

**O'ZBEKISTON MILLIY UNIVERSITETI HUZURIDAGI
ILMIY DARAJALAR BERUVCHI DSc.03/30.12.2019.K.01.03
RAQAMLI ILMIY KENGASH ASOSIDAGI BIR MARTALIK
ILMIY KENGASH**

**I. KARIMOV NOMIDAGI
TOSHKENT DAVLAT TEXNIKA UNIVERSITETI**

RAXMATULLAEVA NARGIZA TULKUNOVNA

**TEMIR VA SURMA ELEMENTLARINI TANLOVCHAN EKSTRAKSION
AJRATISH VA ULARNI TO'G'RIDAN-TO'G'RI ORGANIK FAZADA
GETEROSIKLIK AZOBIRIKMALARI BILAN FOTOMETRIK ANIKLASH
USULLARINI YARATISH**

**02.00.02 – Analitik kimyo
03.00.10 – Ekologiya**

**KIMYO FANLARI BO'YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD)
AVTOREFERATI**

Toshkent – 2023

**Kimyo fanlari bo‘yicha falsafa doktori (PhD) dissertasiyasi
avtoreferati mundarijasi**

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

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

Raxmatullaeva Nargiza Tulkunovna

Temir va surma elementlarini tanlovchan ekstraksion ajratish va ularni to‘g‘ridan-to‘g‘ri organik fazada geterosiklik azobirikmalari bilan fotometrik aniqlash usullarini yaratish.....3

Рахматуллаева Наргиза Тулкуновна

Создание методов селективного экстракционного разделения элементов железа и сурьмы и фотометрического обнаружения их гетероциклическими азосоединениями непосредственно в органической фазе..... 21

Rakhmatullaeva Nargiza Tulkunovna

Development of methods for selective extraction separation of iron and antimony elements and photometric detection of their heterocyclic azo compounds directly in the organic phase.....39

E‘lon qilingan ishlar ro‘yxati

Список опубликованных работ

List of published works.....42

**O'ZBEKISTON MILLIY UNIVERSITETI HUZURIDAGI ILMIY
DARAJALAR BERUVCHI DSc.03/30.12.2019.K.01.03
RAQAMLI ILMIY KENGASH ASOSIDAGI BIR MARTALIK
ILMIY KENGASH**

**I. KARIMOV NOMIDAGI
TOSHKENT DAVLAT TEXNIKA UNIVERSITETI**

RAXMATULLAEVA NARGIZA TULKUNOVNA

**TEMIR VA SURMA ELEMENTLARINI TANLOVCHAN EKSTRAKSION
AJRATISH VA ULARNI TO'G'RIDAN-TO'G'RI ORGANIK FAZADA
GETEROSIKLIK AZOBIRIKMALARI BILAN FOTOMETRIK ANIQLASH
USULLARINI YARATISH**

02.00.02 – Analitik kimyo

03.00.10 – Ekologiya

**KIMYO FANLARI BO'YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD)
AVTOREFERATI**

Toshkent – 2023

Falsafa doktori (PhD) dissertasiyasi mavzusi O'zbekiston Respublikasi Vazirlar Mahkamasi huzuridagi Oliy attestasiya komissiyasida B2022.3.PhD/K.531 raqam bilan ro'yxatga olingan.

Dissertasiya I.Karimov nomidagi Toshkent Davlat texnika universitetida bajarilgan.

Dissertasiya avtoreferati uch tilda (o'zbek, rus, ingliz (rezyume)) Ilmiy kengashning veb-saxifasi www.ik-kimyo.nuuz.uz va «ZiyoNet» Axborot-ta'lim portalida (www.ziynet.uz) joylashtirilgan.

Ilmiy rahbarlar:

Giyasov Anvar Sharipovich
kimyo fanlari nomzodi, dotsent

Raximova Latofat Sobirjonovna
texnika fanlari doktori, professor

Rasmiy opponentlar:

Turabov Nurmuxammad
kimyo fanlari nomzodi, professor

Muxamedov Qobiljon G'ofurovich
kimyo fanlari doktori, professor

Yetakchi tashkilot:

A.Sultonov nomidagi O'zbekiston kimyo-farmatsevtika ilmiy tadqiqot instituti

Dissertasiya himoyasi O'zbekiston Milliy universiteti huzuridagi Ilmiy darajalar beruvchi DSc.03/30.12.2019. K.01.03 raqamli Ilmiy kengash asosidagi bir martalik Ilmiy kengashning 2023 yil «15» 02 soat 11⁰⁰ dagi majlisida bo'lib o'tadi (Manzil: 100174, Toshkent, Universitet ko'chasi, 4-uy. Tel.: (+99871) 246-07-88, (+99871) 227-12-24, faks: (+99871) 246-53-21. e-mail: chem0102@mail.ru).

Dissertasiya bilan O'zbekiston Milliy universitetining Axborot-resurs markazida tanishish mumkin (№29 raqami bilan ro'yxatga olingan). (Manzil: 100174, Toshkent, Universitet ko'chasi, 4-uy. Tel.: (+99871) 246-07-88, (+99871) 227-12-24, faks: (+99824) 246-53-21. e-mail: chem0102@mail.ru).

Dissertasiya avtoreferati «9» qablan 2023 yilda tarqatilgan.

(2023 yil «06» 02 dagi № 1 raqamli reestri bayonnomasi)



Z.A.Smanova
Ilmiy darajalar beruvchi
bir martalik Ilmiy kengash raisi
k.f.d., professor

M.A.Maxkamov
Ilmiy darajalar beruvchi bir martalik
Ilmiy kengash ilmiy kotibi,
k.f.d., professor

N.X.Qutlimorodova
Ilmiy darajalar beruvchi bir martalik
Ilmiy kengash qoshidagi ilmiy seminar
raisi, k.f.d., professor v.b

KIRISH (falsafa doktori (PhD) dissertatsiya annotatsiyasi)

Tadqiqot mavzusining dolzarbligi va zaruriyati. So‘nggi yillarda dunyoda aholi va ishlab chiqarish korxonalarini sonining o‘ssishi, atrof muhitga texnologiya ta’sirlarining kuchayishi natijasida yer yuzidagi ekologik holatning yomonlashuvini global muammoga aylanishiga olib keldi. Ushbu muammoning yechimi nafaqat xom ashyoni va chiqindilarni kompleks qayta ishlash, shuningdek atrof muhitga chiqayotgan zararli kimyoviy elementlar manbalarini hamda ularning migratsiyasi mexanizmini o‘z vaqtida aniqlash, ya’ni ekologik monitoring hisoblanadi. Shuning uchun ham zamonaviy analitik usullardan foydalangan holda zararli kimyoviy elementlarning samarali ekologik monitoring tizimini yaratish hozirgi vaqtdagi muhim amaliy ahamiyatga ega vazifalardan biridir.

Bugungi kunda dunyo olimlari tomonidan analitik kimyo usullaridan foydalangan holda atrof muhitdagi kimyoviy elementlar miqdorini tezlik va yuqori aniqlik bilan analiz qilish sohasidagi tadqiqotlarga e’tibor katta. So‘nggi vaqtlarda ekologik ob’yektlardagi kimyoviy elementlar miqdorini, jumladan metall ionlarini yuqori samara bilan aniqlashda ekstraksiya-fotometrik usulning ahamiyati o‘shirib bormoqda. Chunki, ushbu usul murakkab tarkibga ega eritmalardan kerakli element va ionlarni tanlab ajratib olish va spetsifik bo‘yoqlar yordamida fotometrik aniqlashga asoslangani uchun ham uning aniqlik darajasi yuqori bo‘lib, bu sohada yangi tanlovchan ekstragentlar va kompleks hosil qiluvchi bo‘yoqlarni aniqlash muhim ahamiyatga ega.

Respublikamizda ham kimyoviy elementlarni ekstraksiya-fotometrik aniqlashning yangi usullarini yaratish bilan bir qatorda ma’lum usullarni takomillashtirish orqali ularning tanlovchanligi hamda, sezgirlikni oshirish borasida ilmiy tadqiqot ishlari olib borilmoqda. Jumladan, atrof-muhit muhofazasiga e’tiborning kuchayishi munosabati bilan metall ionlarini murakkab tarkibli eritmalardan ekstraksiya qilib ajratib olish hamda, ular miqdorini fotometrik aniqlash hamda uchun turli acocli bo‘yoqlar (AB), geterosiklik azobo‘yoqlar (GAB) va boshqa organik bo‘yoqlarni qo‘llash bo‘yicha izlanishlar olib borilib, yangi usullar ishlab chiqarilmoqda. Ularni sanoat korxonalarini, sanitariya-epidemiologik hamda ekologik laboratoriyalarida qo‘llashga joriy qilish bo‘yicha ishlar amalga oshirilmoqda. O‘zbekiston Respublikasining 2022-2026 yillarga mo‘ljallangan yangi O‘zbekistonning taraqqiyot strategiyasida «Atrof muhitning ifloslanish darajasini baholash mexanizmlarini takomillashtirish, atrof muhitni kuzatish, uning ifloslanish darajasini prognoz qilish, davlat ekologik nazoratini doimiy axborot bilan ta’minlash, ifloslantiruvchi manbalarning holati va atrof muhitga ta’siri ustidan monitoringni amalga oshirish» vazifalari belgilab berilgan¹. Bu borada, materiallarning sifatini hamda tozalik darajasini nazorat qilish, atrof-muhit ob’yektlarining monitoringini olib borish uchun ekstraksiya-fotometrik usulda tanlovchanligi yuqori bo‘lgan azobo‘yoqlar yordamida metall ionlarini aniqlash muhim ahamiyat kasb etadi.

¹ “O‘zbekiston Respublikasining 2022-2026 yillarga mo‘ljallangan yangi O‘zbekistonning taraqqiyot strategiyasi to‘g‘risida” O‘zbekiston Respublikasi Prezidentining PF-60 2022 yil 28 yanvarda chiqarilgan Farmoni

O‘zbekiston Respublikasi Prezidentining 2022 yil 28 yanvardagi PF-60-son «Yangi O‘zbekistonning taraqqiyot strategiyasi to‘g‘risida», 2019 yil 30 oktyabrdagi PF-5863-son «2030 yilgacha bo‘lgan davrda O‘zbekiston Respublikasining atrof-muhitni muhofaza qilish konsepsiyasini tasdiqlash to‘g‘risida», 2018 yil 25 oktyabrdagi PQ-3983-sonli «O‘zbekiston Respublikasida kimyo sanoatini jadal rivojlantirish chora-tadbirlari to‘g‘risida»gi Qarori, 2019 yil 3 apreldagi PQ-3983-sonli hamda, «Kimyo sanoatini yanada isloh qilish va uning investitsiyaviy jozibadorligini oshirish chora-tadbirlari to‘g‘risida»gi Qarorlarida shuningdek, mazkur faoliyatga tegishli boshqa me‘yoriy huquqiy hujjatlarda belgilangan vazifalarni amalga oshirishda ushbu dissertasiya tadqiqoti muayyan darajada xizmat qiladi.

Tadqiqotning respublika fan va texnologiyalarni rivojlanishning ustivor yo‘nalishlariga bog‘liqligi. Mazkur tadqiqot “ Respublikada fan va texnologiyalarni rivojlanish” bo‘yicha “Qishloq xo‘jaligi, biotexnologiya, ekologiya va atrof-muhit muhofazaci” uctuvor yo‘nalishlariga muvofiq bajarilgan.

Muammoning o‘rganilganlik darajasi. Temir (III) ionini elektrolitlardan rodanidli kompleks ko‘rinishda ekstraksion-fotometrik aniqlash bo‘yicha M.Ziegler, A.B.Shehata, J.A.Rani, B.K.Deshmukh, C.Xiangbin, M.L.Perez, M.J.Sanchez, A.Francisco, F.M.Garcia va boshqalar olimlar turli ekstragentlarni qo‘llab, muhim natijalar olishgan. Temir (III) ionini spektrofotometrik aniqlash bo‘yicha F.Wenhuan, W.Shaozu, M.L.Fernandez-de Cordova, A.Ruiz-Medina, A.Molina-Diaz kabi olimlarning chuqur izlanishlar olib borishgan bo‘lib, ular tomonidan yangi yuqori sezgir usullar taklif qilingan. Surma (V) ionini rangli ichki kompleks birikma hosil qilishga asoslangan usullarni tadqiq etish bo‘yicha D.B.Thorburn, D.Chimpalee, H.J.Bullick, I.Nemcova, P.Rychlovsky, M.Havelcova va boshqa olimlar izlanishlar olib borishgan. Organik bo‘yoqlar yordamida suyuq-suyuq, spektroskopik va atom-absorbsion usullarni ishlab chiqishda Yu.A.Zolotov, S.B.Savvim, S.I.Gusev, G.Ivanchev, V.M.Ivanov, P.N.Nesterenko, P.I.Lobanov, M.I.Bulatov, A.I.Busev, B.Z.Iofa, L.A.Gigoryan kabi olimlarning hissasi katta bo‘lib, ular tomonidan ishlab chiqilgan usullar sezgirligi va ishonchligi bilan ajralib turadi.

O‘zbekictonda ham nodir va boshqa metallarni ajratish va aniqlash bo‘yicha mamlakatimizda analitik kimyo maktabini yaratgan olim akademik Sh.T.Tolipov hamda professorlar R.X.Djiyanbaeva, E.Abduraxmonov, K.Z.Raxmatullaev, B.G.Zokirov, B.D.Kabulov, I.P.Shecterova, A.M.Nacimov, A.M.Gevorgan, Z.A.Smanova, N.T.Turabov, A.Sh.Giyasov va boshqalar chuqur ilmiy tadqiqotlar olib borishgan bo‘lib, sohaning rivojiga ularning qo‘shgan xissalari beqiyosdir.

Yuqorida keltirib o‘tilganidek, metall ionlari, jumladan temir va surma ionlarini turli analitik usullar yordamida aniqlash ustida chuqur izlanishlar olib borilgan. Lekin, shunga qaramay ekologik ob‘yektlar tarkibidagi ionlar miqdorini aniqlash bo‘yicha samarali va sezgir usullar yaratish bo‘yicha xanuzgacha yetarli tadqiqotlar amalga oshirilmagan. Shuning uchun ham ushbu tadqiqot ishi ekologik ob‘yektlardagi temir va surma ionlarini organik fazada to‘g‘ridan-to‘g‘ri ajratib olish hamda turli azobo‘yoqlar (PAN, PAAK, PAAF) yordamida ekstraksion-fotometrik aniqlash usullarini yaratishga qaratilgan.

Tadqiqotning dissertatsiya bajarilgan oliy ta'lim muassasasining ilmiy-tadqiqot ishlari rejalari bilan bog'liqligi. Dissertatsiya tadqiqoti Toshkent davlat texnika universitetining ilmiy tadqiqot rejasiga muvofiq № YOOT-Ftex-2018-208 "Temir va surma elementlarini tanlovchan ekstraksiyon ajratish va ularni to'g'ridan-to'g'ri organik fazada geterosiklik azobirikmalari bilan fotometrik aniqlash usullarini yaratish" (2020-2021 yillar) va № PQ-20170927346 "Oqova suvlarni tozalash uchun polikondensatsion turdagi yangi ion almashinuvchi polimer olish texnologiyasini yaratish" (2018-2020 yillar) mavzusidagi fundamental va amaliy loyihalar doirasida bajarilgan.

Tadqiqotning maqsadi temir va surma elementlarini tanlovchan ekstraksiyon ajratish va ularni to'g'ridan-to'g'ri organik fazada geterosiklik azobirikmalari bilan fotometrik aniqlash usullarini yaratishdan iborat.

