

**SHAROF RASHIDOV NOMIDAGI SAMARQAND DAVLAT  
UNIVERSITETI HUZURIDAGI ILMIY DARAJALAR BERUVCHI  
PhD.03/30.12.2019.K.02.05 RAQAMLI ILMIY KENGASH**

---

**SHAROF RASHIDOV NOMIDAGI SAMARQAND DAVLAT  
UNIVERSITETI**

**XUSANOV BAXROM MENGDOVULOVICH**

**NIKEL(II) VA MIS(II) IONLARINI ANIQLASHNING  
SPEKTROFOTOMETRIK USULLARINI ISHLAB CHIQISH**

**02.00.02 – Analitik kimyo**

**KIMYO FANLARI BO‘YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD) DISSERTATSIYASI  
AVTOREFERATI**

**Samarqand – 2024**

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

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

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

**Xusanov Baxrom Mengdovulovich**

Nikel(II) va mis(II) ionlarini aniqlashning spektrofotometrik usullarini ishlab  
chiqish..... 3

**Хусанов Бахром Менгдовулович**

Разработка спектрофотометрических методов определения ионов  
никеля(II) и меди(II)..... 21

**Khusanov Bakhrom Mengdovulovich**

Elaboration of spectrophotometric methods for the determination nickel(II) and  
copper(II) ions ..... 41

**E‘lon qilingan ishlar ro‘yxati**

Список опубликованных работ  
List of published works ..... 44

**SHAROF RASHIDOV NOMIDAGI SAMARQAND DAVLAT  
UNIVERSITETI HUZURIDAGI ILMIY DARAJALAR BERUVCHI  
PhD.03/30.12.2019.K.02.05 RAQAMLI ILMIY KENGASH**

---

**SHAROF RASHIDOV NOMIDAGI SAMARQAND DAVLAT  
UNIVERSITETI**

**XUSANOV BAXROM MENGDOVULOVICH**

**NIKEL(II) VA MIS(II) IONLARINI ANIQLASHNING  
SPEKTROFOTOMETRIK USULLARINI ISHLAB CHIQISH**

**02.00.02 – Analitik kimyo**

**KIMYO FANLARI BO‘YICHA FALSAFA DOKTORI (PhD) DISSERTATSIYASI  
AVTOREFERATI**

**Samarqand – 2024**

Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi mavzusi O'zbekiston Respublikasi Oliy ta'lim, fan va innovatsiyalar vazirligi huzuridagi Oliy attestatsiya komissiyasida B2023.3.PHD/K664 raqam bilan ro'yxatga olingan.

Dissertatsiya Sharof Rashidov nomidagi Samarqand davlat universitetida bajarilgan.  
Dissertatsiya avtoreferati uch tilda (o'zbek, rus, ingliz (rezume)) Ilmiy kengash veb-sahifasida (www.samdu.uz) va «ZiyoNET» Axborot ta'lim portalida (www.ziynet.uz) joylashtirilgan.

**Ilmiy rahbar:** Turabov Nurmuxammad Turabovich  
kimyo fanlari nomzodi, professor

**Rasmiy opponentlar:** Abduraxmanov Ergashboy  
kimyo fanlari doktori, professor

Yaxshiyeva Zuxra Ziyatovna  
kimyo fanlari doktori, professor

**Yetakchi tashkilot:** Toshkent farmatsevtika instituti

Dissertatsiya himoyasi Sharof Rashidov nomidagi Samarqand davlat universiteti huzuridagi PhD.03/30.12.2019.K.02.05 raqamli Ilmiy kengashning 2024-yil «25» oktabr soat 13<sup>00</sup> dagi majlisida bo'lib o'tadi. (Manzil: 140104, Samarqand sh., Universitet xiyoboni, 15-uy, Biokimyo instituti binosi, 2-qavat, 20 xona. Tel.: (+99866) 239-12-47; faks: (0366) 239-11-40; e-mail: devonxona@samdu.uz).

Dissertatsiya bilan Sharof Rashidov nomidagi Samarqand davlat universitetining Axborot-resurs markazida tanishish mumkin (94 raqam bilan ro'yxatga olingan). (Manzil: 140104, Samarqand shahri, Universitet xiyoboni, 15-uy. Tel.: (+99866) 239-11-51).

Dissertatsiya avtoreferati 2024-yil «14» oktabr kuni tarqatildi.  
(2024-yil «14.10» dagi № 8 raqamli reyestr bayonnomasi).



**A.M.Nasimov**  
Ilmiy darajalar beruvchi ilmiy kengash  
raisi, k.f.d., professor

**J.R.Uzoqov**  
Ilmiy darajalar beruvchi ilmiy kengash  
kotibi, k.f.d. (PHD)

**E.Abdurahmonov**  
Ilmiy darajalar beruvchi ilmiy kengash  
qoshidagi ilmiy seminar raisi, k.f.d.,  
professor.

## KIRISH (falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi annotatsiyasi)

**Dissertatsiya mavzusining dolzarbligi va zarurati.** Dunyoda ilm-fan, texnika, tibbiyot, atrof-muhit, oziq-ovqat va ishlab chiqarish mahsulotlarining turli xil sanoat chiqindilari hamda og‘ir va zaharli metall ionlari bilan ifloslanishi ijtimoiy-iqtisodiy ahamiyatga ega bo‘lgan kuchli ekologik muammolarni keltirib chiqarayotganligi sababli, ularni kelib chiqishini oldini olish asosiy vazifalardan biri hisoblanadi. Sanoatda og‘ir va zaharli metall ionlaridan oqilona foydalanish hamda ularning mikromiqdorini aniqlashda ekspress, arzon va selektiv bo‘lgan yangi uslublarni ishlab chiqish hamda nazorat qilish bo‘yicha keng qamrovli ishlar olib borilmoqda. Olib borilayotgan dasturiy chora-tadbirlar asosida tabiiy suvlar, rudalar, sanoat chiqindi mahsulotlari tarkibidan Ni(II) va Cu(II) ionlarini miqdoriy aniqlash uslublarini ishlab chiqish muhim amaliy ahamiyat kasb etadi.

Jahonda olib borilayotgan tadqiqotlarda og‘ir va zaharli metall ionlarini eritma holatida hamda qattiq fazali immobillangan shaffof jelatina plyonkasi yordamida spektrofotometrik aniqlash usullari bilan tabiiy va oqova suvlar tarkibidan aniqlash, rudalar va sanoat chiqindilaridan ajratib olish, ularning tarkibini aniqlashning tanlab ta’sir etuvchan va yuqori sezgir usullarini ishlab chiqish bo‘yicha ilmiy tadqiqotlar olib borilmoqda. Dunyoning yetakchi olimlari tomonidan og‘ir va zaharli metall ionlarini, jumladan, Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlashda yangi kompleks hosil qiluvchi funksional analitik guruhlari saqlagan organik analitik reagentlarni qo‘llash orqali yuqori sezgirlikni, selektivlikni va ekspresslikni oshirishga alohida e’tibor berilmoqda.

