II) AND CADMIUM (II) IONS WITH IMMOBILIZED
ARSENAZO III**

**02.00.02 - Analytical chemistry
03.00.10 - Ecology**

**DOCTOR OF PHILOSOPHY IN CHEMISTRY (PhD)
DISSERTATION ABSTRACT**

Tashkent- 2022

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 B2021.2.PhD/K295.

The dissertation has been prepared at the Tashkent State Technical University
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 supervisors:

Smanova Zulaykho

doctor of chemical sciences, professor

Rakhimova Latofat

doctor of technical Sciences, docent

Official opponents:

Pulatov Khairulla

doctor of Chemistry, professor

Yakhshiyeva Zukhra

doctor of chemical sciences, docent

Leading organization:

Institute of General and Inorganic Chemistry

The defense of the dissertation will take place on «_____» _____ 2022 y in «_____» at the meeting of Scientific council DSc.03/30.12.2019.K.01.03 at the National University of Uzbekistan (Address: 100174, Tashkent, University 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 № ____ (Address: 100174, University 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 «_____» _____ 2022 year

Protocol at the register № _____ dated «_____» _____ 2022 year



Kh. Sharipov

Chairman of once-only Scientific Council for awarding the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences, Professor

D. Gafurova

Scientific Secretary of once-only Scientific Council for awarding the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences

N. Kutlimurotova

Chairman of once-only Scientific Seminar under Scientific Council for awarding the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences

INTRODUCTION (abstract of doctor of philosophy dissertation)

Purpose of research work is development of sorption-photometric methods for determination of mercury (II), cadmium (II), lead (II) ions, which have a negative influence on the environment.

The objects of research are waste and waste water of industrial enterprises, contaminated soil, drinking water.

Scientific novelty of the research work:

for the first time, immobilization mechanism of arsenazo III reagent to synthesized PPF and PPA-1 obtained from local raw materials and dependence of complex formation of those polymers with metal ions on location of functionally active groups, coordination number of metal ions and characteristics of ionic bonds were proved

the instability constants of the complexes were calculated and stability of sorbent complexes for PPF-1 and PPA-1 were increased in the row of $Pb > Hg > Cd$ and $Hg > Pb > Cd$ respectively;

the effect of extraneous cations and anions interfering on determination of mercury (II), cadmium (II), lead (II) ions by for the first time newly synthesized reagent of PPA-1 and PPF-1 immobilized with arsenazo III was revealed;

a new method was developed for sorption-photometric determination of mercury (II), cadmium (II), lead (II) in environmental objects by using the organic reagent of arsenazo III immobilized on PPF-1 and PPA-1 sorbents.

Implementation of research results. Based on the results of scientific research in the field of development of a new sorption-photometric method for detection and purification of mercury (II), cadmium (II) and lead (II) ions in industrial wastewater the following are implemented:

developed sorption-photometric method was implemented on Almalyk Mining and Metallurgical Combine (reference letter No. 20/23 from 21.05.2021 yy). As a result, the implemented sorption-photometric method made it possible to qualitatively and quantitatively determine the lead ion from wastewater.

developed sorption-photometric method was implemented on The State Committee for Veterinary Medicine and Livestock Development (reference letter No. 05/28-121 from 26.03.2021 yy). As a result, the implemented sorption-photometric method made it possible to determine heavy and toxic metal ions in veterinary medical products.

The structure and volume of dissertation. The dissertation work has been written in total 120 pages and it consists of introduction, 5 chapters, conclusions, list of used references and supporting information.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED

I бўлим (I часть; I part)

1. Бобомуродова М.С., Гулбоева Д.Р., Халилова Л.М., Сманова З.А. Иммуобилизованные органические реагенты для определения ионов ртути и свинца в объектах окружающей среды// Научный вестник СамГУ. Специальный выпуск. 2021. -С. 151-152. (02.00.02, № 9).

2. Бобомуродова М., Дониева К. Применение иммуобилизованного арсеназо III для сорбционно-фотометрического определения ртути// Вестник НУУз. 2021. -№ 3/2, -С. 244-249. (02.00.00, № 12).

3. Bobomurodova M.S., Ashirov M.A., Gafurova D.A., Shakhidova D.N., Khalilova L.M. Polymer Sorbents from Nitron Fiber Waste// NeuroQuantology. 2021. –V. 19 (7), -pp. 64-71. (DOI: 10.14704/nq. 2021.19.7. NQ21085 c) (Scopus IF-0,9).

4. Бобомуродова М.С., Сманова З.А. Разработка сорбционно-фотометрического определения ионов кадмия (II) с иммуобилизованным арсеназо III// Universum: Химия и Биология. 2021. -№ 12 (90), -С. 39-42. (02.00.02, № 2)

5. Бобомуродова М.С., Сманова З.А. Применение иммуобилизованного арсеназо III для сорбционно-фотометрического определения свинца// Universum: Химия и Биология. 2021. -№ 12 (90), -С. 43-47. (02.00.02, № 2)

II бўлим (II часть; II part)

6. Бобомуродова М.С., Рахимова Л.С., Сманова З.А. Применение иммуобилизованного арсеназо III для сорбционно-спектроскопического определения ртути// Ученый XXI века.2020, -№ 6-2(65), -С. 27-3.