Tadqiqotning vazifalari:

temir (III) va surma (V) ionlarini inert organik erituvchilarga tanlovchan ekstraksiyalanishining optimal sharoitlarini va mexanizmlarini o'rganish;

temir (III) va surma (V) ionlarini azobo'yoqlar bilan organik fazada tanlovchan kompleks hosil qilish sharoitini o'rganish va ularning struktura tuzilishini IQ – spertroskopik usullar bilan tasdiqlash;

temir (III) va surma (V) ionlarini aniqlashda tashqi ionlarning ta'sirini o'rganish;

olingan natijalar asosida temir (III) va surma (V) ionlarining yangi, yuqori tanlovchan, sezgir va sodda bo'lgan tezkor ekstraksiyon-fotometrik aniqlash usulini yaratish;

ekstraksiyon-fotometrik usulning ekologik ob'yektlardagi ahamiyatini o'rganish, hamda suv havzalari va sanoat oqova suvlaridagi temir (III) va surma (V) ionlari miqdorlariga ekologik jihatdan baho berish;

yaratilgan tanlovchan, sezgir, ekstraksiyon-fotometrik aniqlash usullarini amaliyotga joriy qilish sohasini aniqlash.

Tadqiqotning ob'ekti ishlab chiqarish korxonalarining texnologik eritmalari va oqova suvlari, tog' jinslari, ruda, konsentrat, qotishmalar va boshqa murakkab tarkibli bo'lgan namunalar hisoblanadi.

Tadqiqotning predmeti temir va surma ionlarini tanlovchan ekstraksiyon ajratish va organik fazada to'g'ridan-to'g'ri yondosh elementlardan ajratmasdan geterosiklik azobo'yoqlar yordamida aniqlash usullarini yaratishdan iborat.

Tadqiqotning usullari. Dissertatsiya ishini bajarishda optik (IQ-spektroskopik, ekstraksiyon-spektroskopik, molekulyar-absorbsion, atom-absorbsion), elektrokimyoviy, matematik-statik hisoblash usullari, usullardan foydalanilganligi bilan asoslangan.

Tadqiqotning ilmiy yangiligi quyidagilardan iborat:

ilk marta temir (III) va surma (V) ionlarini inert organik erituvchilarga tanlovchan ekstraksiyalanishning optimal sharoitlari topilgan va gidrat-solvat mexanizmi asosida tanlovchan ekstraksiyalanishi ko'rsatib berilgan;

temir (III) va surma (V) ionlarini organik fazada geterosiklik azobo'yoqlar bilan kompleks hosil qilishining optimal sharoitlari aniqlangan;

ilk bor temir (III) va surma (V) elementlari uchun yangi, tanlovchan, sezgir, tezkor va sodda bo'lgan ekstraksiyon-fotometrik aniqlash usullari yaratilgan;

temir (III) va surma (V) ionlarining PAN, PAAF, PAAK azobo‘yoqlari bilan hosil qilgan kompleks birikmalarning mikrostruktura tuzilishlari aniqlangan;

yangi yaratilgan ekstraksion-fotometrik usul ishlab chiqarish oqova suvlari tarkibidagi temir (III) va surma (V) ionlarini tezkorlik bilan aniqlash mumkinligi isbotlangan;

suv havzalari va sanoat oqova suvlari tarkibidagi temir (III) va surma (V) ionlari miqdorlariga ekologik baho berilgan.

Tadqiqotning amaliy natijalari quyidagilardan iborat:

temir (III) va surma (V) ionlari uchun yaratilgan yangi, tanlovchan, tezkor va sodda bo‘lgan ekstraksion-fotometrik aniqlash usullari tarkibi murakkab bo‘lgan sanoat va geologik namunalarda yondosh elementlardan ajratmasdan, to‘g‘ridan-to‘g‘ri aniqlash imkoniyati ko‘rsatib berilgan;

mavjud bo‘lgan o‘ta sezgir, lekin tanlovchan bo‘lmagan organik reagentlar yordamida temir (III) va surma (V) ionlari uchun tanlovchan, o‘ta sezgir, tezkor va sodda bo‘lgan yangi ekstraksion-fotometrik aniqlash usullarini yaratilgan.

Tadqiqot natijalarining ishonchliligi. IQ-spektroskopiya, ekstraksion-spektroskopiya, fotometriya, elektrokimyoviy, spektrofotometriya usullaridan foydalanilgan. Olingan natijalar «kiritildi-topildi», «qo‘shimchalar qo‘shish» va standart namunalarga solishtirish usullari bilan matematik-statik hisoblashlar olib borilganligi, atrof-muhit ob‘yektlarining analizi klassik metodlari bilan solishtirilganligi bilan asoslangan.

Tadqiqot natijalarining ilmiy va amaliy ahamiyati. Tadqiqot natijalarining ilmiy ahamiyati temir (III) va surma (V) ionlarining inert organik erituvchilarga tanlovchan ekstraksiyalanish optimal sharoitlari, organik fazada azobo‘yoqlar bilan kompleks hosil qilish sharoitlari topilganligi va kompleks birikmalarning asosiy spektrofotometrik tavsifi o‘rganilganligi bilan asoslanadi.

Tadqiqot natijalarining amaliy ahamiyati o‘zining yuqori tanlovchanligi, sezgirligi, ekspressligi va ishonchliligi bilan farq qiluvchi temir va surmaning yangi selektiv aniqlash usullari yaratilganligi va ularning amaliyotda ilmiy tadqiqot va sanoat ob‘yektlari analizida qo‘llanilishi ekoanalitik kimyoning muammolarini yechishga xizmat qiladi.

Tadqiqot natijalarini joriy qilinishi. Azobo‘yoqlar yordamida temir va surma ionlarini aniqlash bo‘yicha olingan ilmiy natijalar asosida:

ishlab chiqilgan yangi ekstraksion-fotometrik aniqlash usullari “Toshkent shahar suv ta‘minoti” MCHJ ning “Boz-su” suv olish inshootidagi shahar suv tarmoqlari laboratoriyalarida azobo‘yoqlar yordamida aniqlash uchun amaliyotga joriy qilingan (O‘zsuvta‘minot AJ ning 2022 yil 13 apreldagi 2/8-919-sonli ma‘lumotnomasi). Natijada, korxonada laboratoriyasida temir (III) va surma (V) ionlarini ko‘rsatkichlarini yaratilgan usul yordamida tezkor aniqlash mumkinligi ko‘rsatib berilgan;

ishlab chiqilgan fotometrik usul Olmaliq KMK amaliyotiga joriy qilingan (Olmaliq KMK ning 2022 yil 25 oktyabrdagi AA-007115-son ma‘lumotnomasi).

Natijada, ruda, kek va konsentratlarda temir va surma ionlarini tindirish, ajratish va organik fazada azobo‘yoqlar yordamida fotometrik aniqlash imkonini bergan.

Tadqiqot natijalarining aprobasiyasi. Ushbu tadqiqot natijalari 6 ta ilmiy maqolalarda, shulardan 2 ta xalqaro, 4 ta respublika miqyosidagi ilmiy-amaliy anjumanlarda muhokama etilgan.

Tadqiqot natijalarini chop etish. Dissertasiya mavzusi bo‘yicha 13 ta ilmiy ish chop etilgan, O‘zbekiston Respublikasi Oliy attestasiya komissiyasi tomonidan chop etish tavsiya etilgan jurnallarda 4 ta maqola, jumladan 2 tasi respublika va 2 tasi xorijiy jurnallarda nashr etilgan.

Dissertasiyaning tuzilishi va hajmi. Dissertasiya tarkibi kirish, uchta bob, xulosa, foydalanilgan adabiyotlar ro‘yxati va ilovalardan iborat bo‘lib, dissertasiya 120 betni tashkil etadi².

DISSERTATSIYANING ASOSIY MAZMUNI

Kirish qismida dissertasiya mavzusining dolzabligi, maqsadi va vazifalarining zaruratlari, sinov ob‘ektlari va predmeti tavsiflangan. Dissertasiya mavzusi O‘zbekiston Respublikasida fan va texnologiya bo‘yicha rivojlanishining ustivor yo‘nalishiga mosligi ko‘rsatilgan, ilmiy yangiliklar va izlanishlarning amaliy natijalari keltirilgan, olingan natijalarning nazariy va amaliy ahamiyatlari yoritib berilgan, sinov natijalarining amaliyotda tadbqiq qilinganligi, ishning chop etilganligi va dissertasiyaning tarkibi keltirilgan.

Dissertasiyaning “**Temir va surma elementlarini fotometrik va ekstraksiyon-fotometrik aniqlash usullari**” nomli **birinchi bobida**, temir va surma ionlarini ajratish va aniqlash bo‘yicha ilmiy adabiyotlarda ma‘lumotlar keltirilgan. Bundan tashqari asosli va azo organik reagentlarning analitik tavsiflari, temir va surma ionlarining ekstraksiyon ajratish va aniqlashda ekstragent va azobo‘yoqlarning spektrofotometrik tavsiflari keltirilgan. Temir va surma ionlarini azobo‘yoqlar bilan kompleks hosil qilish sharoitlari asosan suvli fazalarda o‘rganilganligi aniqlangan.

Dissertasiya ishining “**Temir va surma ionlarini ekstraksiyanishi va ularning organik fazada kompleks hosil qilish bo‘yicha spektrofotometrik izlanish olib borish**” nomli **ikkinchi bobida** temir va surma ionlarini ekstraksiyon ajratish va aniqlash, hamda ularni to‘g‘ridan-to‘g‘ri organik fazada azobo‘yoqlari bilan kompleks hosil qilish bo‘yicha spektrofotometrik izlanishlar olib borilganligi keltirilgan. Temir va surma ionlarining organik fazada azobo‘yoqlar bilan hosil qilgan kompleks birikmalarning tarkibi, zaryadi va mikrostrukturalarining tuzilishi, ularning toza eritmalarda aniqlash usullari, tashqi ionlarning ta’siri o‘rganilgan.

Izlanishlar shuni ko‘rsatadiki, agar temir va surma ionlarini kislotali muhit, galogenid ionlari (Cl-, Br-) va dimetilformamid (DMFA) ishtirokida organik erituvchilarga ekstraksiyalab, organik fazada yuqorida keltirilgan organik

² Muallif, temir (III) va surma (V) ionlarini azobo‘yoqlar bilan ekstraksiyon-fotometrik aniqlash usulini yaratish bo‘yicha tadqiqotlar olib borishda bergan maslahatlari uchun dosent A.Sh.Giyasovga va professor L.S.Raximovalarga minnatdorchilik bildiradi.

reagentlarni qo‘shib, ma’lum sharoitda kompleks hosil qilsak, yaratilgan aniqlash usulining tanlovchanligi shuncha yuqori bo‘lishi ko‘rsatib berilgan.

Temir (III) ionini 5,6 g-ion/l va undan yuqori bo‘lgan vodorod-ioni, 6,6 g-ion/l va undan yuqori bo‘lgan xlorid-ioni (yoki bromid-ioni) va 30-45 % (hajm bo‘yicha) DMFA ishtirokida xloroformga amaliy jihatdan to‘liq ekstraksiyalanadi. Xloroformli (yoki benzolli) ekstraktga xloroform (yoki benzol) da eritilgan PAN, pH 4-8 bo‘lgan bufer aralashma qo‘shib, 30-40 sekund chayqatilsa, organik fazada temir (III) ionini azoreagent PAN bilan rangli kompleks birikma hosil qilgan.

Surma (V) ionini 0,3-3,0 M sulfat kislota, 0,6-5,0 M xlorid ionini va 18-22 % (hajm bo‘yicha) DMFA ishtirokida benzolga (yoki xloroformga) amaliy jihatdan to‘liq ekstraksiyalanadi. Benzolli (yoki xloroformli) ekstraktga benzolda (yoki xloroformda) eritilgan PAN va tarkibida sulfat kislota, yodid ionini, tiomochevina va DMFA bo‘lgan suvli eritma qo‘shib, 10-15 sekund chayqatilsa, organik fazada surma (III) ionini azoreagent PAN bilan rangli kompleks birikma hosil qiladi.

Temir va surma ionlarining xloroform va benzolga ekstraksiyalanishning optimal sharoitlari 1 va 2 – jadvalda keltirilgan.

1 -jadval

Temir (III) ionining xloroform va benzolga ekstraksiyalanishning optimal sharoitlari

Ekstragent	C_{H^+} , g-ion/l	Galogen ionlar (g)	S_g , g-ion/l	DMFA % hajm.	Ekstraksiyalash vaqti, sek.	$V_s:V_0$	Ekstraksiyalash darajasi, %
Xloroform	5,6 va undan yuqori	Cl^-	6,0 va yuqori	30-45	10-15	3:1	99,9
Xloroform	4 va yuqori	Br^-	4 va yuqori	25-40	10-15	3:1	99,9
Benzol	6,6 va yuqori	Cl^-	6,6 va yuqori	30-45	10-15	1:1	99,9
Benzol	4 va yuqori	Br^-	4 va yuqori	25-40	10-15	1:1	99,9
Xloroform	2 va yuqori	Rodanid	0,3 va yuqori	10-25	10-15	3:1	99,9
Benzol	1,5 va yuqori	Rodanid	0,2 va yuqori	5-30	10-15	1:1	99,9

Tajribalar shuni ko‘rsatdiki, surma (III) ionini PAN azobo‘yog‘i bilan organik fazada kompleks hosil qilish optimal sharoiti sulfat kislotasi 0,1 M dan 1 M oralig‘ida, yodid ionini, 0,04 M dan 0,3 M oralig‘ida, tiomochevina 0,02 M dan 0,3 M oralig‘ida va DMFA 2 % dan 30 % (hajm bo‘yicha) oralig‘ida ekanligi aniqlangan.

2-jadval

Surma (V) ionining xloroform va benzolga ekstraksiyalanishning optimal sharoitlari

Ekstragent	C_{H^+} , g-ion/l	Galogen ionlar (g)	C_g , g-ion/l	DMFA % hajm.	Ekstraksiyalash vaqti, sek.	$V_s:V_0$	Ekstraksiyalash darajasi, %
Benzol	0,6–6,0	Cl^-	0,6–5,0	30–45	10-15	3 : 1	99,9
Benzol	0,4–4,0	Br^-	0,5–4,0	25–40	20-30	2 : 1	98,5
Xloroform	0,32–0,8	Cl^-	0,1–2,5	30–45	10-15	10 : 1	99,9
Xloroform	0,30–0,7	Br^-	0,08–2,0	25–40	10-15	3 : 1	99,8

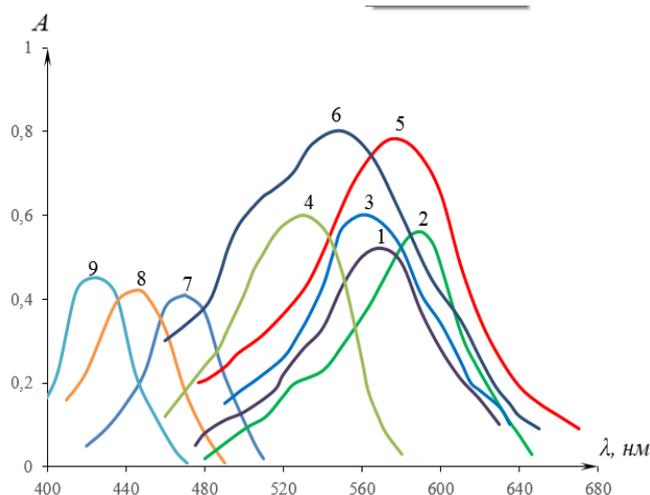
Temir va surma ionlarini geterosiklik azobo‘yoqlar bilan hosil qilgan kompleks birikmalarning spektrofotometrik tavsifi 3-jadvalda keltirilgan.