Mamlakatimizda kimyo sanoatida yangidan-yangi turdagi materiallar ishlab chiqarish yo‘nalishida ma’lum natijalarga erishildi, jumladan mahalliy bozorni import o‘rnini bosuvchi kimyoviy reagentlar bilan ta’minlash sohasida keng ko‘lamli tadbirlar amalga oshirildi. Ta’kidlash joizki, Respublikamizda, innovasion texnologiyalarni tadbir etish orqali sanoat ob’ektlarini yuritishning ilmiy asoslangan tizimi va atrof muhitini muhofaza qilishning chora-tadbirlarini amalga oshirishga katta e’tibor qaratilmoqda. O‘zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo‘yicha Harakatlar strategiyasida<sup>1</sup> «Mahalliy xomashyo resurslarini chuqur qayta ishlash asosida, yuqori qo‘shimcha qiymatli tayyor mahsulot ishlab chiqarishni yanada jadallashtirish, sifat jihatdan yangi mahsulot va texnologiya turlarini o‘zgartirishga» qaratilgan muhim vazifalar belgilab berilgan. Bu borada respublikamizda nikel va mis kabi og‘ir va zaharli metall ionlarining kimyo, aviasiya, tibbiyot, xalq xo‘jaligi sanoatlarida keng qo‘llanilganligi sababli, ularni aniqlashning zamonaviy, ishonchli, ekspress va iqtisodiy jihatdan arzon usullarini yaratish muhim ahamiyatga ega.

O‘zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017-yil 7-fevraldagi «2017-2021 yillarda O‘zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo‘yicha Harakatlar strategiyasi to‘g‘risida»gi PF-4947-sonli Farmoni va 2019-yil 3-apreldagi «Kimyo sanoatini yanada isloh qilish va uning investitsiyaviy jozibadorligini oshirish chora-tadbirlari to‘g‘risida»gi PQ-4265-sonli Qarori ijrosini ta’minlashda hamda mazkur faoliyatga tegishli boshqa me’yoriy-huquqiy hujjatlarda belgilangan vazifalarni

---

<sup>1</sup> O‘zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017-yil 7-fevraldagi PF-4947-son “O‘zbekiston Respublikasi Respublikasini yanada rivojlantirish bo‘yicha Harakatlar strategiyasi to‘g‘risida” gi Farmoni

amalga oshirishda ushbu dissertasiya tadqiqoti natijalari muayyan darajada xizmat qiladi.

**Tadqiqotning Respublika fan va texnologiyalari rivojlanishi ustuvor yo‘nalishlariga mosligi.** Mazkur tadqiqot Respublika fan va texnologiyalar rivojlanishining VII. “Kimyoviy texnologiyalar va nanotexnologiyalar” ustuvor yo‘nalishiga muvofiq bajarilgan.

**Muammoni o‘rganganlik darajasi:** Bu sohada ishlariga eng ko‘p havolalar qilingan quyidagi chet el va MDH davlatylari olimlari: Miao Wang (Xitoy), E.G.Vergara (Angliya), Al-Da‘amy (Iroq), Jibran Iqbal (Xitoy), R.S.Lokhande (Xindiston), R.A.Nalawade (Xindiston), Y.Liu (Xitoy), Ya Bazel, M.H.Youcef, M.S.Jeoung, H.S Choi (Yaponiya), S. Z.Mohammadi, S.M. Yassen va boshqalarni keltirib o‘tish mumkin. MDH mamlakatlarining bir qator olimlari: Yu.A.Zolotov, V.Ivanov, F.M.Chyragov, A.N.Vernigora Ali Zalov, S.A.Zabolotnix, A.V.Bulatov, Yu.B.Elchisheva, S.B.Savvin, N.A. Gavrilenko, N. V.Volkova, I.F.Dolmanova, N.A.Verdizade (Azarboyjon), L.A.Sarafanova, S.G.Dmitrienko (Ukraina) va boshqalar og‘ir va zaharli metall ionlarini, shuningdek nikel(II) va mis(II) ionlarini spektrofotometrik aniqlashning rivojlantirilishiga o‘zlarining salmoqli hissalarini qo‘shganlar.

Ularning safidan zamonaviy o‘zbek olimlari ham keng o‘rin olgan, ayniqsa, akademik Sh.T.Tolipov tomonidan Respublika va O‘rta Osiyoda analitik kimyogarlar maktabi yaratildi va uning a‘zolari o‘z ishlarini og‘ir va zaharli metall ionlarini optik va elektrokimyoviy analiz metodlariga, fotometrik, spektrofotometrik, kompleksonometrik, inversion-voltamperometrik, amperometrik va boshqa analiz metodlariga bag‘ishladi, V.A.Xadeyev, A.K.Jdanov, R.X.Djiyanbayeva, N.B.Babayev, A.T.Tashxodjaye, T.Q.Xamraqulov, A.M.Gevorgyan, K.Z.Raxmatullayev, Ye.L.Krukovskaya, I.P.Shesterova, L.V.Chaprasova, X.X.To‘rayev, O.F.Fayzullayev, N.T.Turabov, Z.A.Smanova, A.M.Nasimov, E.Abduraxmanov va boshqalar nomlari shu yo‘nalishning bevosita rivojlanishi bilan bog‘liq. Yuqoridagilarning barchasi yangi organik analitik reagentlar bilan bog‘liq, amaliyotda ekologik va analitik maqsadlarda Ni(II) va Cu(II)ni spektrofotometrik aniqlashda ilmiy – tadqiqot ishlari uchun keng imkoniyatlar yaratilishidan dalolat beradi.

**Dissertatsiya mavzusining bajarilgan oliy ta‘lim muassasasining ilmiy-tadqiqot rejalari bilan bog‘liqligi.**

Dissertasiya tadqiqoti Samarqand davlat universitetining ilmiy-tadqiqot ishlari rejasining OT-F7-84 “Kimyoviy sensorlarning yangi avlodi uchun gazsezgir materiallarni yaratishning nazariy asoslarini tadqiq qilish” mavzusidagi (2016-2020 yy) fundamental loyiha doirasida bajarilgan.

**Tadqiqot maqsadi** Ni(II) va Cu(II) ionlarini eritma holatida va qattiq fazali immobillangan shaffof jelatina plyonkasi yordamida spektrofotometrik aniqlash uslublarini ishlab chiqishdan iborat.

**Tadqiqot vazifalari** Ni(II) va Cu(II) ionlarini mikro- va makromiqdorlarini aniqlashda yangi azoreagent 4-gidroksi-3-(4-sulfonato-1-naftilazo)-1-naftalinsulfonatning dinatriyli tuzidan (4-GOKSNN) foydalanish va u bilan rangli komplekslar hosil bo‘lishining eritmada va immobillangan shaffof jelatina plyonkasi sirtida optimal sharoitlarini aniqlash;

4-GOKSNN va uning metall ionlari bilan hosil qilgan komplekslarining fizik-kimyoviy xossalari, spektral tavsiflari, haqiqiy molyar soʻndirish koeffisienti, kompleks birikmalarning tarkibiy mollar nisbati va muvozanat konstantalarini aniqlash;

darajalangan grafikning toʻgʻri chiziq tenglamasi va tekshirilayotgan analitik reaksiyalarning selektivligini turli xil ionlar ishtirokida eritmada va immobillangan jelatina plyonkasi asosida tekshirish hamda sunʼiy binar, murakkab aralashmalar, rudalar, standart sanoat qotishmalari va biologik obyektlar hamda real tabiiy obʼyektlar tarkibidan Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlash;

ishlab chiqilgan metodikalarning toʻgʻriligi va qayta tiklanuvchanligi “kiritildi-topildi” metodi yordamida aniqlash, Ni(II) va Cu(II) ionlarini quyi aniqlanish chegarasini oʻrnatish hamda olingan natijalarini metrologik baholash;

Ni(II) va Cu(II) ionlarini eritmada va qattiq fazali immobillangan shaffof jelatina plenkasi yordamida yangi azo reagent 4-GOKSNN bilan spektrofotometrik aniqlash uslublarini tavsiya qilish;

ishlab chiqilgan uslublarni laboratoriya sharoitlarida sinovdan oʻtkazish va real obyektlar tarkibidan Ni(II) va Cu(II) ionlarini spektrofotometrik aniqlashning yangi uslublarini ishlab chiqish hamda turli murakkab obyektlar va materiallar analizining ratsional yechimlarini izlashda qoʻllash;

**Tadqiqotning obyekti** sifatida turli xil tarkibli sunʼiy aralashmalar sanoat qotishmalarining standart namunalari, biologik obyektlar va polimetall ruda namunasi tanlangan.