7. Bobomurodova M.S., Smanova Z.A. Application of immobilized Arsenazo III for sorbtion determination of mercury// International Journal of medical science and clinical research studies. 2021. -V. 1, -№ 05, -pp. 91-96 (<https://doi.org/10.47191/ijmscrs/v1-i5-02>) (SJIF-5,276 (OAK 23))

8. Bobomurodova. M.S, Ermatova O.A., Smanova Z.A., Gofurova D.A., Shahidova. D.N. Development of a Sorption-spectroscopic Method for the Determination of Lead Ions by Immobilized Sulfarsarsen// Annals of R.S.C.B. 2021. -V. 25, -№ 3, -pp. 596-604

9. Smanova Z.A., Bobomurodova M.S. Application of immobilized xylenen orange for sorbtion–sorbtion fotometric determination of mercury// Science education. -V. 1, -№ 1, - pp. 90-96.

10. Бобомуродова М.С., Рахимова Л.С, Сманова З.А. Атроф-мухит объектлари таркибидаги баъзи оғир металл ионларини аниқлашнинг сорбцион-спектроскопик усулларини ишлаб чиқиш// Экология хабарномаси. 2021. -№ 4 (235), 18-20- б.

11. Бобомуродова М.С., Сманова З.А., Рахимова Л.С. Кадмий(II) ни иммобилланган арсеназо III билан аниқлашнинг методи// Республика илмий-техник анжумани: Маҳаллий хомашёлар ва иккиламчи ресурслар асосидаги инновацион технологиялар. -Урганч, 2021. 212-213 -б.

12. Бобомуродова М.С., Сманова З.А., Рахимова Л.С. Оғир ва захарли металлларни аниқлаш ва ажратишнинг янги кимёвий методларини ишлаб чиқишнинг экологик аҳамияти// Халқаро илмий техник анжуман: Инновацион техника ва технологияларнинг атроф-муҳит муҳофазаси соҳасидаги муаммо ва истиқболлари. -Тошкент, 2020. 305-308-б.

13. Бобомуродова М.С., Сманова З.А., Рахимова Л.С. Сорбционнo-фотометрические механизмы определения иммобилизованного Арсеназо III иона кадмия (II)// Республика илмий-техник анжумани: Замонавий органик кимёнинг долзарб муаммолари. -Қарши, 2021. -С 192-194.

14. Сманова З.А., Рахимова Л.С., Эрматова А.А. Қўрғошин(II) ионини сорбцион-фотометрик аниқлаш// Халқаро олимлар иштирокидаги Республика илмий-амалий анжуман: Кимё-технология фанларининг долзарб муаммолари. -Тошкент, 2021. 537-540- б.

15. Бобомуродова М.С., Сманова З.А., Рахимова Л.С. Маҳаллий сорбентлар асосидаги темир(II) ни сорбцион-фотометрик аниқлаш// Республика илмий-техник анжумани: Илм-фан ва таълимнинг ривожланиш истиқболлари. -Тошкент, 2020. 441-443- б.

16. Бобомуродова М.С., Рахимова Л.С. Кадмийни иммобилланган арсеназо III ёрдамида сорбцион-фотометрик аниқлаш механизми// Халқаро илмий-амалий конференция: Табиий фанлар соҳасидаги долзарб муаммолар ва инновацион технологиялар. -Тошкент, 2020. 479-482- б.

17. Бобомуродова М.С., Сманова З.А., Эрматова А.А. Разработка сорбционно-спектроскопического метода определения ионов свинца иммобилизованным сульфурсазеном// Республика илмий-техник анжумани: Табиий бирикмалардан саноат ва қишлоқ хўжалигида фойдаланиш истиқболлари. -Гулистон, 2021. 21-23- б

18. Bobomurodova M.S., Doniyeva K.E., Normatov B.R. Sorbtion-spectrometrical determination of mercury II ions by immobilization reagent 1-nitro-2-naphthol--3,6-ausulhoacid// Научный вестник СамГУ. 2021. международной конференции.- С 102.

Автореферат “Ўзбекистон кимё журнали” таҳририятида таҳрирдан ўтказилди
ва ўзбек, рус ва инглиз тилидаги матнларни мослиги текширилди.

Босишга рухсат этилди: 15.01.2022 йил.
Бичими 60x84 ¹/₁₆, «Times New Roman»
гарнитурда рақамли босма усулида босилди.
Шартли босма табағи: 2.75. Адади 100. Буюртма № 5.
Тел (99) 832 99 79; (97) 815 44 54.
Гувоҳнома reestr № 10-3279
“IMPRESS MEDIA” МЧЖ босмахонасида чоп этилган.
100031, Тошкент ш., Яккасарой тумани, Қушбеги кўчаси, 6-уй