3-jadval

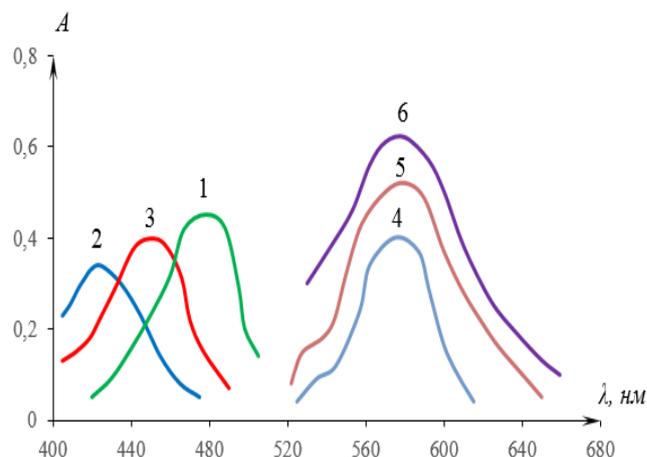
Temir va surma ionlarini geterosiklik azobo‘yoqlar bilan hosil qilgan kompleks birikmalarning spektrofotometrik tavsifi

Kompleks birikmalar	Erituvchilar	Kompleksning maksimum nur yutilish to‘lqin uzunligi λ_{maks} , nm	Reagentning maksimum nur yutilish to‘lqin uzunligi, λ_{maks} , nm	$\epsilon \cdot 10^4$ molyar yutilish koeffitsienti (sezgirligi)	Fe, Sb:R (R-reagent)	Ber qonuniga bo‘ysunish shegarasi, 10 mkg/ml	Aniqlash shegarasi, minimal konsentratsiya $S_{min} \cdot 10^{-4}$ mol/l
<i>Fe</i> –PAN– <i>Sl</i>	$CHCl_3$	555	470	1,59	1 : 2	2 – 150	0,61
<i>Fe</i> – PAN – <i>Br</i>	$CHCl_3$	570	460	1,62	1 : 2	2 – 140	0,55
<i>Fe</i> – PAAK– <i>Sl</i>	$CHCl_3$	555	425	3,44	1 : 1	1 – 130	0,45
<i>Fe</i> – PAAK– <i>Br</i>	$CHCl_3$	545	425	3,16	1 : 1	1 – 130	0,31
<i>Fe</i> – PAAF– <i>Sl</i>	$CHCl_3$	555	445	4,82	1 : 2	1 – 120	0,30
<i>Fe</i> – PAAF– <i>Br</i>	$CHCl_3$	550	445	4,10	1 : 2	1 – 120	0,30
<i>Sb</i> – PAN – <i>Sl</i>	C_6H_6	590	480	1,60	1 : 1	2 – 120	0,50
<i>Sb</i> – PAN – <i>Br</i>	C_6H_6	580	470	1,62	1 : 1	2 – 120	0,50
<i>Sb</i> – PAAK– <i>Sl</i>	C_6H_6	560	435	3,05	1 : 1	1 – 120	0,30
<i>Sb</i> – PAAK– <i>Br</i>	C_6H_6	560	425	2,95	1 : 1	1 – 120	0,30
<i>Sb</i> – PAAF– <i>Sl</i>	C_6H_6	580	470	4,26	1 : 2	0 – 120	0,30
<i>Sb</i> – PAAF– <i>r</i>	S_6H_6	570	460	4,10	1 : 2	0 – 120	0,30

Temir va surma ionlarining azobo‘yoqlar bilan organik fazada hosil qilgan kompleks birikmalari va azobo‘yoqlarining elektron spektrlari 1, 2-rasmlarda ko‘rsatilgan bo‘lib, bundan shuni ko‘rish mumkinki, hamma kompleks hosil qilish reaksiyalar yuqori kontrastligini ko‘rsatadi.

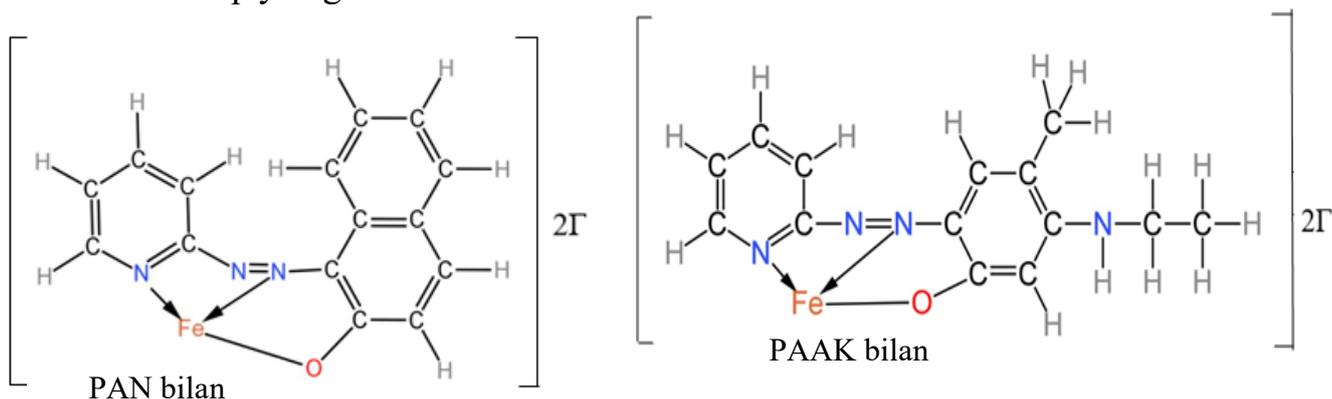


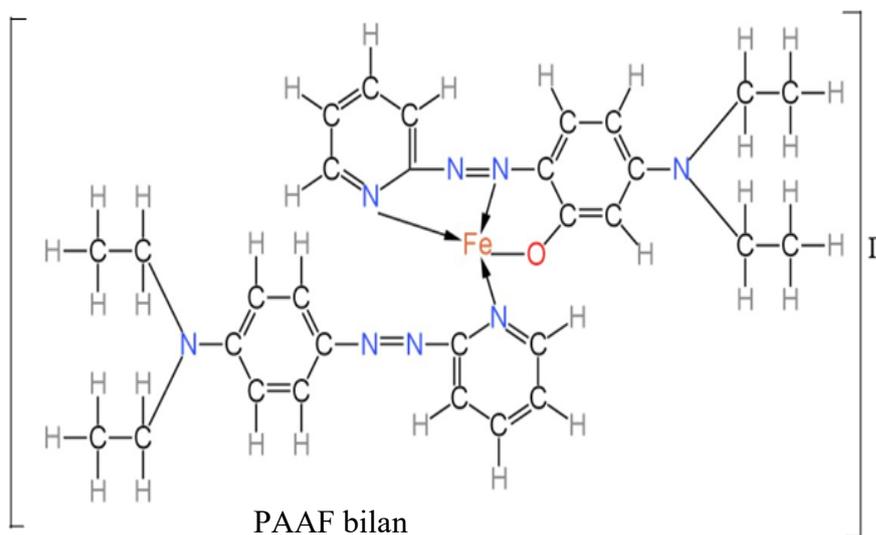
1-rasm. Xloroformdagi temir (III) ionini azobo‘yoqlar bilan xloridli va bromidli komplekslarini elektron spektrlari. PAN bilan (1,2), PAAK bilan (3,4), PAAF bilan (5,6) va reagentlar PAN (7), PAAK (8), PAAF (9). $S_{Fe} = 3,23 \cdot 10^{-5} M$; $V_o = 10 ml$, $l = 1 sm$.



2-rasm. Benzoldagi azobo‘yoqlarning PAN (1), PAAK (3), PAAF (2) va surmaning PAN (4), PAAK (5), PAAF (6) bilan hosil qilgan kompleks birikmalarining elektron spektrlari $S_{Sb} = 1,64 \cdot 10^{-5} M$; $V_o = 10 ml$, $l = 1 sm$.

Temir va surma ionlarining geterosiklik azobo‘yoqlar bilan hosil qilgan kompleks birikmalarning ekstraktida qarorligi yuqori bo‘lib, bir necha sutkadan ortiqdir. Kompleks birikmalardagi komponentlarning mollar nisbatlari muvozanatni siljitish usuli, mollar nisbati va Asmusning to‘g‘ri chiziq usullari bilan topilgan. Temir va surma ionlarini azobo‘yoqlari bilan hosil qilgan kompleks birikmalarni KU-2 markali H^+ formali kationitdan o‘tkazilganda musbat zaryadga ega ekanligi aniqlangan. Kompleks birikmalarning tarkibi, zaryadi, elektron spektrlari va IQ-spektrlarni o‘rganilgandan so‘ng, temir (III) va surma (V) ionlari azobirikmalarning oksi guruhi, azo guruhining azoti va geterohalqaning azotlari bilan bog‘ hosil qilgan, deb fikr yuritiladi. Temir va surma ionlarining ortiqcha zaryadlari galogenid ionlari bilan kompensiyalangan deb xulosa qilindi va kompleks birikmalarning mikrotuzilishi quyidagicha tasvirlandi.





Bu yerda, Me – Fe yoki Sb; G – Sl^- , Br^- , J^- .

Yaratilgan yangi aniqlash usullarning tanlovchanligini o‘rganish natijasida tashqi ionlarning katta miqdorlari aniqlashga halaqit etmaganligi aniqlandi. Bundan shuni xulosa qilish mumkinki, temir va surma ionlari kislotali muhitdan galogenid-ionlari va DMFA ishtirokida inert organik erituvchilarga (xloroform va benzol) tanlovchan ekstraksiyalanar ekan.

Temir va surma ionlarni optimal sharoitda ekstraksiyalanishda mis, molibden va oltinlarning qisman ekstraksiyalanishi aniqlangan bo‘lib, ularning kichik miqdorlari halaqit etmagan. Temir (III) ionining rodanidli kompleksi ekstraktda 3 sutkadan ortiq barqaror, maksimum nur yutish to‘lqin uzunligi 490 nm. Taxminiy molyar yutish koeffisienti 490 nm da $7,2 \cdot 10^4$ ga teng. Ber qonuniga bo‘ysunish chegarasi 0,5-120 mkg temir 10 ml ekstraktda. Aniqlashning xatoligi 1-5 % oralig‘ida.

1) Temir (III) ionini rodanidli kompleksini toza eritmalarda aniqlash usuli.

Ajratgich voronkaga tarkibida 0,5-120 mkg temir (III) ionni bo‘lgan tekshirilayotgan eritmada 1 ml olib, ustiga 5 ml 5 M H_2SO_4 , 1 ml 5 M KSCN lardan solib, hajmini 8,5 ml gacha distillangan suv bilan suyultirilgan, yana ustiga 1,5 ml DMFA, 10 ml benzol qo‘shib, 3-5 sekund chayqatilgan. Suv fazani to‘kib tashlab, ekstraktni qog‘oz filtdan o‘tkazib, kyuvetaga quyilgan va KFK-2 markali fotokalorimetrda, 490 nm da solishtiruvchi eritmaga nisbatan optik zichlik o‘lchangan.

Temir (III) ionining ekstraksiyalanish optimal sharoitida qisman mis, kobalt, xrom, kumush, titan, selen, vanadiy, molibden va oltin (III) ionlari ekstraksiyalanadi, lekin ularning katta bo‘lmagan miqdorlari temirni aniqlashga halaqit etmaydi. Temir ionini PAN bilan tashqi ionlar ishtirokida aniqlash natijalari 4- jadvalda keltirilgan.

Temir ionini PAN bilan tashqi ionlar ishtirokida aniqlash natijalari (20 mkg temir olingan)

M	M/Fe	M	M/Fe	M	M/Fe
Ag (I)	5 000	Rh (III)	100	Mo (VI)	2 000 ¹
Zn (II)	10 000	Ru (III)	10 000	W (VI)	5 000 ²
Pb (II)	10 000	In (III)	5 000	Cr (VI)	1 000
Cu (II)	50	Ga (III)	20 000	Te (VI)	10 000
Cu (II)	5 000 ¹	Cr (III)	1 000	Mn (VII)	100
Mn (II)	20 000	La (III)	20 000	Os (VIII)	500
Cd (II)	10 000	Tl (III)	5 000 ¹	F ⁻	halaqit etmaydi
Hg (II)	10 000	Bi (III)	10 000	Sl ⁻	halaqit etmaydi
Ca (II)	20 000	Ti (IV)	1 000	Br ⁻	halaqit etmaydi
Ba (II)	20 000	Zr (IV)	10 000	I ⁻²	halaqit etmaydi
Mg (II)	20 000	Se (IV)	2 000	NO ₃ ⁻	1 000
Pd (II)	1 000	Th (IV)	5 000	PO ₄ ⁻³	halaqit etmaydi
Be (II)	10 000	Pt (IV)	5 000	CH ₃ COO ⁻	halaqit etmaydi
Co (II)	2 000 ¹	Nb (V)	10 000	EDTA	halaqit etmaydi
Ni (II)	10 000	As (V)	1 000	C ₂ O ₄ ⁻²	10 000
Al (III)	20 000	Sb (V)	5 000	Vino kislota	halaqit etmaydi
Au (III)	1 000	V (V)	1 000	Tiomoshevina	halaqit etmaydi
		U (VI)	5 000	Limon kislota	halaqit etmaydi

M-ion yoki birikma; M/Fye-tashqi ionlarning temirga nisbatan ruxsat etilgan massa nisbatlari; 1 – ekstrakti tarkibida 7,5 M HCl va 30 % (hajm bo'yicha) DMFA lardan tashkil topgan eritma bilan bir marta chayqatib yuvilgan so'ng; 2 – 200 ml vino kislotasi ishtirokida.

2) Temir (III) ionining xloridli kompleksini toza eritmalaridan xloroform bilan ekstraksiyalab PAN, PAAK va PAAF azobo 'yoqlar yordamida aniqlash usuli.

Sig'imi 50 ml ajratgich voronkaga, tarkibida 2-150 mkg temir (III) ion bo'lgan tekshirilayotgan eritmadan 1-2 ml olib, ustiga 6,5 ml HCl (d=1,19), 3 ml DMFA, 5 ml xloroform solib, 5-10 sekund chayqatilgan, so'ngra ekstrakt boshqa ajratgich voronkaga o'tkazilgan. Ekstrakt ustiga 5 ml 0,3 % li xloroformda eritilgan PAN (yoki PAAK, PAAF), 5 ml pH 5 ga teng bo'lgan, tarkibida 0,2 M NaCl bo'lgan asetat-ammiakli bufer aralashmadan solib, 10-15 sekund chayqatilgan. So'ngra rangli ekstrakt filtr qog'ozidan o'tkazib, kyuvetaga quyiladi va KFK-2 markali fotoelektrokolorimetrda 555 nm to'lqin uzunlikda, analogik usulda tayyorlangan solishtiruvchi eritmaga nisbatan optik zichlik o'lchangan.

3) Temir (III) ionining bromidli kompleksini toza eritmalardan ekstraksiyalab PAN, PAAK va PAAF azobo 'yoqlari yordamida aniqlash usuli.

50 ml sig'imli ajratgich voronkaga, tarkibida 2-150 mkg temir (III) ioni bo'lgan tekshirilayotgan eritmadan 1-2 ml olib, ustiga 5 ml konsentrlangan HBr, 3 ml DMFA, 5 ml xloroform solib, 10-15 sekund chayqatilgan, ekstrakt ustiga 5 ml 0,3 % li xloroformda eritilgan PAN (yoki PAAK, PAAF), 5 ml pH 5 ga teng bo'lgan, tarkibida 0,1 M NaBr bo'lgan asetat-ammiakli bufer aralashmadan solib, 10-15 sekund chayqatilgan. So'ngra rangli ekstrakt filtr qog'ozidan o'tkazib, kyuvetaga quyilgan va KFK-2 markali fotokolorimetrda 570 nm to'lqin uzunlikda, analogik usulda tayyorlangan solishtiruvchi eritmaga nisbatan optik zichlik o'lchangan.

4) Surma (V) ionini toza eritmalardan PAN bilan aniqlash usuli.

50 ml sig'imli ajratgich voronkaga tarkibida 5-150 mkg surma (V) ioni bo'lgan, konsentrlangan HCl eritilgan, tekshirilayotgan eritmadan 1 ml olib, ustiga 7 ml distillangan suv, 2 ml DMFA, 5 ml benzol qo'shib, 10-15 sekund chayqatilgan, Surma ionini PAN bilan tashqi ionlar ishtirokida aniqlash natijalari 5- jadvalda keltirilgan.