**Tadqiqotning predmeti** sifatida Ni(II) va Cu(II) hamda ularning atrof-muhit obyektlaridagi birikmalari hisoblanadi.

**Tadqiqotning usullari:** tadqiqot jarayonida fotometrik, spektrofotometrik, qattiq fazali fotometrik, potensiometrik, IQ-,  $^1\text{H-NMR}$ -spektroskopiyasi, Raman spektroskopiyasi, kvant-kimyoviy va olingan natijani statistik qayta hisoblash usullaridan foydalanilgan.

**Tadqiqotning ilmiy yangiligi** quyidagilardan iborat:

ilk bor yangi selektiv organik analitik reagent 4-GOKSNN ning molyar soʻndirish koeffisienti va dissosilanish konstantasi aniqlangan;

spektrofotometrik uslub yordamida Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4-GOKSNN bilan kompleks hosil qilish reaksiyalarining haqiqiy molyar soʻndirish koeffisienti va muvozanat konstantalari hisoblab topilgan;

ilk bor Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4-GOKSNN bilan eritmada va immobillangan jelatina plyonkasi yordamida aniqlash uslublari yaratilgan;

ishlab chiqilgan Ni(II) va Cu(II) ionlarini spektrofotometrik aniqlash usulining sunʼiy model, murakkab tarkibli aralashmalar, real tabiiy obyektlar, hamda sanoat qotishmalarining standart namunalari tarkibidan aniqlashning selektivligi oshganligi isbotlangan;

ilk bor jelatina plyonkasi asosidagi qattiq fazaga immobillangan 4-GOKSNN ning Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlashda analitik sensor sifatida qoʻllash orqali konsentrlash va aniqlashni birgalikda bajarish imkoniyati yaratilgan hamda aniqlash uslublarining metrologik tavsiflari: tanlab taʼsir etuvchanlik, aniqlik, natijalarning ishonchlilik ehtimolligi va xatolik bir necha baravarga kamaytirilganligi isbotlangan.

### **Tadqiqotning amaliy natijalari** quyidagilardan iborat:

Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4GOKSNN reagenti bilan kompleks hosil bo'lish reaksiyalarida optimal sharoitlari; muhit kislotaliligi, metall ionlari va reagent-ning konsentratsiyasi va boshqa analitik hamda metrologik tavsiflari aniqlangan;

Ni(II) va Cu(II) ionlarini binar va yanada murakkab aralashmalarda, sanoat namunalaridan, tabiiy suvlar, minerallar va boshqa ob'yektlar tarkibidan 4-GOKSNN reagenti bilan aniqlashning yuqori sezgir, ekspress, iqtisodiy jihatdan arzon, tanlab ta'sir etuvchan metodikalari ishlab chiqilgan;

Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4-GOKSNN reagenti bilan binar, sun'iy aralashma va murakkab bo'lgan real ob'yektlar hamda alyuminiy va mis asosidagi sanoat qotishmalari tarkibidan selektiv spektrofotometrik aniqlash uslubi yaratilgan.

**Olingan natijalarining ishonchligi.** fotomeriya, spektrofotometriya, potensiometriya, IQ-, <sup>1</sup>H-NMR hamda Raman spektroskopiyasi kabi zamonaviy fizik-kimyoviy uslublar hamda kvant-kimyoviy hisoblashlar bilan isbotlangan. Xulosalar matematik statistika uslublari bilan qayta hisoblangan tajriba natijalari tahlil qilingan.

### **Tadqiqot natijalarining ilmiy va amaliy ahamiyati.**

Tadqiqot natijalarining ilmiy ahamiyati turli ob'ektlar tarkibidagi Ni(II) va Cu(II) ionlariga nisbatan tanlab ta'sir etuvchanlik oshganligi ko'rsatilganligi bilan asoslanadi. Shuningdek ishda 4-GOKSNN ning Ni(II) va Cu(II) bilan kompleks birikmasining haqiqiy molyar so'ndirish koeffitsiyenti mos ravishda  $2,5 \cdot 10^4$  va  $4,8 \cdot 10^4$  ga tengligi, Sendel bo'yicha sezgirligi Ni(II) ionlari uchun 0,01336 mkg/sm<sup>2</sup>, Cu(II) ionlari uchun 0,00651 mkg/sm<sup>2</sup> ni tashkil etishi, quyi aniqlanish chegarasi Ni(II) ionlari uchun 0,013 mkg/25 sm<sup>3</sup>, Cu(II) ionlari uchun 0,096 mkg/25 sm<sup>3</sup> ni tashkil etishi aniqlanganligi bilan izohlanadi.

Tadqiqot natijalarining amaliy ahamiyati Ni(II) va Cu(II) ionlarini binar va murakkab model aralashmalar, tabiiy suvlar, alyuminiy va mis asosidagi sanoat qotishmalari hamda ba'zi biologik obyektlardan ruxsat etilgan miqdorgacha va undan ancha past bo'lgan konsentratsiyalarini spektrofotometrik va qattiq fazali spektrofotometrik aniqlashga xizmat qiladi.

**Tadqiqot natijalarining joriy qilinishi.** Nikel(II) va mis(II) ionlarini 4-GOKSNN bilan spektrofotometrik aniqlash uslublarini ishlab chiqishda olingan ilmiy natijalar asosida:

ishlab chiqilgan spektrofotometrik aniqlash uslublari "Navoiy kon-metallurgiya kombinati" AJ Markaziy ilmiy-tadqiqot laboratoriyasida sanoat chiqindi va oqova suvlari tarkibidan Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlash uchun joriy qilingan (Navoiy kon-metallurgiya kombinati AJning 2024-yil 09-apreldagi 23/01-01-07/153-son ma'lumotnomasi). Natijada, sanoat chiqindi va oqova suvlari tarkibidan nikel(II) va mis(II) ionlarini aniqlash imkonini bergan;

Ni(II) va Cu(II) ionlarini mikromiqdorini real obyektlar tarkibidan spektrofotometrik aniqlash uslublari "Dehqonobod kaliy zavodi" AJda amaliyotga joriy etilgan ("Dehqonobod kaliy zavodi" AJ ning 2024-yil 20-martdagi 02-4/1115-son ma'lumotnomasi). Natijada, ishlab chiqilgan metodikalar tabiiy suvlar tarkibidan Ni(II) va Cu(II) ionlarini mikromiqdorini aniqlashda tanlab tasir

etuvchanligini, sezgirligini, ekspressligini, aniqlikni oshirish hamda analitik va metrologik tavsiflarini yaxshilash imkonini bergan.