5-jadval

Surma ionini PAN bilan tashqi ionlar ishtirokida aniqlash natijalari (20 mkg temir olingan)

M	M/Sb	M	M/Sb	M	M/Sb
Ag (I)	2 500	Pd (II)	1 000	As (V)	1 000
Ag (I)	5 000 ³	Fe (III)	40 000	Te (VI)	50 000
Cs (I)	10 000	Bi (III)	25 000	Mo (VI)	5 000
Pb (II)	1 000	Al (III)	50 000	W (VI)	500
Pb (II)	10 000	Cr (III)	25 000	Os (VIII)	1 000
Zn (II)	20 000	In (III)	25 000	U (VI)	1 000
Cu (II)	1 000	Ga (III)	10 000	Mn (VII)	2 500
Cu (II)	10 000 ²	Au (III)	1 000	V (V)	5 000
Cd (II)	50 000	Tl (III)	1 000	SI ⁻	100 000
Ba (II)	50 000	La (III)	1 000	Br ⁻	100 000
Mg (II)	50 000	Rh (III)	10 000	I ⁻	20
Be (II)	50 000	Sn (IV)	50 000	F ⁻	5 000
Ca (II)	50 000	Zr (IV)	50 000	C ₄ H ₆ O ₆	100 000
Hg (II)	50 000	Th (IV)	5 000	C ₃ H ₈ O ₇	40 000
Mn (II)	50 000	Se (IV)	1 000	PO ₄ ⁻³	10 000
Ni (II)	2 000	Ti (IV)	20 000	CS (NH ₂) ₂	1 000
Co (II)	2 000	Pt (IV)	5 000	EDTA	1 000

M-ion yoki birikma; M/Sb -tashqi ionlarning temirga nisbatan ruxsat etilgan massa nisbatlari; 1 –ekstraktning tarkibida 1 M HCl va 20 % (hajm bo'yicha) DMFA lardan tashkil topgan eritma bilan bir marta chayqatib yuvilgan so'ng; 2 – eritmani cho'kma bilan suv xammomida 2-3 daqiqa qizdirilgandan so'ng.

so'ngra suv fazani to'kib tashlab, ekstraktga 5 ml 0,03 % li benzolda eritilgan PAN va tarkibida 0,1 M NaJ, 0,1 M tiomochevina, 0,15 M DMFA, 0,2 M H₂SO₄ bo'lgan eritmada 10 ml qo'shib, 5-10 sekund chayqatilgan. So'ngra suv fazani to'kib tashlab, ekstrakt filtr qog'ozidan o'tkazilgan va kyuvetaga quyilgan. So'ngra KFK-2 markali fotokolorimetrda 580 nm to'lqin uzunlik, analogik usul bilan tayyorlangan solishtiruvchi eritmaga nisbatan optik zichlik o'lchangan.

5) Surma (V) ionini toza eritmalaridan PAAK (va PAAF) bilan aniqlash usuli.

Ajratgich voronkaga tarkibida 0,5-120 mkg surma (V) ioni bo'lgan, konsentrlangan HCl da eritilgan eritmada 1 ml olib, distillangan suv bilan 8 ml gacha suyultirilgan, ustiga 2 ml DMFA, 5 ml benzol qo'shib 10-15 sekund chayqatilgan. Suv fazani to'kib tashlab ekstraktga 5 ml 0,03 % li PAAK (PAAF) ning benzolli eritmaga nisbatan optik zichlikni o'lchangan. Surmaning miqdori gradurlangan grafik yordamida aniqlangan.

Surma (V) ionni ekstraksiyalash optimal sharoitida talliy (III) va oltin (III) ionlari qisman ekstraksiyalanadi, surma (III) ionini organik fazada PAN, PAAK va PAAF bilan kompleks hosil qilish optimal sharoitida ular kompleks hosil qilmaydilar va surmani aniqlashga halaqit etmagan.

Dissertasiyaning **“Surma (V) ionlarini tanlovchan ekstraksion ajratish va toza holda reekstraksion olish texnologiyasining prinsipial sxemasini ishlab chiqish, hamda surma va temir elementlari uchun yaratilgan yangi ekstraksion-fotometrik aniqlash usullarini tarkibi murakkab bo'lgan ishlab chiqarish namunalarda sinab ko'rish”** nomli **uchinchi bobida** temir va surma ionlari bo'yicha yaratilgan yangi aniqlash usullari bilan tarkibi murakkab bo'lgan namunalarda yondosh elementlardan ajratmasdan, to'g'ridan-to'g'ri aniqlab, olingan natijalarning tavsiflari, muhokamasi, xulosa va ilovalari keltirilgan.

Shuningdek, surma (V) ionlarini tanlovchan ekstraksion ajratish va toza holda reekstraksion olish texnologiyasining prinsipial sxemasini ishlab chiqilgan.

Ajratgich voronkaga qo'rg'oshin ishlab-chiqarish zavodining gidrosexida hosil bo'lgan eritmalaridan 1-2 ml olib, ustiga 6,0 ml konsentrlangan HCl ($d = 1,19$), 3 ml DMFA, 5 ml xloroform qo'shib, fazalarni 10-15 sekund chayqatilgan. So'ngra ekstraktning boshqa ajratgich voronkaga o'tkazib, ekstrakt ustiga 5 ml 0,3 % li xloroformda eritilgan PAN, 5 ml pH 5 ga teng bo'lgan, tarkibida 0,2 M NaCl dan tashkil topgan asetat-ammiakli bufer aralashmadan qo'shib, fazalarni 10-15 sekund chayqatilgan.

Ekstraktida hosil bo'lgan rangli kompleksni filtr qog'ozidan o'tkazib, kyuvetaga quyilgan va optik zichligini 555 nm da solishtiruvchi eritmaga (analogik usul bilan tayyorlangan) nisbatan o'lchangan (6-jadval).

6-jadval

Qo'rg'oshin ishlab-chiqarish zavodining gidrosexida hosil bo'lgan eritmalardan temirni aniqlash natijalari ($n = 4; p = 0,95$)

Temirning ishlab-chiqarish eritmalaridagi miqdori, mg/l	Topilgan miqdori, mg/l \bar{x}	S_r	$\Delta\bar{x}$	$\pm \frac{\Delta\bar{x}}{\bar{x}} \cdot 100$
14,00	14,30	0,015	$\pm 0,35$	$\pm 2,44$
45,70	45,12	0,016	$\pm 1,14$	$\pm 2,52$
100,00	102,24	0,014	$\pm 2,32$	$\pm 2,26$
150,00	147,60	0,014	$\pm 3,40$	$\pm 2,30$

Temirni chang, kek, dolomit, granit, ruda va konsentratlarda aniqlash uchun namunalardan 1 gr olib, 250 ml li konussimon kolbaga solinadi, ustiga 20 ml konsentrlangan HCl ($d=1,19$), dan quyib suv hammomida 10 minut qizdiriladi, ustiga 10 ml konsentrlangan HNO₃ ($d = 1,4$) dan qo'shib, nam tuz holiga kelguncha bug'latiladi, ustiga 50-60 ml distillangan suvdan qo'shib, loyqa yo'qolguncha qaynatiladi, so'ngra sovitib, filtr qog'oz yordamida 100 ml li o'lchov kolbaga o'tkaziladi va o'lchov belgisigacha distillangan suv bilan suyultiriladi. Eritmaning alikvot (bir qismi) qismidan temirni toza eritmalardan aniqlash usuli tartibida aniqlangan (7-jadval).

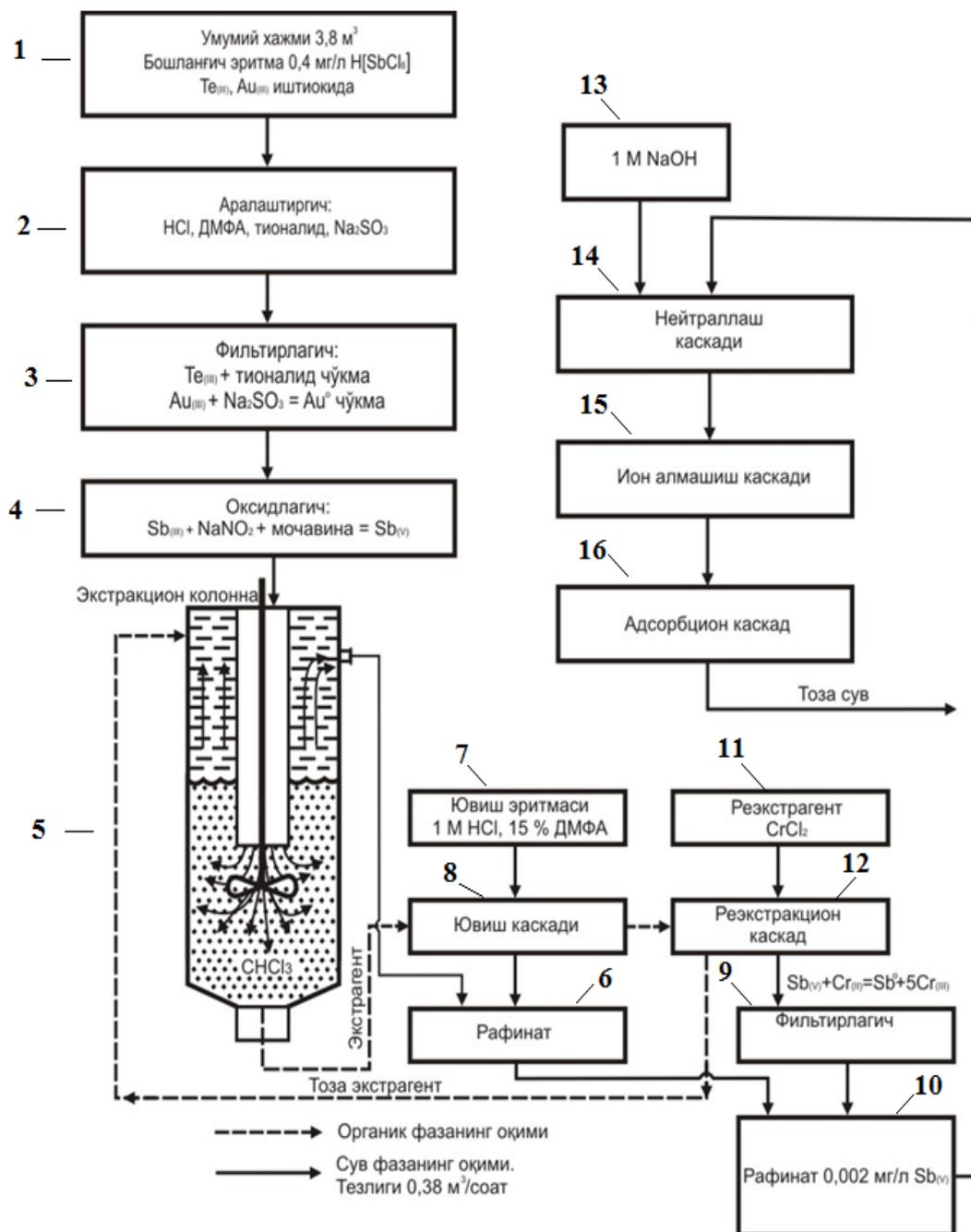
7-jadval

Temirni PAN chang, kek va konsentratlardan aniqlash natijalari ($n = 4; p = 0,95$)

Namunaning nomi va raqami	Temirning pasport bo'yicha foiz miqdori, ($M \cdot 10^2$), %	$(\bar{x} \pm \Delta\bar{x}) \cdot 10^2$, %	$S_r \cdot 10^2$	$\pm \frac{\Delta\bar{x}}{\bar{x}} \cdot 100$
Chang:				
17978	24,00	$23,70 \pm 0,44$	1,16	$\pm 1,85$
19768	17,00	$17,50 \pm 0,49$	1,77	$\pm 2,80$
Kek:				
17984	4,30	$4,36 \pm 0,17$	2,43	$\pm 3,89$
17983	1,10	$1,30 \pm 0,05$	2,48	$\pm 3,84$
Konsentrat:				
2191 – 17	0,46	$0,59 \pm 0,02$	0,95	$\pm 3,39$
2192 – 17	0,27	$0,28 \pm 0,01$	1,90	$\pm 3,57$

Reekstragentlar ichida eng kuchlisi xrom (II) va vanadiy (II) ionlarini tuzli eritmalarining reekstraksiya darajasi 99,9% ni tashkil etgan. Reekstraksiyalanish vaqti 1 minut etarli bo'lgan. Yuqorida keltirilgan ma'lumotlardan kelib chiqib, gidrometallurgiya sanoatida ishlab chiqarish jarayonlarida tarkibida surma (V) ionlari bo'lgan kuchli mineral kislotali tuz eritmalaridan surma (V) ionlarining

mikrokonsentrasiyalarini konsentrlash va tanlovchan ekstraksiyon ajratish, hamda organik fazada toza holda reekstraksiyon olish texnologiyasining prinsipial sxemasi ishlab chiqildi va uning samaradorligi hisoblandi. Yaratilgan texnologiyaning prinsipial sxemasi 3-rasmda keltirilgan.



3-рasm. Surma (V) elementini toza holda ekstraksiyon ajratib olishning prinsipial texnologik sxemasi: 1-Boshlang'ich eritma uchun sig'im; 2- Aralashtirgich; 3,9-Filtrlash kaskadi; 4-Oksidlash kaskadi; 5-Ekstraksiyon kolonna; 6,10-Rafinat uchun sig'im; 7,13-Yuvish eritmasi uchun sig'im; 8-Yuvish kaskadi; 11-Reekstragent uchun sig'im; 12-Reekstraksiyon kaskad; 14-Neytrallash kaskadi; 15-Ion almashish kaskadi; 16-Adsorbsion kaskad.

Izlanishlar shuni ko'rsatdiki, surma (V) ionining xloridli komplekslari kuchli kislotali muhitda DMFA ishtirokida 5-10 sekund davomida amaliy jihatdan to'liq (99,9%) ekstraksiyalanar ekan. Surma (V) ionlarining optimal ekstraksiyalanish sharoitida tashqi ionlarining ta'siri o'rganilganda, talliy (III) va oltin (III) ionlarining qisman ekstraksiyalanishi kuzatilgan va bu ionlar suv fazada talliy (III) ionlari tionalid bilan cho'kma hosil qilib, ushlab qolingan, oltin (III) ionlari esa metall holigacha natriy sulfid bilan qaytarilgan.

Surma (V) ionlari xloroformga toza holda ekstraksiyalanib, ajralib chiqqan. Suv – organik fazalarining nisbatlari 50:1 nisbatgacha o'zgarmaganligini tajribalar ko'rsatgan, shuningdek surma (V) ionining organik fazada metall holigacha qaytarib, toza holda ajratib olish uchun kuchli qaytaruvchilar (reagentlar) ta'siri o'rganilgan.

Shunday qilib, toza holdagi surmani ekstraksiyon usulda xloroform ishtirokida ajratib olish uchun sarf xarajatlar 22% boshqa barcha harajatlarni qo'shib hisoblanganda, 2 817 204,4 so'mni tashkil etdi. Yaratilgan texnologiyadan kutilayotgan iqtisodiy samaradorlik yiliga 59 159 200 so'mni tashkil etgan.

XULOSA

1. Ilk bor temir (III) va surma (V) ionlari uchun 1-(2-piridilazo)-2-naftol (PAN), 5-(2-piridilazo)-2-monoetilparaaminokrezol (PAAK), 2-(2-piridilazo)-5-dietilmetaaminofenol (PAAF) azobo'yoqlar yordamida mavjud bo'lgan usullardan o'zining tanlovchanligi, soddaligi va tezkorligi bilan farq qiluvchi yangi ekstraksiyon-fotometrik aniqlash usullari yaratilgan.

2. Temir (III) va surma (V) ionlarining galogenidli kompleks ionlarining inert organik erituvchilarga tanlovchan ekstraksiyalanish sharoitlari aniqlanib, temir (III) ionlarini kuchli kislotali muhitdan galogenid ioni (rodanid ionlari) va DMFA ishtirokida xloroform va benzolga tanlovchan ekstraksiyalanish sharoitlari topilgan. Surma (V) ionlarini kuchli kislotali muhitdan xlorid ionlari va DMFA ishtirokida benzol va xloroformga tanlovchan ekstraksiyalanish sharoitlari aniqlangan. Surma (V) ionlari 0,3-3,0 M H₂SO₄ bo'yicha 0,6-6,0 M NaCl bo'yicha va 18-20 % (hajmda) DMFA bo'yicha 5-10 sekund davomida fazalar chayqatilganda tanlovchan ekstraksiyalanishi ko'rsatib berilgan.

3. Temir (III) va surma (V) ionlarini galogenidli komplekslarining organik fazada tarkibi aniqlangan va ularning benzol va xloroformga kuchli kislotali muhitdan galogenid ioni va DMFA ishtirokida gidrat solvat mexanizmi asosida ekstraksiyalanishi isbotlangan.

4. Temir (III) va surma (V) ionlarining organik fazada geterosiklik azobo'yoqlar bilan kompleks hosil qilish sharoitlari topilib, ularning PAN, PAAK va PAAF azobo'yoqlar bilan organik fazada pH 2-6 oraliqda mustahkam rangli kompleks hosil bo'lishi ko'rsatib berilgan.

5. Temir (III) va surma (V) ionlarining azobo'yoqlar bilan hosil qilgan kompleks birikmalarning spektrofotometrik tavsiflari, kompleks birikmalarning zaryadlari va mikrostrukturalarni identifikatsiya qilish uchun IQ-spektrlari olingan.

6. Ilk marta temir (III) va surma (V) ionlari uchun yaratilgan yangi ekstraksion-fotometrik aniqlash usullari ishlab-chiqarish eritmalari, konsentrat, chang va keklarda shuningdek, temir tarkibli ruda, tog' jinslari, rux-kadmiy va qo'rg'oshin namunalari bo'yicha tayyorlangan model eritmalarida tashqi elementlardan ajratmasdan sinab ko'rilgan.

Natijada yaratilgan usullar korxonalar laboratoriyalarida temir va surma ionlarini tindirish, ajratish va organik fazada azobo'yoqlar qo'shish tartibida fotometrik aniqlash uchun tavsiya qilingan.

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

**ТАШКЕНТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ И.КАРИМОВА**

РАХМАТУЛЛАЕВА НАРГИЗА ТУЛКУНОВНА

**РАЗРАБОТКА СПОСОБОВ ИЗБИРАТЕЛЬНОГО ЭКСТРАКЦИОННОГО
ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ ЖЕЛЕЗА И СУРЬМЫ И
ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИХ С
ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИМИ АЗОСОЕДИНЕНИЯМИ
НЕПОСРЕДСТВЕННО В ОРГАНИЧЕСКОЙ ФАЗЕ**

02.00.02 – Аналитическая химия

03.00.10 – Экология

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

Ташкент-2023

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за номером В2022.3.PhD/К.531

Диссертация выполнена в Ташкентском государственном техническом университете имени И.Каримова.

Автореферат диссертации на трёх языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещён на веб-странице Научного совета (ik-kimyo.nuu.uz) и Информационно-образовательном портале «Ziyonet» по адресу (www.ziyonet.uz).

Научный руководитель:

Гиясов Анвар Шарипович
кандидат химических наук, доцент

Рахимова Латофат Собиржановна
доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Турабов Нурмухаммад
кандидат химических наук, профессор

Мухамедов Қобилжон Ғофурович
доктор химических наук, профессор

Ведущая организация:

Узбекский научно-исследовательский химико-фармацевтический институт имени А.Султанова

Защита диссертации состоится « 25 » 02 2023 г. в « 11⁰⁰ » часов на заседании разового Научного совета на основе Научного совета DSc.03/30.12.2019. К/Т.01.03 при Национальном университете Узбекистана (Адрес: 100174, г. Ташкент, ул. Университетская, 4, Тел.: (99871) 246-07-88, (+99871) 227-12-24, факс: (99871) 227-12-24, e-mail: chem0102@mail.ru).

Диссертация можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Национального университета Узбекистана за № 29 100174, Ташкент, ул. Университетская 4, Тел.: (99871) 246-67-71).

Автореферат диссертации разослан « 9 » февраль 2023 г.

(протокол рассылки № 1 от « 06 » 02 2023 г.).


З.А.Сманова
Председатель Ученого совета по
присуждению учёных степеней,
д.х.н., профессор

М.А.Махкамов
Ученый секретарь Ученого совета по
присуждению учёных степеней,
д.х.н., профессор

Н.Х.Кутлимородова
Председатель научного семинара при
Научном совете по присуждению
учёных степеней, д.х.н.,
и.о.профессор

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. Рост численности населения и производственных предприятий в мире в последние годы в результате усиления техногенного воздействия на окружающую среду привел к тому, что ухудшение экологической обстановки на Земле стало глобальной проблемой. Решением этой проблемы является не только комплексная переработка сырья и отходов, но и своевременное выявление источников вредных химических элементов, выбрасываемых в окружающую среду, а также механизма их миграции, то есть экологический мониторинг. Поэтому создание эффективной системы экологического мониторинга вредных химических элементов с использованием современных аналитических методов является одной из важнейших практических задач в настоящее время.

Сегодня внимание ученых всего мира уделяется исследованиям в области быстрого и высокоточного анализа количества химических элементов в окружающей среде с использованием методов аналитической химии. В последнее время возрастает значение экстракционно-фотометрического метода в высокоэффективном определении количества химических элементов в объектах окружающей среды, в том числе ионов металлов. Поскольку этот метод основан на селективном извлечении необходимых элементов и ионов из растворов со сложным составом и фотометрическом обнаружении с использованием специальных красителей, его точность также высока, и в этой области важно обнаруживать новые селективные экстрагенты и комплексообразующие красители.

В нашей республике также ведется научно-исследовательская работа по повышению селективности и чувствительности химических элементов путем создания новых методов экстракционно-фотометрического обнаружения, а также совершенствования определенных методов. В частности, в связи с повышенным вниманием к охране окружающей среды ведутся исследования и разрабатываются новые методики экстракционного извлечения ионов металлов из растворов сложного состава и фотометрического определения их количества, а также применения различных основных красителей (АК), гетероциклических азокрасителей (ГАК) и других органических красителей. Ведутся работы по внедрению в эпидемиологических и экологических лабораториях. В новой стратегии развития Республики Узбекистан на 2022-2026 годы определены задачи «совершенствования механизмов оценки уровня загрязнения окружающей среды, мониторинга окружающей среды, прогнозирования уровня ее загрязнения, обеспечения непрерывного информационного обеспечения государственного экологического контроля, осуществления мониторинга состояния источников загрязнения и воздействия на окружающую среду»³. В связи с этим важное значение приобретает обнаружение ионов металлов экстракционно-фотометрическим методом с использованием азокрасителей

³ Указ Президента Республики Узбекистан УП-60 от 28 января 2022 года «О новой Стратегии развития Республики Узбекистан на 2022-2026 годы».

высокой селективности для контроля качества материалов и уровня чистоты, мониторинга объектов окружающей среды.

Указ Президента Республики Узбекистан от 28 января 2022 года № УП-60 «о стратегии развития нового Узбекистана», от 30 октября 2019 года № УП - 5863 «об утверждении концепции охраны окружающей среды Республики Узбекистан на период до 2030 года», от 25 октября 2018 года № ПП-3983 «о мерах по ускоренному развитию химической промышленности в Республике Узбекистан», от 3 апреля 2019 года № ПП-3983 «о мерах по дальнейшему реформированию химической промышленности и повышению ее инвестиционной привлекательности», а также в целях реализации задач, определенных иными нормативными правовыми актами, касающимися данной деятельности, диссертация исследования в определенной степени служат.

Соответствие исследований с приоритетными направлениями развития науки и технологий в Республике Узбекистан. Данное исследование было выполнено в соответствии с приоритетными направлениями «Сельское хозяйство, биотехнологии, экология и охрана окружающей среды» программы «Развитие науки и техники в Республике».

Степень изученности проблемы.

По экстракционно-фотометрическому определению иона железа (III) из электролитов в виде роданидного комплекса M.Ziegler, A.B.Shehata, J.A.Rani, B.K.Deshmukh, C.Xiangbin, M.L.Perez, M.J.Sanchez, A.Francisco, F.M.Garcia и другие ученые получили важные результаты, поддерживая различные экстрагенты. По спектрофотометрическому определению иона железа (III) такие ученые, как F.Wenhuan, W.Shaozu, M.L.Fernandez-de Cordova, A.Ruiz-Medina, A.Molina-Diaz, провели глубокие исследования, в ходе которых были предложены новые высокочувствительные методы. Исследованиями методов, основанных на образовании Иона сурьмы (V) цветным внутренним комплексным соединением, занимались D.B.Thorburn, D.Chimpalee, H.J.Bullick, I.Nemcova, P.Rychlovsky, M.Havelcova и другие ученые. Большой вклад в разработку жидкостно-жидкостных, спектроскопических и атомно-абсорбционных методов с использованием органических красителей внесли такие ученые, как Yu.A.Zolotov, S.B.Savvim, S.I.Gusev, G.Ivanchev, V.M.Ivanov, P.N.Nesterenko, P.I.Lobanov, M.I.Bulatov, A.I.Busev, B.Z.Iofa, L.A.Gigoryan, разработанные ими методы отличаются чувствительностью и надежностью.

Глубокие научные исследования по выделению и определению редких и других металлов в Узбекистане провели ученый академик Sh.T.Tolipov, создавший в нашей стране школу аналитической химии, а также профессора R.X.Djiyanbaeva, E.Abduraxmonov, K.Z.Raxmatullaev, B.G.Zokirov, B.D.Kabulov, I.P.Shecterova, A.M.Nacimov, A.M.Gevorgan, Z.A.Smanova, N.T.Turabov, A.Sh.Giyasov и другие. Их вклад в развитие отрасли неоценим.

Как упоминалось выше, были проведены глубокие исследования по обнаружению ионов металлов, включая ионы железа и сурьмы, с помощью различных аналитических методов. Но, несмотря на это, до сих пор не проведено достаточных исследований по созданию эффективных и

чувствительных методов определения количества ионов в экологических объектах. Поэтому данная исследовательская работа направлена на создание методов экстракционно-фотометрического обнаружения ионов железа и сурьмы в экологических объектах непосредственно в органической фазе, а также с использованием различных азокрасителей (ПАН, ПААК, ПААФ).

Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ университета, где выполнена диссертация.

Диссертационное исследование в соответствии с научно-исследовательским планом Ташкентского государственного технического университета № ЁОТ-Фтех-2018-208 “Создание методов селективного экстракционного разделения элементов железа и сурьмы и фотометрического определения их гетероциклическими азосоединениями непосредственно в органической фазе” (2020-2021 гг.) и № ПП-20170927346 “Применение поликонденсационного типа для очистки сточных вод " новый ионообменник создание технологии получения полимеров” (2018-2020 годы).

Целью исследования является создание методов селективного экстракционного разделения элементов железа и сурьмы и фотометрического определения их непосредственно в органической фазе с гетероциклическими азосоединениями.

Задачи исследования:

изучение оптимальных условий и механизмов селективной экстракции ионов железа (III) и сурьмы (V) в инертные органические растворители;

изучение условий селективного комплексообразования ионов железа (III) и сурьмы (V) в органической фазе с азокрасителями и подтверждение их структурной структуры ИК – спектроскопическими методами;

изучение влияния внешних ионов на обнаружение ионов железа (III) и сурьмы (V);

на основе полученных результатов создать новый, высокоселективный, чувствительный и простой метод быстрого экстракционно-фотометрического обнаружения ионов железа (III) и сурьмы (V);

изучение значения экстракционно-фотометрического метода в экологических объектах, а также экологическая оценка содержания ионов железа (III) и сурьмы (V) в водоемах и промышленных сточных водах;

выявление направлений внедрения в практику созданных селективных, чувствительных, экстракционно-фотометрических средств обнаружения.

Объектом исследования являются производственные растворы и сточные воды производственных предприятий, образцы горных пород, руд, концентратов, сплавов и других сложных по составу веществ.

Предметом исследования является создание методов селективного экстракционного разделения и обнаружения ионов железа и сурьмы в органической фазе с помощью гетероциклических азокрасителей без выделения их непосредственно из сопутствующих элементов.

Методы исследования. Обосновано тем, что при выполнении диссертационной работы используются оптические (ИК-спектроскопические, экстракционно-спектроскопические, молекулярно-абсорбционные, атомно-абсорбционные), электрохимические, математико-статические методы расчета, методы.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

впервые найдены оптимальные условия селективной экстракции ионов железа (III) и сурьмы (V) в инертные органические растворители, показана селективная экстракция на основе гидратно-сольватного механизма;

определены оптимальные условия образования ионов железа (III) и сурьмы (V) в органической фазе в комплексе с гетероциклическими азокрасителями;

впервые для элементов железо (III) и сурьма (V) были созданы новые, селективные, чувствительные, быстрые и простые методы экстракционно-фотометрического обнаружения;

определены микроструктурные структуры комплексных соединений, образованных ионами железа (III) и сурьмы (V) с азокрасителями (ПАН, ПААК, ПААФ);

недавно созданный экстракционно-фотометрический метод показал, что ионы железа (III) и сурьмы (V) в промышленных сточных водах могут быть быстро обнаружены;

экологическая оценка уровней ионов железа (III) и сурьмы (V) в водоемах и промышленных сточных водах.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

новые, селективные, быстрые и простые экстракционно-фотометрические методы обнаружения ионов железа (III) и сурьмы (V) показали возможность прямого обнаружения в промышленных и геологических образцах со сложным составом без выделения их из сопутствующих элементов;

с использованием существующих сверхчувствительных, но неселективных органических реагентов были созданы новые методы экстракционно-фотометрического обнаружения ионов железа (III) и сурьмы (V), которые являются селективными, сверхчувствительными, быстрыми и простыми.

Достоверность полученных результатов. Применялись методы ИК-спектроскопии, экстракционной спектроскопии, фотометрии, электрохимии, спектрофотометрии. Полученные результаты основаны на том, что математико-статические расчеты выполняются методами «введено-найдено», «добавление дополнений» и сопоставления со стандартными образцами, сопоставимыми с классическими методами анализа объектов окружающей среды.

Научная и практическая значимость результатов исследования:

Научная значимость результатов исследования обоснована тем, что найдены оптимальные условия селективной экстракции ионов железа (III) и сурьмы (V) в инертные органические растворители, условия комплексообразования с азокрасителями в органической фазе, изучена основная спектрофотометрическая характеристика комплексных соединений.

Практическая значимость результатов исследований заключается в том, что созданы новые селективные методы обнаружения железа и сурьмы, отличающиеся высокой селективностью, чувствительностью, выразительностью и надежностью, и их применение на практике при анализе объектов научных исследований и производств служит решению задач экоаналитической химии.

Внедрение результатов исследования. На основании полученных научных результатов по определению ионов железа и сурьмы с помощью азокрасителей:

разработанные новые экстракционно-фотометрические методы обнаружения внедрены в практику для обнаружения с использованием азокрасителей в лабораториях городских водопроводных сетей на водозаборе “Боз-Су” ООО “Ташкентское городское водоснабжение” (справка АО Узсувтааминот от 13 апреля 2022 года № 2/8-919). В результате было показано, что показатели ионов железа (III) и сурьмы (V) в лаборатории предприятия можно быстро определить с помощью созданного метода;

разработанный фотометрический метод внедрен в практику Алмалыкского ГМК (справочник Алмалыкского ГМК № АА-007115 от 25 октября 2022 года). В результате было получено фотометрическое обнаружение ионов железа и сурьмы в рудах, кеках и концентратах с помощью осаждения, разделения и азокрасителей в органической фазе.

Апробация результатов исследования. Результаты этого исследования были обсуждены в 6 научных статьях, из них 2 международных, 4 республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано 13 научных работ, 4 статьи в журналах, рекомендованных к публикации Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан, в том числе 2 в республиканских и 2 в зарубежных журналах.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, трех глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертации составил 120 страниц⁴.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении описывается актуальность темы диссертации, необходимость ее целей и задач, объекты и предмет тестирования. Указывается соответствие темы диссертации приоритетному направлению развития науки и техники в Республике Узбекистан, приводятся практические результаты научных инноваций и исследований, освещается теоретическая и практическая значимость полученных результатов, приводятся практические результаты испытаний, опубликована работа и содержание диссертации.

⁴ Автор выражает благодарность доценту А.Ш.Гиясову и профессору Л.С.Рахимовой за советы по созданию метода экстракционно-фотометрического определения ионов железа(III) и сурьмы(V) азокрасителями.