**Tadqiqot natijalarining aprobatsiyasi.** Mazkur tadqiqot natijalari 11 ta, jumladan 4 ta xalqaro va 7 ta Respublika ilmiy-amaliy anjumanlarida ma'ruza qilingan va muhokamadan o'tkazilgan.

**Tadqiqot natijalarining e'lon qilinishi.** Dissertatsiya mavzusi bo'yicha jami 15 ta ilmiy ish chop etilgan, shulardan O'zbekiston Respublikasi Oliy attestatsiya komissiyasining falsafa doktori (PhD) dissertatsiyalari asosiy ilmiy natijalarini chop etish tavsiya etilgan ilmiy nashrlarda 4 ta ilmiy maqola, jumladan 2 ta Respublika va 2 ta xorijiy jurnallarda nashr etilgan.

**Dissertatsiya ishining hajmi va tuzilishi.** Dissertatsiyaning tarkibi kirish, to'rtta bob, xulosa, foydalanilgan adabiyotlar ro'yxati va ilovalardan iborat. Dissertatsiyaning hajmi 120 betni tashkil etgan.

## DISSERTATSIYANING ASOSIY MAZMUNI

**Kirish qismida** dissertatsiya mavzusining dolzarbligi va zaruriyligi asoslangan, maqsad va vazifalar, tadqiqot obyektlari va predmetlari berilgan, tadqiqotning O'zbekiston Respublikasida fan va texnologiyalarni rivojlantirishning ustuvor yo'nalishlariga mosligi ko'rsatilgan, uning ilmiy yangiligi va amaliy natijalari bayon qilingan, olingan natijalarning ishonchliligi asoslangan, nazariy va amaliy ahamiyati ochib berilgan, tadqiqot natijalarining amaliyotga joriy etish istiqbollari bo'yicha xulosa qilingan hamda chop etilgan ishlar va dissertatsiyaning tuzilishi bo'yicha ma'lumotlar keltirilgan.

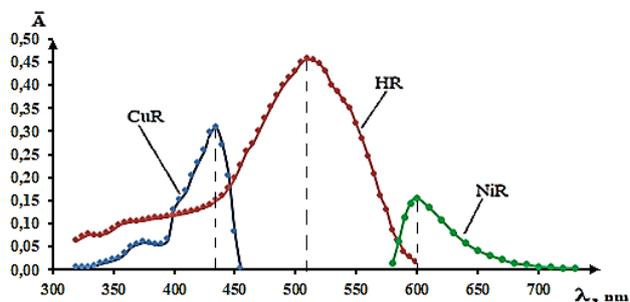
Dissertatsiyaning **“Ni(II) va Cu(II) ionlarini optik va boshqa fizik-kimyoviy aniqlash usullari”** deb nomlanuvchi birinchi bobida adabiyot sharxlari keltirilgan bo'lib, unda Ni(II) va Cu(II) ionlarini suvli va qattiq fazali muhitlarda har xil xususiyatga ega bo'lgan turli reagentlar yordamida optik va boshqa metodlar bilan aniqlashga bag'ishlangan xorijiy va Respublika nashrlarida keltirilgan ishlar bayon etilgan. Chiqindi, texnologik, ichimlik, tabiiy va boshqa obyektlarda nikel va misning miqdorlarini atrof-muhit obyektlari, organizm, suvlar va sanoat namunalari nazorat qilish muhimligi, olingan natijalarning tahlili natijasida dissertatsiya ishining dolzarbligi, maqsadi va vazifalari asoslangan.

Dissertatsiyaning **“Kompleks hosil bo'lishining optimal sharoitlarini o'rnatish, reagent va uning metallokomplekslarini spektrofotometrik tavsiflarini aniqlash”** deb nomlangan ikkinchi bobida standart va ishchi eritmalarni tayyorlash metodlari keltirilgan, reagentni identifikatsiyalash va metall ionlarini 4-GOKSNN bilan sifat reaksiyalari o'tkazilgan, kompleks hosil bo'lish reaksiyalarini optimal sharoitlari va spektrofotometrik tavsiflari tanlangan, komplekslarning tarkibiy mollar nisbati o'rnatilgan, 4-GOKSNN reagenti bilan Ni(II) va Cu(II) komplekslarini sezgirligi hamda turli xil konstantalari metodida aniqlangan.

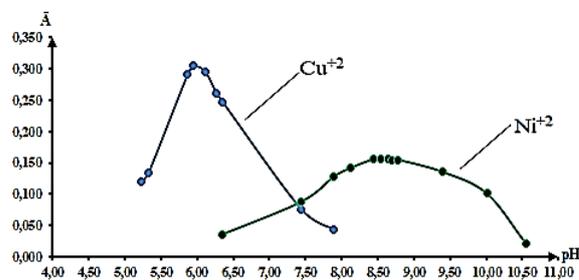
Dissertatsiyaning **“4-GOKSNN va uning Ni(II), Cu(II) ionlari bilan komplekslarining fizik-kimyoviy tadqiqoti va ularning tahlili”** deb nomlangan uchinchi bobida komplekslarining tarkibiy mollar nisbatini aniqlash, komplekslarning spektral tavsifi, Komar usuli yordamida 4-GOKSNN ning

dissotsilanish konstantasi va molyar soʻndirish koeffitsientini aniqlash natijalari, komplekslarning haqiqiy molyar soʻndirish koeffitsiyenti va muvozanat konstantasini hamda zaryadini aniqlash, 4-GOKSNN molekulasi reaksiya qobiliyatini kvant-kimyoviy hisoblash, 4-GOKSNN bilan immobillangan plyonkada Cu(II) ionining hosil qilgan kompleksning spektral tavsifi, darajalangan grafik natijalarini kichik kvadratlar usuli yordamida matematik statistik qayta hisoblash, Cu(II) ionlarini 4-GOKSNN reagenti yordamida begona ionlar ishtirokida qattiq fazali fotometrik aniqlash, 4-GOKSNN tuzilishini  $^1\text{H-NMR}$  va  $^{13}\text{C-NMR}$  spektrlari yordamida tahlil qilish, IQ va Raman spektroskopiyasi natijalari va tahlillari, darajalangan grafik natijalarini kichik kvadratlar usuli yordamida matematik statistika usulida qayta ishlash natijalari, Ni(II) va Cu(II) ionlarini quyi aniqlanishning chegarasini aniqlash ( $Q_{\min}$ ), aniqlash usulining toʻgʻriligi va qayta tiklanuvchanligini tekshirish, hamda begona ionlar ishtirokida aniqlash natijalari shuningdek, uchinchi bobning oxirida olingan natijalar asosida xulosa qilingan.

Spektrofotometrik tadqiqotlar uchun organik analitik reagent sifatida 4-GOKSNNning suvli eritmasidan foydalanilgan. Tadqiqotlar natijasida 4-GOKSNNning optimal nur filtrini  $\lambda_{\max} = 510$  nm, uning Ni(II) bilan kompleksi  $\lambda_{\max} = 600$  nm da va Cu(II) bilan kompleksi  $\lambda_{\max} = 435$  nm da yuqori optik zichlik (OZ)ni namoyon qilishi aniqlangan (1-rasm). Eritmaning muhiti Ni(II) kompleksi uchun  $\text{pH} = 8,12 \div 9,39$  oraligʻida, Cu(II) kompleksi uchun  $\text{pH} = 5,87 \div 6,31$  oraligʻida yuqori OZni namoyon etishi aniqlangan hamda tadqiqotlar uchun  $\text{pH} = 8,40$  Ni(II) uchun va  $\text{pH} = 5,95$  Cu(II) uchun tanlab olingan (2-rasm).

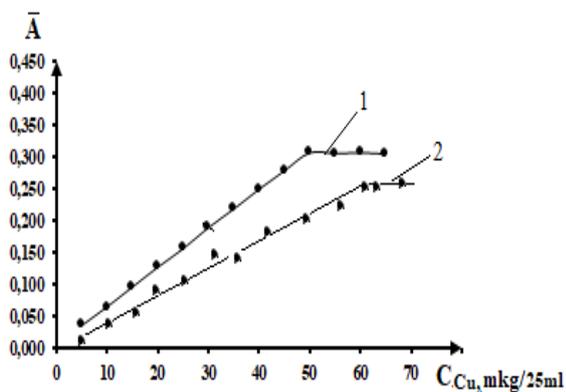


**1-rasm. 4-GOKSNN, uning Ni(II) va Cu(II) ionlari bilan hosil qilgan komplekslarining optimal nur yutish toʻlqin uzunligini aniqlash grafigi**



**2-rasm. Ni(II) va Cu(II) ionlarining 4-GOKSNN bilan kompleksi optik zichlik qiymatining eritma muhiti (pH) ga bogʻliqligi grafigi**

Olingan natijalar asosida  $50,0 \text{ mkg/sm}^3$  Ni(II) ni kompleks bilan toʻla bogʻlash uchun  $1,8 \text{ sm}^3$ ,  $50,0 \text{ mkg/sm}^3$  Cu(II) ni kompleks bilan toʻla bogʻlash uchun  $1,9 \text{ sm}^3$   $0,05\%$  li 4-GOKSNN eritmasi yetarli ekanligi aniqlangan. Kompleks birikma optik zichligining qoʻshilayotgan metall ionlari miqdoriga bogʻliqligi 3-rasmga keltirilgan natijalarga koʻra, Buger-Lamber - Ber qonuniga boʻysinish sohasi  $25,0 \text{ sm}^3$  eritmada Ni(II)  $5,0 \div 60$  mkg, Cu(II)  $5,0 \div 50$  mkg gacha boʻlgan oraliqda aniqlangan. Undan yuqori konsentratsiyada esa toʻgʻri chiziqli bogʻlanishdan chetlanish kuzatilgan. Ni(II) va Cu(II) ning 4-GOKSNN bilan hosil qilgan komplekslarini tanlangan optimal sharoitda yutulish spektrlari oʻlchandi hamda Sendel boʻyicha sezgirligi hisoblandi. Olingan natijalarga koʻra Sendel boʻyicha sezgirli ishlab chiqilgan uslublarning yuqori sezgirlikga ega ekanligini koʻrsatadi (1-jadval).



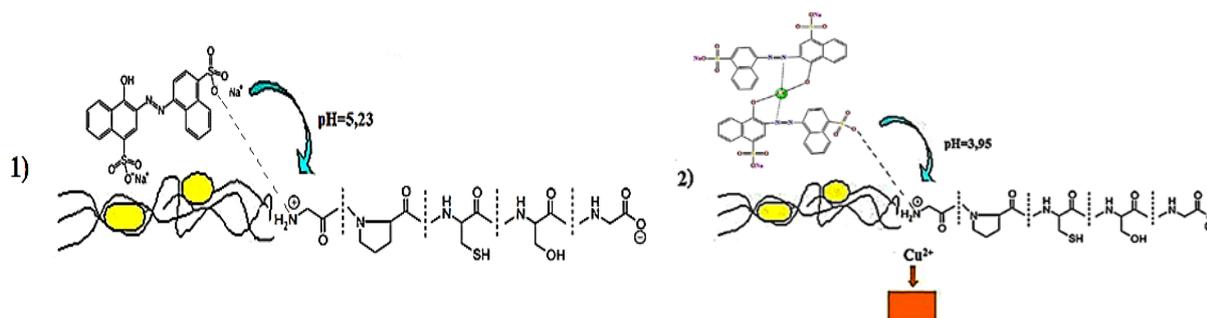
**3-rasm. OZ ning qo‘shilayotgan Cu<sup>2+</sup>(1) va Ni<sup>2+</sup>(2) miqdoriga bog‘liqligi**

Shaffof plyonkada immobillangan 4-GOKSNNning va Cu(II) ioni bilan kompleksining optimal nur yutilish to‘lqin uzunligini aniqlangan. Immobillanish jarayonida har bir molekula, tabiatiga ko‘ra ma‘lum to‘lqin uzunlikdagi nurni yutishini e‘tiborga olgan holda 4-GOKSNN ning plyonkada qattiq fazali spektrofotometriya yordamida 4-GOKSNN reagentining (1) va Cu(II) bilan kompleksining (2) plyonka sirtiga immobillanishi o‘rganildi (4-rasm).

**1-jadval**

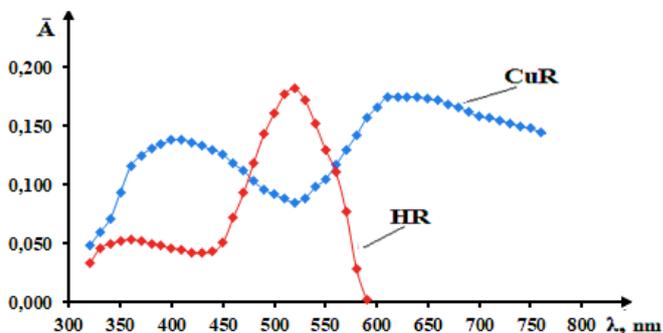
**Ni(II) va Cu(II) komplekslarining eng muhim spektral tavsiflari**

Metall ionlari	Kompleks rangi	pH	Maksimal $\lambda$ , nm		$\Delta\lambda$	$C_{Me^{2+}}$ , mkg/25 sm <sup>3</sup>	$C_{Me^{2+}}$ , mol/dm <sup>3</sup>	$\bar{A}$	Sendel bo‘yicha sezgirlik mkg/sm <sup>2</sup>
			MeR <sub>2</sub>	HR					
Ni <sup>2+</sup>	Qizg‘ish jigarrang	8,40	600	510	90	50	$3,407 \cdot 10^{-5}$	0,176	0,01136
Cu <sup>2+</sup>	Qizg‘ish sariq	5,95	435	510	75	50	$3,147 \cdot 10^{-5}$	0,307	0,00651



**4-rasm. 4-GOKSNN (1) va uning Cu(II) bilan kompleksining (2) jelatina plyonkasi sirtiga modifikatsiyalanish sxemasi**

4-GOKSNN ning plyonkada immobillanishi va uning Cu(II) ionlari bilan hosil qilgan kompleksining plyonkada immobillanishini eng yuqori nur yutish sohasi aniqlandi (5-rasm).