В первой главе диссертации «**Фотометрические и экстракционно-фотометрические методы определения элементов железа и сурьмы**» приводятся данные из научной литературы по разделению и обнаружению ионов железа и сурьмы. Кроме того, приведены аналитические характеристики основных и азоорганических реагентов, спектрофотометрические характеристики экстрагентов и азокрасителей при экстракционном разделении и определении ионов железа и сурьмы. Установлено, что условия комплексообразования ионов железа и сурьмы с азокрасителями изучены преимущественно в водных фазах.

Во второй главе диссертационной работы «**Проведение спектрофотометрических исследований по экстракции ионов железа и сурьмы и их комплексообразованию в органической фазе**» приведены спектрофотометрические исследования по экстракционному разделению и идентификации ионов железа и сурьмы и их комплексообразованию непосредственно в органической фазе с красителями Аза. Изучены состав, заряд и микроструктура комплексных соединений, образованных ионами железа и сурьмы в органической фазе с азотными красителями, методы их определения в чистых растворах, влияние внешних ионов.

Исследования показали, что чем выше селективность созданного метода обнаружения, если мы экстрагируем ионы железа и сурьмы в органические растворители в присутствии кислой среды, галогенид-ионов (Cl-, Br-) и диметилформамида (ДМФА), добавляя вышеуказанные органические реагенты в органическую фазу, образуя при определенных условиях комплекс.

Железо (III) практически нацело экстрагируется хлороформом (или бензолом) из среды 5,6 г-ион/л и выше по водород-ионов, 6,6 г-ион/л и выше по хлорид-ионов (или бромид-ионов) и 30–45 об. % (по объему) по ДМФА; При добавлении к экстракту хлороформного (или бензольного) раствора ПАН, буферного раствора с pH 4–8 и встряхивания фаз 30-40 с, образуется окрашенное комплексное соединение железа (III) с азореагентом ПАН в органической фазе.

Сурьма (V) практически полностью экстрагируется бензолом и хлороформом из среды 0,3–3,0 М по серной кислоте, 0,6–5,0 М по хлорид-ионов и 18–22 об. % (по объему) по ДМФА. При добавлении к экстракту бензольных (или хлороформных) растворов азореагента ПАН и водного раствора, содержащего серной кислоты, йодид-ионов, ДМФА, тиомочевины и встряхивания фаз в течение 10-15 с образуется окрашенное комплексное соединение сурьмы (III) с азореагентом ПАН в органической фазе. Опыты показали, что оптимальным условием комплексообразования сурьмы (V) с ПАН в органической фазе происходит в присутствии серной кислоты в интервале от 0,1 М до 1 М, йодид-ионов от 0,04 до 0,3 М, ДМФА от 2 до 30 об. % (по объему) и тиомочевины от 0,02 М до 0,3 М.

Оптимальные условия экстракции ионов железа и сурьмы в хлороформ и бензол приведены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

**Оптимальные условия экстракции галогенидных комплексов
железа (III) в присутствии ДМФА**

Экстрагент	C_{H^+} г-ион/л	Галоген (Г)	$C_{Г}$ г-ион/л	ДМФА, об. %	Время встряхивания, сек	$V_b : V_o$	% экстракции железа (III)
$CHCl_3$	5,6 и выше	Cl^-	6,6 и выше	30–45	10-15	3 : 1	99,9
$CHCl_3$	4 и выше	Br^-	4 и выше	25–40	10-15	3 : 1	99,9
C_6H_6	6,6 и выше	Cl^-	6,6 и выше	30–45	10-15	1 : 1	60,0
C_6H_6	4 и выше	Br^-	4 и выше	25–40	10-15	1 : 1	75,0
$CHCl_3$	2 и выше	Роданид	0,3 и выше	10-25	10-15	3 : 1	
C_6H_6	1,5 и выше	Роданид	0,2 и выше	5-30	10-15	1 : 1	

Опыты показали, что оптимальные условия для образования комплекса в органической фазе с Ионом сурьмы (III) с красителем РАН Аза серная кислота находится в диапазоне от 0,1 до 1 моль, иодид-ион-в диапазоне от 0,04 до 0,3 моль, тиомочевина-в диапазоне от 0,02 до 0,3 моль, а ДМФА-в диапазоне от 2% до 30% (по объему).

Таблица 2

**Оптимальные условия экстракции галогенидных комплексов
сурьмы (V) в присутствии ДМФА**

Экстрагент	C_{H^+} г-ион/л	Галоген (Г)	$C_{Г}$ г-ион/л	ДМФА, об. %	Время встряхивания, сек	$V_b : V_o$	% экстракции сурьмы (V)
C_6H_6	0,6–6,0	Cl^-	0,6–5,0	30–45	10-15	3 : 1	99,9
C_6H_6	0,4–4,0	Br^-	0,5–4,0	25–40	20-30	2 : 1	98,5
$CHCl_3$	0,32–0,8	Cl^-	0,1–2,5	30–45	10-15	10 : 1	99,9
$CHCl_3$	0,30–0,7	Br^-	0,08–2,0	25–40	10-15	3 : 1	99,8

Спектрофотометрические характеристики окрашенных комплексных соединений железа и сурьмы с гетероциклическими азосоединениями приведены в таблице 3.

Таблица 3

Спектрофотометрические характеристики экстрактов комплексных соединений железа (III) и сурьмы (V) с азосоединениями

Комплекс	Растворитель	$\lambda_{\text{макс}}$ комплекса, нм	$\lambda_{\text{макс}}$ реагента, нм	$\varepsilon \cdot 10^4$	Me : R M – Fe, Sb	Подчинение закону Бера, в 10 мкг/мл экстракта	Предел обнаружения, минимальная концентрация $C_{\text{мин}} \cdot 10^{-4}$, моль/л
<i>Fe</i> – ПАН – Cl	CHCl ₃	555	470	1,59	1 : 2	2 – 150	0,61
<i>Fe</i> – ПАН – Br	CHCl ₃	570	460	1,62	1 : 2	2 – 140	0,55
<i>Fe</i> –ПААК – Cl	CHCl ₃	555	425	3,44	1 : 1	1 – 130	0,45
<i>Fe</i> –ПААК – Br	CHCl ₃	545	425	3,16	1 : 1	1 – 130	0,31
<i>Fe</i> – ПААФ–Cl	CHCl ₃	555	445	4,82	1 : 2	1 – 120	0,30
<i>Fe</i> –ПААФ– Br	CHCl ₃	550	445	4,10	1 : 2	1 – 120	0,30
<i>Sb</i> – ПАН – Cl	C ₆ H ₆	590	480	1,60	1 : 1	2 – 120	0,50
<i>Sb</i> – ПАН – Br	C ₆ H ₆	580	470	1,62	1 : 1	2 – 120	0,50
<i>Sb</i> –ПААК–Cl	C ₆ H ₆	560	435	3,05	1 : 1	1 – 120	0,30
<i>Sb</i> –ПААК–Br	C ₆ H ₆	560	425	2,95	1 : 1	1 – 120	0,30
<i>Sb</i> –ПААФ–Cl	C ₆ H ₆	580	470	4,26	1 : 2	0 – 120	0,30
<i>Sb</i> –ПААФ–Br	C ₆ H ₆	570	460	4,10	1 : 2	0 – 120	0,30

Из спектров поглощения экстрактов азосоединений и их комплексов с железом (III) и сурьмой (III) видно, что все реакции комплексообразования характеризуются высокой контрастностью (рис.1 и 2).

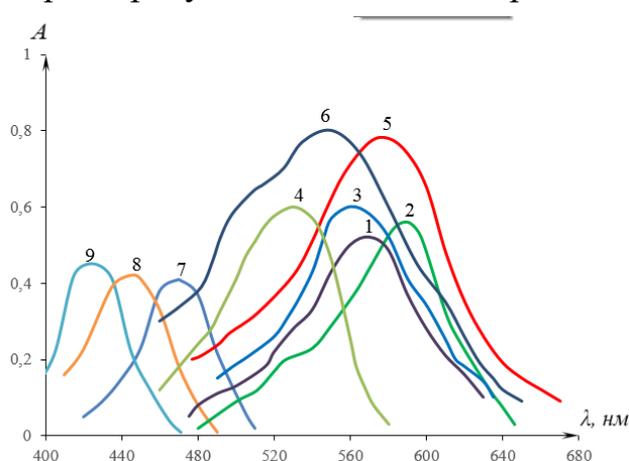


Рис. 1. Спектры поглощения хлоридных и бромидных комплексов железа (III) с ПАН (1,2), ПААК (3,4), ПААФ (5,6) и реагентов ПАН (7), ПААК (8), ПААФ (9) в хлороформе. $C_{\text{Fe}} = 3,23 \cdot 10^{-5}$ М; $V_0 = 10$ мл, $l = 1$ см.

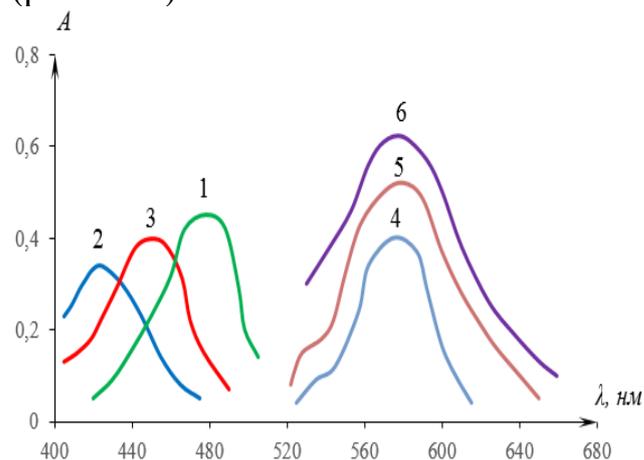
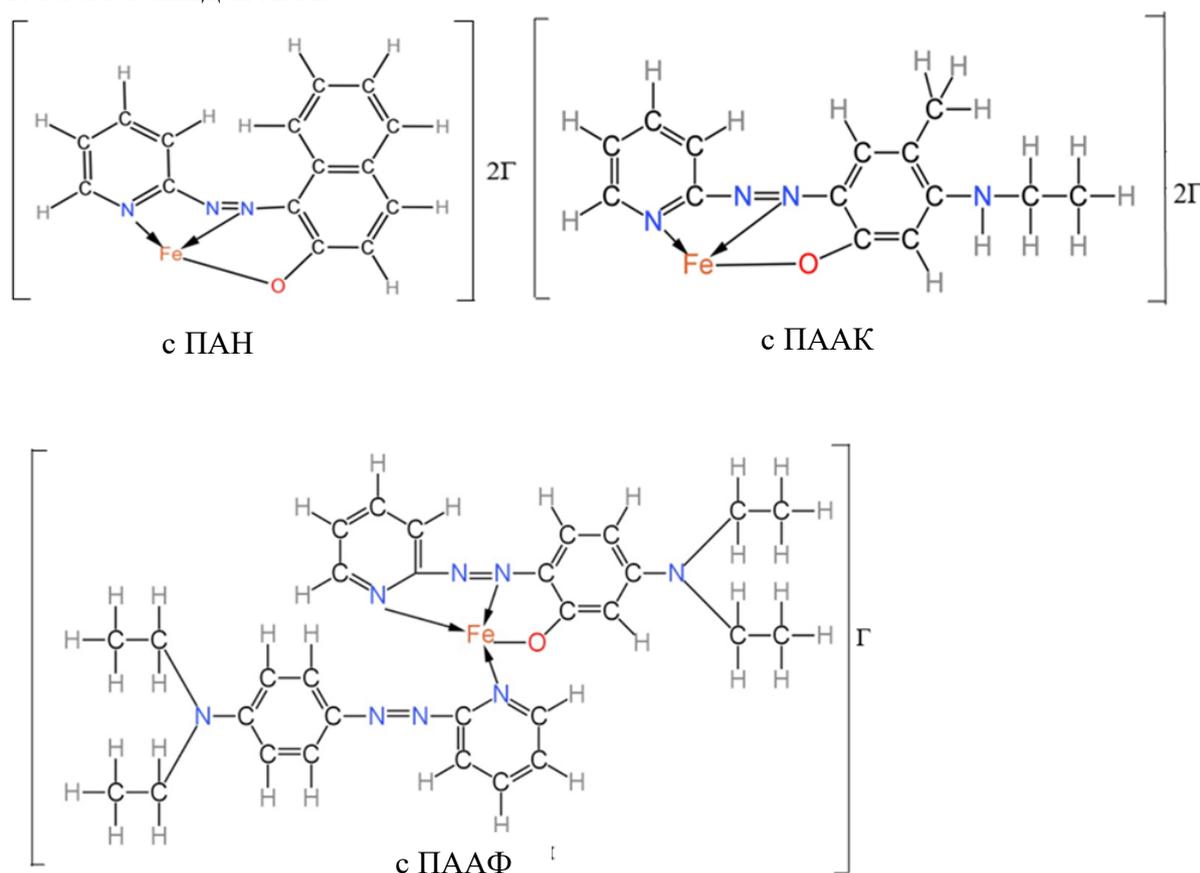


Рис. 2. Спектры поглощения азосоединений сурьмы (V) с ПАН (1), ПААК (3), ПААФ (2) и комплексов ПАН (4), ПААК (5), ПААФ (6) в бензоле. $C_{\text{Sb}} = 1,64 \cdot 10^{-5}$ М; $V_0 = 10$ мл, $l = 1$ см.

Экстракты комплексов железа и сурьмы с гетероциклическими азосоединениями устойчивы в течение нескольких суток. Соотношение компонентов в комплексах установлено методами сдвига равновесия, молярных отношений и прямой линии Асмуса.

Пропуская экстрактов комплексных соединений железа и сурьмы с азосоединениями через катионит КУ-2 в H^+ -форме, определили, что комплексы железа и сурьмы имели положительные заряды.

На основании полученных данных по изучению комплексных соединений, заряды, электронных спектров поглощения и ИК спектров сделано предположение, что связь ионов железа (III) и сурьмы (III) с азосоединениями осуществляется за счет оксигруппы, азота азогруппы и азота гетероцикла. Избыточный положительный заряд ионов железа и сурьмы компенсируется за счет галогенид-ионов.



Где Me – Fe, Sb; Γ – Cl^- , Br^-

В результате изучения селективности установлено, что определению железа и сурьмы не мешают большие количества посторонних ионов. Это достигается прежде всего избирательной экстракцией железа и сурьмы из сильноокислой среды в присутствии галогенид-ионов и ДМФА инертными растворителями – хлороформом и бензолом. В оптимальных условиях экстракции железа и сурьмы хлороформом и бензолом совместно частично экстрагируются ионы меди, молибдена и золота, однако присутствие небольших количеств этих ионов не мешает определению железа.

Роданидный комплекс железа (III) в экстракте нестабильный более трех суток. Максимум светопоглощения роданидного комплекса железа (III) находится при 490 нм. Кажущийся молярный коэффициент погашения при 490 нм составляет $7,2 \cdot 10^4$. Закон Бера соблюдается в интервале 0,5–120 мкг железа в 10 мл экстракта. Воспроизводимость определений находится в пределах 1–5 %.

1) Методика определения роданидного комплекса железа (III) в чистых растворах.

В оптимальных условиях экстракции ионов железа (III) частично извлекаются ионы меди, кобальта, хрома, серебра, титана, Селена, ванадия, молибдена и золота (III), но их небольшие количества не препятствуют обнаружению железа. Результаты определения иона железа ПАН в присутствии внешних ионов приведены в таблице 4.