**5-rasm. 4-GOKSNN bilan immobillangan plyonkaning va Cu(II) ionining 4-GOKSNN bilan immobillangan plyonkada hosil qilgan kompleksning optimal nur yutish to‘lqin uzunligi grafigi**

Olingan natijalardan ko‘rinib turibdiki, plyonkaning reagent bilan immobillanishi pH=5,23 da va nur yutishi  $\lambda_{max}=520$  nm da, shuningdek, Cu(II) ionining immobillangan plyonkada pH=3,95 da kompleksini optimal hosil qildi

kompleksning nur yutishi maksimumi  $\lambda_{\max}=630$  nm ga teng bo'ldi. Qattiq fazali plyonkada hosil bo'lgan kompleks birikma tarkibini Izomolyar seriyalar usullari yordamida M:R=1:2 ekanligi aniqlandi.

Darajalangan grafik natijalarini kichik kvadratlar usuli yordamida matematik statistik qayta hisoblash amalga oshirildi:

$$a = \frac{\sum X_i^2 \cdot \sum Y_i - \sum X_i \cdot \sum X_i Y_i}{n \cdot \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2} = \frac{16250 \cdot 1,249 - 390 \cdot 50,02}{12 \cdot 16250 - (390)^2} = 0,018378$$

$$b = \frac{n \cdot \sum X_i Y_i - \sum X_i \cdot \sum Y_i}{n \cdot \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2} = \frac{12 \cdot 50,02 - 390 \cdot 1,249}{12 \cdot 16250 - (390)^2} = 0,002637$$

Cu(II) ionini aniqlash uchun to'g'ri chiziq tenglamasi  $Y_i = a + bX_i = 0,018378 + 0,002637 \cdot X_i$  ga teng bo'lgan.

Mis(II) ionlari 4-GOKSNN bilan pH=3,95 da barqaror kompleks birikma hosil qiladi. Bunday muhitda bir necha ionlar Cu(II) ionlarini aniqlashga halaqit berish mumkin. Shuning uchun uslubning tanlab ta'sir etuvchanligini o'rganildi. Natijalariga ko'ra 50 mkg mis(II) ionlarni aniqlashga Hg<sup>2+</sup> (1:20), Zn<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> (1:10), Co<sup>2+</sup> (1:5), EDTA va SCN<sup>-</sup> (1:3) nisbatda halaqit beradi. Ushbu ionlar birgalikda kelganda niqoblovchilar sifatida, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> va Hg<sup>2+</sup> ionlarini SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> bilan, Co<sup>2+</sup> ionini NH<sub>4</sub>OH, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> (1:50) bilan niqoblash orqali Cu(II) ionini aniqlash mumkinligi tasdiqlangan.

## 2-jadval

**Sun'iy aralashma tarkibidan Cu(II) ionini bog'lovchi reagentlar qo'shilgan holda qattiq fazali spektrofotometrik aniqlash natijalari (C<sub>Cu<sup>2+</sup></sub>= 50,0 mkg KFK-3,  $\ell=0,10$  sm,  $\lambda_{\max}=630$ nm, pH =3,95, n=5, P=0,95, t<sub>pk</sub>=2,78)**

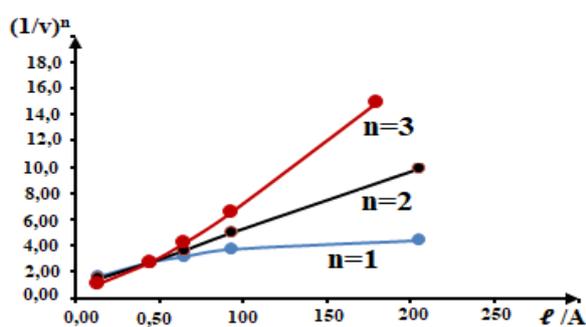
Sun'iy aralashma tarkibi (Me:Cu)	$\bar{A}$	Topilgan Cu <sup>2+</sup> mkg $X_i$	$\bar{X}_i$	$X_i - \bar{X}_i$	$(X_i - \bar{X}_i)^2$	S	S <sub>r</sub>	$\bar{X}_i \pm \Delta X$
K <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , (100); Al <sup>3+</sup> (10); Ca <sup>2+</sup> (5); Cl <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (150); F <sup>-</sup> (1); Co <sup>2+</sup> (0.5); Ba <sup>2+</sup> (500); Cr <sup>3+</sup> (15); Fe <sup>3+</sup> (50); Ni <sup>2+</sup> (0.5);	0,150 0,151 0,151 0,149 0,151	49,91 50,29 50,29 49,91 50,29	50,06	0,15 0,23 0,23 -0,15 0,23	0,0225 0,0529 0,0529 0,0225 0,0529	0,02257	0,0045	50,06±0,28

Ma'lumki, mis ionlarining turli xil atrof-muhit obyektlari va sanoat namunalari tarkibida uchrashi, uning mikromiqdorlarini aniqlash va nazorat qilish zaruratini keltirib chiqaradi. Shu sababli, ishlab chiqilgan uslub yordamida Cu(II)ni sun'iy aralashma tarkibidan qattiq fazali sorbsion-fotometrik aniqlash amalga oshirilgan (2-jadval). Tanlangan optimal sharoitlarga asosan Cu(II) ionini sun'iy aralashmalar tarkibidan qattiq fazali spektrofotometriya yordamida bog'lovchi reagentlar qo'shilmasdan aniqlash amalga oshirilib, qayta takrorlanuvchan natijalar olindi, bunda nisbiy standart chetlanish (Sr) 0,0045 dan oshmagan.

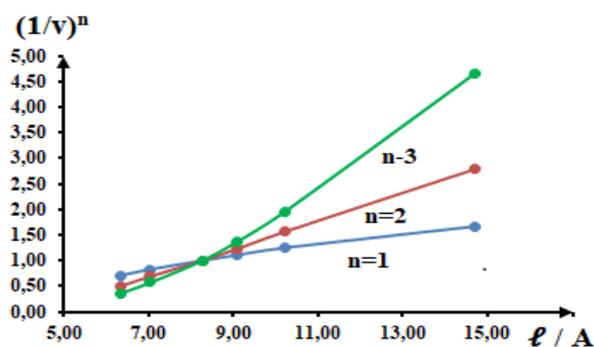
Ishda olingan 4-GOKSNN bilan immobillangan jelatina plyonkasi asosidagi sensorlarning qayta qo'llanilish imkoniyatlari spektrofotometrik uslub yordamida o'rganildi. Buning uchun plyonka sirtidagi hosil bo'lgan Cu(II) kompleksning immobillangan plyonkaga nisbatan OZ lari KFK-3 da  $\lambda=630$  nm, pH=3,95,  $\ell=0,10$  sm da o'lchandi hamda pH qiymatlari 1,03; 2,06; 3,17; 3,38 bo'lgan biferitritlarida desorbsiya jarayoni o'tkazilgan. Olingan natijalardan pH qiymati

1,03 bo'lgan eritmada plyonkadagi kompleks tarkibidagi mis(II) ionlari plyonka sirtidan eritmaga to'liq desorbsiya bo'lishi kuzatilgan. Plyonka 6 martagacha qayta desorbsiya qilinganida OZ qiymati qayta takrorlanishi va keyingi tadqiqotlarda pasayishi kuzatilgan. Shunga ko'ra yaratilgan sensorlarni 6 martagacha qayta ishlatish mumkinligi aniqlangan. Yuqoridagilarga asosan yaratilgan immobillangan-4-GOKSNNni vizual-test sensorlar sifatida ham ishlatish mumkinligi to'g'risida xulosalar berilgan.