Таблица 4

**Определение железа с ПАН в присутствии посторонних ионов
(взято 20 мкг железа)**

M	M/Fe	M	M/Fe	M	M/Fe
Ag (I)	5 000	Rh (III)	100	Mo (VI)	2 000 ¹
Zn (II)	10 000	Ru (III)	10 000	W (VI)	5 000 ²
Pb (II)	10 000	In (III)	5 000	Cr (VI)	1 000
Cu (II)	50	Ga (III)	20 000	Te (VI)	10 000
Cu (II)	5 000 ¹	Cr (III)	1 000	Mn (VII)	100
Mn (II)	20 000	La (III)	20 000	Os (VIII)	500
Cd (II)	10 000	Tl (III)	5 000 ¹	F ⁻	не мешает
Hg (II)	10 000	Bi (III)	10 000	Cl ⁻	не мешает
Ca (II)	20 000	Ti (IV)	1 000	Br ⁻	не мешает
Ba (II)	20 000	Zr (IV)	10 000	I ⁻²	не мешает
Mg (II)	20 000	Se (IV)	2 000	NO ₃ ⁻	1 000
Pd (II)	1 000	Th (IV)	5 000	PO ₄ ⁻³	не мешает
Be (II)	10 000	Pt (IV)	5 000	CH ₃ COO ⁻	не мешает
Co (II)	2 000 ¹	Nb (V)	10 000	ЭДТА	не мешает
Ni (II)	10 000	As (V)	1 000	C ₂ O ₄ ⁻²	10 000
Al (III)	20 000	Sb (V)	5 000	Винная к-та	не мешает
Au (III)	1 000	V (V)	1 000	Тиомочевина	не мешает

M – ион или соединение; M/Fe – допустимое массовое соотношение посторонних ионов к железу; 1 – с однократным промыванием экстракта раствором, содержащим 7,5 М HCl и 30 об. % (по объему) ДМФА; 2 – в присутствии 200 мг винной кислоты.

В делительную воронку вносят 1 мл анализируемого раствора, содержащего 0,5 – 120 мкг железа (III), приливают 5 мл 5 М H_2SO_4 , 1 мл 5 М $KSCN$ и объем раствора доводят до 8,5 мл водой, добавляют 1,5 мл ДМФА, 10 мл бензола и встряхивают 3-5 с. Водную фазу сливают, окрашенный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в кювету и измеряют оптическую плотность на фотоколориметре КФК-2 при 490 нм относительно раствора холостого опыта.

2) Методика определения хлоридного комплекса железа с ПАН, ПААК и ПААФ из чистых растворов при экстракции хлороформом.

В делительную воронку емкостью 50 мл берут 1-2 мл исследуемого раствора, содержащего 2-150 мкг иона железа (III), помещают на него 6,5 мл HCl ($D=1,19$), 3 мл ДМФА, 5 мл хлороформа и встряхивают в течение 5-10 секунд, затем экстракт переносят в другую делительную воронку. Поверх экстракта помещают растворенный в 5 мл 0,3% хлороформа ПАН (или ПААК, ПААФ), равный 5 мл рН 5, ацетатно-аммиачную буферную смесь, содержащую 0,2 м $NaCl$, и встряхивают в течение 10-15 секунд.

Затем цветной экстракт пропускают через фильтровальную бумагу и выливают в кювету, а на длине волны 555 нм в фотоэлектрокалориметре марки КФК-2 измеряют оптическую плотность относительно аналогового раствора сравнения.

3) Методика определения бромидного комплекса железа с ПАН, ПААК, ПААФ при экстракции хлороформом из чистых растворов.

В делительную воронку емкостью 50 мл берут 1-2 мл исследуемого раствора, содержащего 2-150 мкг иона железа (III), помещают на него 5 мл концентрированного HBr , 3 мл ДМФА, 5 мл хлороформа и встряхивают в течение 10-15 секунд. рН Ацетатно-аммиачный буфер, равный 5, содержащий 0,1 моль $NaBr$, помещают в смесь и встряхивают в течение 10-15 секунд.

Затем цветной экстракт пропускали через фильтровальную бумагу, наливали в кювету и измеряли оптическую плотность на длине волны 570 нм в фотоколориметре марки КФК-2 по сравнению с аналоговым раствором сравнения.

4) Методика определения сурьмы (V) с ПАН в чистых растворах.

Сепаратор емкостью 50 мл помещают в воронку, содержащую 5-150 мкг ионов сурьмы (V), растворяют концентрированную HCl , берут 1 мл исследуемого раствора, добавляют сверху 7 мл дистиллированной воды, 2 мл ДМФА, 5 мл бензола и встряхивают в течение 10-15 секунд, затем воду сливают фазу и добавляют в экстракт растворенный в 5 мл 0,03% бензола. и добавляют 10 мл раствора, содержащего 0,1 моль NaI , 0,1 моль тиомочевины, 0,15 моль ДМФА, 0,2 моль H_2SO_4 и встряхивают в течение 5-10 секунд.

Затем воду сливали в фазу, а экстракт пропускали через фильтровальную бумагу и выливали в кювету. Затем в фотоколориметре марки КФК-2 была измерена длина волны 580 нм, оптическая плотность по отношению к раствору сравнения, приготовленному аналогичным способом. Результаты определения иона сурьмы ПАН в присутствии внешних ионов приведены в таблице 5.

Таблица 5

**Определение сурьмы с ПАН в присутствии посторонних ионов
(взято 20 мкг сурьмы)**

M	M/Sb	M	M/Sb	M	M/Sb
Ag (I)	2 500	Pd (II)	1 000	As (V)	1 000
Ag (I)	5 000 ³	Fe (III)	40 000	Te (VI)	50 000
Cs (I)	10 000	Bi (III)	25 000	Mo (VI)	5 000
Pb (II)	1 000	Al (III)	50 000	W (VI)	500
Pb (II)	10 000	Cr (III)	25 000	V (V)	5 000
Zn (II)	20 000	In (III)	25 000	U (VI)	1 000
Cu (II)	1 000	Ga (III)	10 000	Mn (VII)	2 500
Cu (II)	10 000 ²	Au (III)	1 000	Os (VIII)	1 000
Cd (II)	50 000	Tl (III)	1 000	Cl ⁻	100 000
Ba (II)	50 000	La (III)	1 000	Br ⁻	100 000
Mg (II)	50 000	Rh (III)	10 000	I ⁻	20
Be (II)	50 000	Sn (IV)	50 000	F ⁻	5 000
Ca (II)	50 000	Zr (IV)	50 000	C ₄ H ₆ O ₆	100 000
Hg (II)	50 000	Th (IV)	5 000	C ₃ H ₈ O ₇	40 000
Mn (II)	50 000	Se (IV)	1 000	PO ₄ ⁻³	10 000
Ni (II)	2 000	Ti (IV)	20 000	CS (NH ₂) ₂	1 000
Co (II)	2 000	Pt (IV)	5 000	ЭДТА	1 000
Sr (II)	50 000				

Где М – ион или соединение; М/Sb – допустимое отношение к сурьме по массе; 1 – после однократного промывания экстракта раствором, содержащим 1 М НСl и 20 об. % ДМФА; 2 – после нагревания раствора с осадком на водяной бане 2-3 мин.

5) Методика определения сурьмы (V) с ПААК и ПААФ в чистых растворах.

В делительную воронку берут 1 мл раствора, содержащего 0,5-120 мкг иона сурьмы (V), растворенного в концентрированной НСl, разбавляют дистиллированной водой до 8 мл, добавляют 2 мл ДМФА, 5 мл бензола и встряхивают в течение 10-15 секунд. Вода была измерена по оптической плотности 5 мл 0,03% раствора ПААК (ПААФ) в экстракт путем слива фазы по сравнению с бензольным раствором. Количество сурьмы определяют с

помощью градуированного графика.

При оптимальных условиях экстракции ионов сурьмы (V) ионы таллия (III) и золота (III) частично экстрагируются, при оптимальных условиях комплексообразования иона сурьмы (III) с ПАН, ПААК (или ПААФ) в органической фазе они не образуют комплекса и не препятствуют обнаружению сурьмы.

Третья глава диссертации озаглавлена «Разработка принципиальной технологической схемы селективного извлечения ионов сурьмы (V) и получения ее в чистом виде, а также разработка новых экстракционно-фотометрических методов определения элементов сурьмы и железа в сложных производственных растворах» приводятся описания, обсуждения, выводы и приложения результатов, полученных непосредственно в органической фазе без разделения от сопутствующих элементов. Также, разработана принципиальная технологическая схема селективного извлечения ионов сурьмы (V) в чистом виде.

В делительную воронку отбирали 1–2 мл аликвотной части раствора гидроцефа свинцового завода, приливали 6,0 мл HCl ($d = 1,19$), 3 мл ДМФА, 5 мл хлороформа и встряхивали 10-15 секунд. Затем экстракт сливают в другую делительную воронку, к экстракту добавляют 5 мл 0,3 %-ного хлороформного раствора ПАН, 5 мл ацетатно-аммиачного буферного раствора с $pH = 5$, содержащего 0,2 М $NaCl$ и встряхивали 10-15 с. Окрашенный экстракт фильтровали в кювету через фильтровальную бумагу и измеряли оптическую плотность относительно раствора холостого опыта (табл. 6).

Таблица 6

Результаты определения железа в производственных растворах

Содержание железа, мг/л	Найдено железа, мг/л \bar{x}	S_r	$\Delta \bar{x}$	$\pm \frac{\Delta \bar{x}}{\bar{x}} \cdot 100$
14,00	14,30	0,015	$\pm 0,35$	$\pm 2,44$
45,70	45,12	0,016	$\pm 1,14$	$\pm 2,52$
100,00	102,24	0,014	$\pm 2,32$	$\pm 2,26$
150,00	147,60	0,014	$\pm 3,40$	$\pm 2,30$

Для определения железа в пылях, кеках, доломитах, гранитах, рудах и концентратах (табл. 7) навеску образца (1 гр) помещали в коническую колбу на 250 мл, приливали 20 мл HCl ($d = 1,19$), нагревали на песчаной бане 10 мин., добавляли 10 мл азотной кислоты ($d = 1,4$), смесь выпаривали до влажных солей, добавляли 50–60 мл воды и кипятили до исчезновения мути, после охлаждения отфильтровывали в мерные колбы на 100 мл и разбавляли водой до метки. Из аликвотной части раствора определяли железо как при анализе железа из чистых растворов. Содержание железа определяли по калибровочному графику.

Исследования показали, что хлоридные комплексы ионов сурьмы (V) извлекаются практически полностью (99,9%) в присутствии ДМФА в сильноокислой среде в течение 5-10 секунд.

Таблица 7

**Результаты определения железа в пылях, кеках и концентратах
реагентом ПАН при экстракции хлороформом ($n = 4; p = 0,95$)**

Наименование и № образца	Содержание Fe по паспорту, ($M \cdot 10^2$), %	$(\bar{x} \pm \Delta\bar{x}) \cdot 10^2$, %	$S_r \cdot 10^2$	$\pm \frac{\Delta\bar{x}}{\bar{x}} \cdot 100$
Пыль:				
17978	24,00	$23,70 \pm 0,44$	1,16	$\pm 1,85$
19768	17,00	$17,50 \pm 0,49$	1,77	$\pm 2,80$
Кек:				
17984	4,30	$4,36 \pm 0,17$	2,43	$\pm 3,89$
17983	1,10	$1,30 \pm 0,05$	2,48	$\pm 3,84$
Концентрат:				
2191 – 17	0,46	$0,59 \pm 0,02$	0,95	$\pm 3,39$
2192 – 17	0,27	$0,28 \pm 0,01$	1,90	$\pm 3,57$

При изучении влияния посторонних ионов в оптимальных условиях экстракции ионов сурьмы (V) наблюдалось частичное извлечение ионов таллия (III) и золота (III), причем эти ионы осаждались в водной фазе ионами таллия (III) с тионалида, ионов золота (III) и обратно в галогенид металла с сульфитом натрия. Ионы сурьмы (V) полностью экстрагировали и разделяли в хлороформе.

Опыты показали, что соотношения водно-органических фаз не изменяются до соотношения 50:1, а влияние сильных восстановителей (реагентов) на чистое разделение иона сурьмы (V) в органической фазе на металлическую состояние изучено. Среди реэкстрагентов степень извлечения солевыми растворами наиболее сильных ионов хрома (II) и ванадия (II) составила 99,9%. Время повторной экстракции в 1 минуту было достаточным.

На основании вышеизложенных данных разработана принципиальная технологическая схема концентрирования и селективного извлечения ионов сурьмы (V) из солевых растворов минеральных кислот, содержащих ионы сурьмы (V) в технологических процессах и ее избирательного извлечения в органическую фазу. Разработанная принципиальная технологическая схема представлена на рисунке 3.

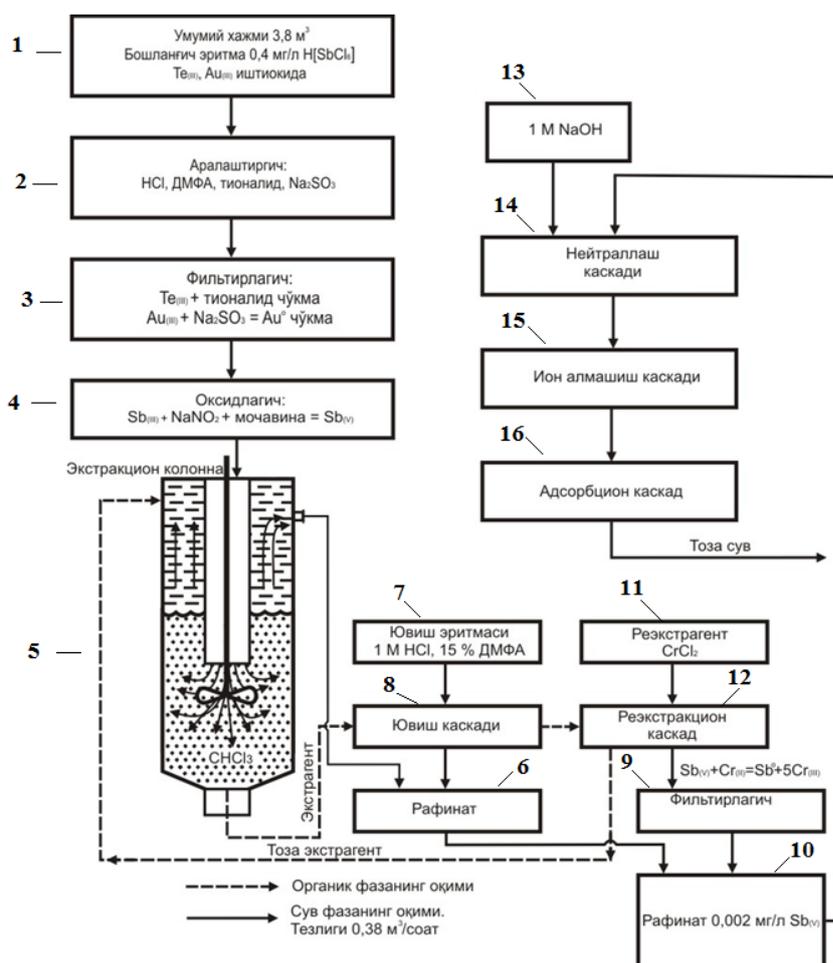


Рис.3. Принципиальная технологическая схема экстракционного извлечения ионов сурьмы (V) и получение ее в чистом виде: 1-Емкость для исходного раствора; 2- Смеситель; 3,9-Фильтрационный каскад; 4-Окислительный каскад; 5-Экстракционная колонна; 6,10- Емкость для рафината; 7,13-Емкость для промывочного раствора; 8-Промывочный каскад; 11-Емкость для реэкстрагента; 12-реэкстракционный каскад; 14- Каскад нейтрализации; 15- Ионообменный каскад; 16-Адсорбционный каскад.

Таким образом, затраты на извлечение чистой сурьмы в присутствии хлороформа составили 2 817 204,4 сум, в том числе 22 % всех прочих затрат. Ожидаемая экономическая эффективность разработанной технологии составила 59 159 200 сум в год.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Впервые, 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН), 5-(2-пиридилазо)-2-моноэтилпарааминокрезол (ПААК), 2-(2-пиридилазо)-5-диэтилметааминофенол (ПААФ) азокрасители для ионов железа (III) и сурьмы (V) с его помощью созданы новые экстракционно-фотометрические методы обнаружения, отличающиеся избирательностью, простотой и быстротой от существующих методов.

2. Определены условия селективной экстракции галогенидных

комплексных ионов железа (III) и сурьмы (V) в инертные органические растворители, найдены условия селективной экстракции ионов железа (III) из сильно кислой среды в хлороформ и бензол в присутствии галогенид-иона (роданид-ионов) и ДМФА. Выявлены условия селективной экстракции ионов сурьмы (V) из сильно кислой среды в бензол и хлороформ в присутствии хлорид-ионов и ДМФА. Показана селективная экстракция ионов сурьмы (V) при встряхивании фаз в течение 5-10 секунд на 0,3-3,0 М H_2SO_4 на 0,6-6,0 М NaCl и 18-20% (по объему) ДМФА.