Kompleks tarkibini aniqlashni Asmusning to'g'ri chiziqlar usuliga muvofiq ta'sirlashuvchi komponentlarning stexiometrik nisbatlarida tekshirildi va  $(\ell/V)^n = \ell/A$  bog'liqlik grafigi tuzildi. Bu bog'liqlik asosida faqat "n" ning qiymati haqiqiy qiymat uchun to'g'ri chiziqni tashkil etishi aniqlangan (6-7-rasmlar).



**6-rasm. Nikel(II) ning kompleks birikmasi tarkibini Asmusning to'g'ri chiziqlar usuli yordamida aniqlash**



**7-rasm. Mis(II) ning kompleks birikmasi tarkibini Asmusning to'g'ri chiziqlar usuli yordamida aniqlash grafigi**

Olingan natijalar shuni ko'rsatadiki, Cu:R va Ni:R uchun to'g'ri chiziq 1:2 mollar nisbatiga to'g'ri kelgan. Shunga ko'ra Izomolyar seriyalar metodi hamda, Asmusning to'g'ri chiziqlar metodiga ko'ra Ni:R=1:2 hamda Cu:R=1:2 nisbatda deb xulosa qilish mumkin.

Cu(II)ni 4-GOKSNN bilan hosil qilgan kompleksining haqiqiy molyar so'ndirish koeffitsiyenti MSK 48077 va muvozanat konstantasini  $K_{muv}=28 \cdot 10^{-5}$  ekanligi aniqlangan.

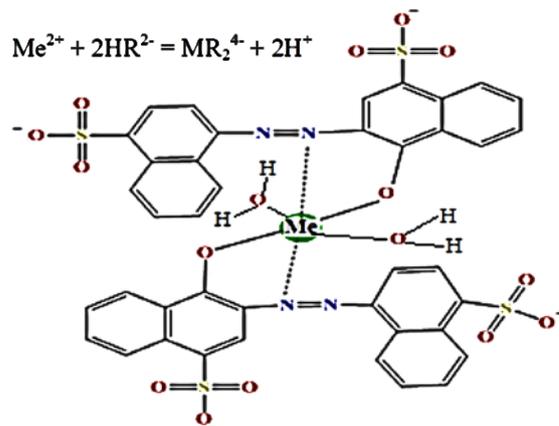
4-GOKSNN reagentning  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrlari o'lchandi, unga ko'ra 129,522 va 176,973 ppm singlet signallar diazo guruhdagi -C-N- bog'lariga tegishli, 136,150 ppm singlet signali -C-OH bog'iga, 131,187 va 133,293 ppm singlet signali -C-S bog'iga va diazo guruhining chap tomonidagi 119,324; 123,154; 125,794 (2C), 126,477, 132,490 hamda diazo guruhining o'ng tomonidagi 110,313; 125,794; 126,477 (3C), 127,335; 127,540; 128,526 ppm lar bo'lgan bir nechta signallar aromatik halqalarning 15 uglerodiga tegishliligi xulosa qilindi. 4-GOKSNN bir qancha metallar bilan rangli kompleks hosil qilish xususiyatiga ega bo'lib, -OH, -N=N- guruhlarining hisobiga xelat siklik birikmani hosil qiladi. Hosil bo'lgan koordinatsion bog'dagi elektronlarning kuchsiz delokalizatsiyasi hisobiga kvaziaromatik sikl yuzaga kelgan.

Reagentning IQ-spektrida  $3421,61 \text{ cm}^{-1}$  sohada -OH guruhiga tegishli bo'lgan intensiv yutilish maksimumini ko'rish mumkin. Shuningdek  $1497,14 \text{ cm}^{-1}$  sohada diazoguruhiga (-N=N-) tegishli,  $1276,3 \text{ cm}^{-1}$  sohada aromatik halqadagi C=C

bog‘iga tegishli, 1043,92; 1017,88  $\text{cm}^{-1}$  da esa sulfoguruh ( $\text{SO}_3^{2-}$ ) yutilish maksimumlarini kuzatilgan.

Bu  $-\text{OH}$  guruhdagi O va metall orasida ionli bog‘ hosil bo‘lganidan darak beradi. Natijada hosil bo‘lgan yangi M-O bog‘ining yutilish maksimumi esa 406,68  $\text{cm}^{-1}$  sohada kuzatilgan.

Shuningdek, 1497,14  $\text{cm}^{-1}$  sohada  $-\text{N}=\text{N}-$  bog‘iga tegishli bo‘lgan cho‘qqining intensivligi juda pasayganligini (1407,67  $\text{cm}^{-1}$ ) ko‘rish mumkin. Bu  $-\text{N}=\text{N}-$  guruhning elektrostatik potentsiali quyi bo‘lgan azot atomi bilan metall orasida donor-akseptor bog‘ yuzaga kelganidan dalolat beradi. Olib borilgan tadqiqotlar natijasiga ko‘ra IQ-, Raman spektri, kvant-kimyoviy tadqiqotlar, Asmusning to‘g‘ri chiziq usuli, Izomolyar seriyalar usuli, zaryadni aniqlash natijalariga ko‘ra, Ni(II) va Cu(II) ning 4-GOKSNN



**8-rasm. Ni(II) va Cu(II) ning 4-GOKSNN bilan kompleksining taxminiy tuzilishi formulasi**

reagenti bilan hosil qilgan kompleks birkmasining tuzilishi quyidagicha 8-rasmdagidek tuzilishi belgilandi.

Reagentning eng muhim ko‘rsatkichlaridan biri bo‘lgan analizda ishlatilish imkoniyatini va uslubning tanlab ta‘sir etuvchanligini aniqlash maqsadida begona ionlarning Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlashga ta‘sirini tadqiqotda aniqlangan. Aniqlash umumiy metodika asosida optimal sharoitlarda o‘tkazildi. Natijalarning ko‘rsatishicha, 4-GOKSNN reagenti bilan 10,0 mkg  $\text{Ni}^{2+}$  ionlarini aniqlashda ishqoriy metallar  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{F}^-$ , (1:1000) tegishli nisbatlarda halaqit bermaydi.  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ (1:1),  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  (1:5),  $\text{Ag}^+$ (1:8),  $\text{Hg}^{2+}$ (1:8),  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ (1:10), EDTA,  $\text{SCN}^-$  (1:0,5) lari xalaqit beradi. Cu(II) ionlarini aniqlashga ishqoriy metallari  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$  (1:1000) nisbatlarda halaqit bermaydi.  $\text{Fe}^{3+}$  (1:10),  $\text{Hg}^{2+}$ (1:8),  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  (1:5),  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ (1:1), EDTA,  $\text{SCN}^-$  (1:0,5) lar olingan optimal sharoitlarda Cu(II) ionlarini aniqlashga halaqit beradi. Reagentning selektivligini oshirilishi kompleks hosil bo‘lishning optimal sharoitlarini to‘g‘ri tanlash bilan bog‘liq, bu esa OZ larni aniqlash metodining yuqori metrologik tavsiflariga erishish imkoniyatini bergan.