3. Определен состав галогенидных комплексов ионов железа (III) и сурьмы (V) в органической фазе и доказана их экстракция до бензола и хлороформа из сильно кислой среды по механизму гидрат-сольвата в присутствии галогенид-иона и ДМФА.

4. Обнаружены условия комплексообразования ионов железа (III) и сурьмы (V) в органической фазе с гетероциклическими азокрасителями, показано их образование сплошного цветного комплекса в органической фазе с азокрасителями ПАН, ПААК и ПААФ в диапазоне pH 2-6. Определены спектрофотометрические характеристики комплексов, заряды комплексных соединений и идентифицировано их строение методом ИК-спектроскопии.

5. Получены спектрофотометрические характеристики комплексных соединений, образованных ионами железа (III) и сурьмы (V) с азокрасителями, ИК-спектры комплексных соединений для идентификации зарядов и микроструктур.

6. Впервые новые экстракционно-фотометрические методы обнаружения ионов железа (III) и сурьмы (V) были опробованы в производственных растворах, концентратах, порошках и жмыхах, а также в модельных растворах, приготовленных на образцах железосодержащих руд, горных пород, цинка-кадмия и свинца без выделения их из внешних элементов. Полученные методы рекомендованы в лабораториях предприятий для фотометрического определения ионов железа и сурьмы в порядке осаждения, разделения и добавления азокрасителей в органическую фазу.

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

**TASHKENT STATE TECHNICAL UNIVERSITY NAMED AFTER
I.KARIMOV**

RAKHMATULLAEVA NARGIZA TULKUNOVNA

**DEVELOPMENT OF METHODS FOR SELECTIVE EXTRACTION OF
IRON AND ANTIMONY ELEMENTS AND THEIR PHOTOMETRIC
DETERMINATION WITH HETEROCYCLIC AZO COMPOUNDS
DIRECTLY IN THE ORGANIC PHASE**

**02.00.02 – Analytical chemistry
03.00.10 – Ecology**

**DOCTOR OF PHILOSOPHY (PhD) DISSERTATION
CHEMISTRY BY SCIENCES**

Tashkent - 2023

The theme of dissertation of doctor of philosophy (PhD) on the technical sciences was registered at the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under number B2022.3.PhD/K.531

The dissertation has been carried out at the Tashkent State Technical University.

The abstract of dissertation is posted in three languages (Uzbek, Russian, English (abstract)) on the Scientific Council website www.tkti.uz and on the website of «ZiyoNet» information and educational portal www.ziynet.uz

Research supervisor: **Giyasov Anvar Sharipovich**
Candidate of Chemical Sciences, Associate professor

Rakhimova Latofat Sobirjanovna
doctor of Technical Sciences, professor

Official opponents: **Turabov Nurmuhammad**
candidate of Chemical Sciences, professor

Mukhamedov Kobiljon Gofurovich
doctor of chemical sciences, professor

Leading organization: **Uzbek Scientific Research Chemical and Pharmaceutical Institute named after A. Sultanov**

The defense of the dissertation will take place on «25» «02» 2023 y in «11⁰⁰» at the meeting of the Scientific Council DSc 03/30.12.2019. K.01.03 at the National University of Uzbekistan (Address: 100174, Tashkent, University street, 4. Tashkent, Phone: (+ 99871) 246-07-88, (+99871) 227-12-24, fax (+99871) 227-12-24. e-mail: chem0102@mail.ru).

The dissertation has been registered at the Informational Resource Center of National University of Uzbekistan under № 29 (Address: 100174, 32, University street, 4. Tashkent, Administrative Building of the National University of Uzbekistan, Phone: (+99871) 246-07-88, (+ 99871) 227-12-24).

The abstract of the dissertation has been distributed on «9» february 2023 year
Protocol at the register № 1 dated «06» 02 2023 year


Z.A. Smanova
Chairman of the scientific Council
on awarding scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences, professor

M.A. Makhkamov
Scientific Secretary of the scientific Council
for awarding the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences, professor


N.Kh. Kutlimorodova
Chairman of the scientific seminar under
scientific Council for awarding the
scientific degrees Doctor of Chemical
Sciences, acting professor

INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

The aim of the research work is to create methods for selective extraction separation of iron and antimony elements and photometric determination of them directly in the organic phase with heterocyclic azo compounds.

The objects of the research are industrial solutions, waste water, rocks, ores, concentrates, alloys and other materials with complex chemical composition.

The scientific novelty of the dissertational research is:

optimal conditions for the selective extraction of iron (III) and antimony (V) ions into inert organic solvents were found for the first time, selective extraction based on the hydrate-solvate mechanism was shown;

optimal conditions for the formation of iron (III) and antimony (V) ions in the organic phase in combination with heterocyclic azo dyes have been determined;

for the first time, new, selective, sensitive, fast and simple methods of extraction-photometric detection were created for the elements iron (III) and antimony (V);

microstructural structures of complex compounds formed by iron (III) and antimony (V) ions with azo dyes (PAN, PAAC, PAAF) have been determined;

A newly created extraction-photometric method has shown that iron (III) and antimony (V) ions in industrial wastewater can be quickly detected;

environmental assessment of iron (III) and antimony (V) ion levels in reservoirs and industrial wastewater.

Implementation of the research results. Based on the obtained scientific results on the determination of iron and antimony ions using azo dyes:

the developed new extraction-photometric detection methods have been put into practice for detection using azo dyes in the laboratories of urban water supply networks at the Boz-Su water intake Tashkent City Water Supply LLC (certificate of Uzsuvtaminot JSC dated April 13, 2022 No. 2/8-919). As a result, it was shown that the indicators of iron (III) and antimony (V) ions in the laboratory of the enterprise can be quickly determined using the created method;

The developed photometric method has been implemented in the practice of Almalyk MMC (Almalyk MMC Handbook No. AA-007115 dated October 25, 2022). As a result, photometric detection of iron and antimony ions in ores, cakes and concentrates was obtained by precipitation, separation and azo dyes in the organic phase.

The structure and volume of the thesis.

The dissertation work consists of an introduction, four chapters, a conclusion, a bibliography and annexes. The volume of the thesis is 120 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLICATIONS

I бўлим (I часть; I part)

1. Рахматуллаева Н.Т., Турабджанов С.М., Гиясов А.Ш., Рахимова Л.С. Избирательное экстракционное извлечение сурьмы (V) и фотометрическое определение её с 2-(2-пиридилазо)-5-диэтиламинофенолом (ПААФ) непосредственно в органической фазе // *Universum: химия и биология: электрон. научн. журн.* 2021. № 4(82)., С.31-39 (02.00.00. №2)

2. Рахматуллаева Н.Т., Турабджанов С.М., Отакузиева С.А., Гиясов А.Ш. Избирательная экстракция золота (III) инертными органическими растворителями и определение его спектрофотометрическим и атомно-абсорбционным методами // *Ўзбекистон кимё журнали*, Тошкент 2020. №1. - С.87-95 (02.00.00. №6).

3. Рахматуллаева Н.Т., Турабджанов С.М., Отакузиева С.А., Гиясов А.Ш., Рахимова Л.С. Экстракционно-фотометрическое определение висмута III с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом// *Химия и химическая технология*, Тошкент 2019. №2, -С.66-73 (02.00.00. №3).

4. Рахматуллаева Н.Т. Избирательная экстракция ионов железа (III) и фотометрическое определение его в органической фазе// *Ўзбекистон кимё журнали*, Тошкент 2022. №1. -С.76-85 (02.00.00. №6).

5. Рахматуллаева Н.Т., Турабджанов С.М., Гиясов А.Ш., Рахимова Л.С. Избирательное экстракционное извлечение меди (II) и комплексообразование её с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом (ПАН) в органической фазе. Композицион материаллар, Тошкент 2022. №2, -С.40-44 (02.00.00. №4).

6. Рахматуллаева Н.Т., Турабджанов С.М., Гиясов А.Ш., Рахимова Л.С. Избирательное экстракционное извлечение золота (III), таллия (III), сурьмы (V) и определение их с основными красителями непосредственно в органической фазе// *Ўзбекистон кимё журнали*, Тошкент 2022. №2, -С.74-87 (02.00.00. №6).

7. *Rahmatullayeva N.T., Karabaeva Z.T., Safayev U.A., Aripova M.M., Rasuleva P.X. Peculiarities of the Interaction of Dimethylaminoethyl Methacrylate with Alkyl Esters of Halogenacetic Acids// International Journal of Technology and Exploring Engineering (IJEAT). Volume: 8, Issue: 5, P.1928-1932 (05.00.00; №8).*

II бўлим (II часть; II part)

8. Рахматуллаева Н.Т. Избирательное экстракционное извлечение железа (III) и спектрофотометрическое определение его непосредственно в органической фазе. «*Kimyo va kimyoviy texnologiya yo'nalishidagi dolzarb muammolar*». Respublika miqyosidagi yosh olimlar uchun tashkil etilayotgan onlayn ilmiy va ilmiy-amaliy anjumani, Toshkent 2021 yil 20-21 dekabr. -С.242-243.

9. Рахматуллаева Н.Т., Гиясов А.Ш. Селективная экстракция сурьмы (V) инертными органическими растворителями и определение её с 1-(2-

пиридилазо)-2-нафтолом (ПАН) в органической фазе. “Фан ва техника тараққиётида интеллектуал ёшларнинг ўрни” мавзусидаги ёшларнинг Республика илмий-техникавий анжумани, Тошкент 2020 . -С. 247-249.

10. Рахматуллаева Н.Т., Гиясов А.Ш., Рахимова Л.С. Избирательный экоаналитический экстракционно-спектрофотометрический метод определения железа (III) с роданид-ионами. Бердақ номидаги Қорақалпоқ давлат университети Инновацион техника ва технологияларнинг атроф муҳит муҳофазаси соҳасидаги муаммо ва истиқболлари Мавзусидаги халқаро илмий-техник анжумани. Илмий ишлар тўплами, 2-том, 17-19 сентябрь, Тошкент 2020. Б. 202-204.

11. Рахматуллаева Н.Т., Абдуллаева Д.К., Гиясов А.Ш., Рахимова Л.С. Избирательное экстракционно-фотометрическое определение сурьмы с 1-(2-пиридиназо)-2-нафтолом (ПАН) непосредственно в органической фазе. Бердақ номидаги Қорақалпоқ давлат университети Инновацион техника ва технологияларнинг атроф муҳит муҳофазаси соҳасидаги муаммо ва истиқболлари Мавзусидаги халқаро илмий-техник анжумани. Илмий ишлар тўплами, 2-том, 17-19 сентябрь, Тошкент 2020. С. 115-117.

12. Рахматуллаева Н.Т., Турабджанов С.М., Гиясов А.Ш., Рахимова Л.С. Избирательное экстракционное извлечение сурьмы (V) и фотометрическое определение её с 2-(2-пиридилазо) -5-диэтиламинофенолом (ПААФ) непосредственно в органической фазе. Сборник трудов международной научно-технической конференции «Актуальные проблемы инновационных технологий в развитии химической, нефте-газовой и пищевой промышленности» 25-26 мая, Ташкент 202. С. 446.

13. Рахматуллаева Н.Т., Гиясов А.Ш. Избирательный и высокочувствительный экстракционно-фотометрический метод определения микроконцентрации экотоксиканта железа (III) с 5- (пиридилазо) - 2- (моноэтиламино-паракрезолом) (ПААК). «Инновационные разработки и перспективы развития химической технологии силикатных материалов» посвященная 90-летию со дня основания лаборатории химии и химической технологии силикатов АН РУЗ, памяти заслуженного деятеля науки Узбекистана, д.х.н., проф. *Н.А.Сиражиддинова* и приуроченный международному году «*Стекло-2022*» 15-16 января. Ташкент 2022. С. 498-501.

14. Рахматуллаева Н.Т., Гиясов А.Ш. Экстракционно-фотометрическое определение висмута III с 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом (ПАН). Академик Т.Миркомилонинг 80 йиллигига бағишланган университет миқёсидаги талаба ва ёш олимларнинг илмий-тадқиқот ишларида “Инновацион ҳоյлар ва технологиялар” мавзусидаги илмий-амалий анжуман 17-18 май 2019. С. 64-67.

15. Rakhmatullaeva N.T., Turabdzhanov S.M., Giyasov A.SH. and Rakhimova L.S. Selective extraction of iron (III) and its spectrophotometric determination directly in the organic phase. International Conference on Water: From pollution to purification (ICW-2020) December 12-14, 2020 (ONLINE) Organized by Inter University Instrumentation Centre (IUIIC) School of Environmental Sciences, Advanced Centre of Environmental Studies and Sustainable Development (ACCESSD)

& Society of Environmental Chemistry and Allied Sciences (SECAS). Mahatma Gandhi University, Kottayam, Kerala, India. – P. 95-96.

16. Рахматуллаева Н.Т., Турабджанов С.М., Кеделбаев Б.Ш., Гиясов А.Ш., Рахимова Л.С. Избирательная экстракция хлоридного комплекси железа(III) и комплексообразование его с 5-(пиридилазо)-2-(моноэтиламино-паракрезол) (ПААК) непосредственно в органической фазе. Сборник тезисов докладов второй международной симпозиум «химия для биологии, медицины, экологии и сельского хозяйства» II INTERNATIONAL SYMPOSIUM ISCHEM 2021 г. Санкт-Петербург 6 - 8 декабря 2021 г. С. 88-90.

17. Rakhmatullayeva N., Safaev M., Mukhamedjanov M., Ibragimov N., Rakhimova L. Sorption and Catalytic Method of Cleaning of Gas Emissions from Heterocyclic Connections - Products of Incomplete Oxidation. International Journal of Advanced Research in Science, Engineering and Technology. Volume 6, Issue 4, April 2019. P. 8808-8811.

18. Рахматуллаева Н.Т., Абдуллаева Д.К., Гиясов А.Ш., Рахимова Л.С. Избирательная экстракция йодидного комплекса серебра (I) и комплексообразование его с дитизоном в органической фазе. Бердақ номидаги Қорақалпоқ давлат университети Инновацион техника ва технологияларнинг атроф муҳит муҳофазаси соҳасидаги муаммо ва истиқболлари Мавзусидаги халқаро илмий-техник анжумани. Илмий ишлар тўплами, 1-том, 17-19 сентябрь, Тошкент 2020. С.113-115.

19. Rakhmatullaeva N.T., Turabdzhhanov S.M., Lieberzeit P., Giyasov A.Sh., Rakhimova L.S. Selective extraction of iron chloride complex (III) and its direct complexization from 5-(pyridilazo)-2-(monoethylamine-paracresol) (ПААС) in the organic phase. Technical science and innovation, № 1/2021. С. 28-36. (05.00.00).

20. Рахматуллаева Н.Т., Отакузиева В.У., Турабджанов С.М., Гиясов А.Ш. Определение золота (III) в виде хлоридного комплексного иона спектрофотометрическим и атомно-абсорбционным методами. “Муҳандислик коммуникациялари соҳасида инновацион технологияларини жорий қилишнинг муаммо ва ечимлари”, М.Улуғбек номидаги Самарқанд давлат архитектура-қурилиш институти, Волгоград давлат техника университети, Белорусс миллий техника университети, 2020 йил, 21-22 май. С. 206-209.

21. Рахматуллаева Н.Т., Гиясов А.Ш. Избирательная экстракция роданидного комплекса железа (III) инертными органическими растворителями и спектрофотометрическое определение его в органической фазе. “Фан ва техника тараққиётида интеллектуал ёшларнинг ўрни” мавзусидаги ёшларнинг Республика илмий-техникавий анжумани, Тошкент 2020. С. 245-247.

22. Рахматуллаева Н.Т., Гиясов А.Ш. Пиридиновые оксиазосоединения как экстракционно-фотометрические реагенты и применение их в аналитической химии, Актуальные проблемы химии природных соединений. 2019. С.51.