Turli xossali va miqdordagi kompleks hosil qiluvchi birikmalarning begona kationlari hamda xalaqit beruvchi anionlarning ta‘sirini aniqlash bo‘yicha natijalar Ni(II) va Cu(II) ionlarini individual eritmalarda 4-GOKSNN bilan aniqlash imkoniyatini berdi, bu esa ushbu ionlarni sun‘iy, binar, murakkab aralashmalar, tabiiy va sanoat ob‘ektlari tarkibidan aniqlashga asos bo‘lgan. Shuningdek, ushbu metal-larni turli tabiiy va sanoat obyektlariga o‘xshash namunalar tarkibidan yuqori metrologik tavsiflar va analitik parametrlar bilan eritmada va qattiq fazali optik shaffof sezgir sensorlar sirtida spektrofotometrik aniqlashda qo‘llashga asos bo‘lgan.

Dissertatsiyaning “Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlashda ishlab chiqilgan spektrofotometrik uslublarini analitik qo‘llanilishi” deb nomlangan to‘rtinchi bobi Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4-GOKSNN eritmasi bilan spektrofotometrik

aniqlashga bag'ishlangan. Ishlab chiqilgan spektrofotometrik metodikalar va olingan tajriba natijalari jahon adabiyotlarida ma'lum bo'lgan matematik statistikaning amaldagi qoida va amallari bilan qayta ishlangan. Ishlab chiqilgan metodikani sun'iy aralashma, tabiiy va sanoat obyektlari (tabiiy suvlar, qotishma, minerallar, ruda) va boshqa real tabiiy obyektlar hamda sanoat materiallari analiziga qo'llash mumkin. Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4-GOKSNN bilan ishlab chiqilgan metodika yuqorida keltirilgan metodika bilan niqoblovchilar ( $Pb^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$  va  $Hg^{2+}$  ionlarini  $Cl^-$ ,  $S_2O_3^{2-}$  bilan,  $Fe^{3+}$  ionlarini  $F^-$  bilan,  $Co^{2+}$  ionini  $NH_4OH$ ,  $S_2O_3^{2-}$ ,  $NO_2^-$  bilan va Cu(II) uchun  $F^-$ ,  $CH_3COO^-$ ) qo'shib turli tarkibli murakkab aralashma analizlarida foydalanilgan.

Olingan amaliy natijalar Ni(II) va Cu(II) ni tabiati va miqdorlari turlicha bo'lgan hamda alohida holda uchraganda halaqit bermaydigan va birga uchraydigan metallar ishtirokida tabiiy obyektlar va sanoat materiallari hamda xalaqit beruvchi ionlar ishtirokida aniqlash imkoniyatini yaratdi. Murakkab sun'iy aralashmalarni tayyorlashda Ni(II) va Cu(II) ni aniqlashga xalaqit beruvchi ionlar asos qilib olingan. Murakkab sun'iy aralashmalar analizi natijalari 3-jadvalda keltirilgan.

### 3-jadval

#### Ni(II) va Cu(II) ionlari miqdorini sun'iy aralashma tarkibidan aniqlash natijalari (KFK-3, $\ell=3,0$ sm, $n=5$ , $P=0,95$ , $t_{pk}=2,78$ )

Begona ionlarning nisbati $Ni^{2+}$ (50mkg)	$\bar{A}$	Topilgan $M^{2+}$ , mkg $\bar{X}$	$\bar{X} \pm \Delta X$	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$	S	$S_r$
Ni(II) ni aniqlash ( $C_{Ni^{2+}}=50,0$ mkg, $\lambda_{max}=600$ nm, pH =8,40,							
$Mg^{2+}$ (5)	0,152	48,50		-1,00	1,0000		
$Pb^{2+}$ (5)	0,154	49,17		-0,33	0,1089		
$Cl^-$ , $SO_4^{2-}$ (150)	0,155	49,50	$49,50 \pm 0,93$	0,00	0,0000		
$NO_3^-$ (500)	0,156	49,84		0,34	0,1156		
$Cd^{2+}$ (0,1)	0,158	50,51		1,01	1,0201	0,7491	0,0151
Cu(II) ni aniqlash ( $C_{Cu^{2+}}=30,0$ mkg, $\lambda_{max}=435$ nm, pH =5,95							
$K^+$ , $Na^+$ , $NH_4^+$ , $Zn^{2+}$ , (100);	0,189	30,17		0,00	0,0000		
$Al^{3+}$ (10); $Mg^{2+}$ (5); $Cl^-$ , $SO_4^{2-}$	0,188	30,00		-0,17	0,0289		
(150) $NO_3^-$ (500)	0,191	30,50	$30,17 \pm 0,33$	0,33	0,1089		
$Co^{2+}$ (0,5)	0,187	29,83		-0,34	0,1156		
	0,190	30,33		0,16	0,0256	0,2641	0,0088

Olingan natijalarga ko'ra, Ni(II) va Cu(II) ionlarini real obyektlar tarkibiga mos bo'lgan sun'iy aralashmalar tarkibidan spektrofotometrik aniqlash mumkinligi, ishlab chiqilgan metodikadagi nisbiy standart chetlanish ( $S_r$ ) ning Ni(II) uchun 0,0151 va Cu(II) uchun 0,0088 dan oshmasligi bilan asoslanadi, bu esa ishlab chiqilgan metodikaning ishonchliligini va to'g'riligini ko'rsatadi.

Ishlab chiqilgan Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4-GOKSNN bilan sezgir va tanlab ta'sir etuvchan aniqlash metodi sanoat qotishmalarining standart namunalari (M99-5, M115-1 (N9, NX98), AK12MK 203-1, AK12MK 203-5) analiziga qo'llanildi.

**Aniqlash usuli:** hajmi  $25 \text{ sm}^3$  bo'lgan o'lchov kolbalariga namuna eritmasining tegishli miqdori, tanlangan pH dagi  $5,0 \text{ sm}^3$  universal bufer aralashmasi, Nikel(II) ion uchun  $1,8 \text{ sm}^3$  va mis(II) ion uchun  $1,9 \text{ sm}^3$  0,05 % li 4-GOKSNN eritmasi, niqoblovchi reagentlar:  $F^-$  (1:300),  $CH_3COO^-$  (1:500),  $S_2O_3^{2-}$  (1:50) da alyuminiy, qo'rg'oshin, mis va temir ionlarini bog'lash uchun qo'shib, eritmaning hajmini distillangan suv bilan  $25,0 \text{ sm}^3$  ga yetkazildi. OZ KFK-3 qurilmasida Ni(II)  $\lambda=600$  nm va  $\ell=3,0$  sm da va Cu(II) uchun  $\lambda=435$  nm va  $\ell=3,0$

sm da solishtirma eritmaga nisbatan o'lchandi. Olingan natijalar va ularning matematik qayta ishlash hisoblashlari 4-jadvalda keltirilgan.

Shu tarzda bajarilgan alyuminiy va mis asosidagi standart sanoat namunalarining analizi natijalari (4-jadval) dan ko'rinib turibdiki, Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4-GOKSNN azoreagenti bilan eritmada spektrofotometrik aniqlash metodi, o'zining quyi aniqlanish chegarasi, yuqori sezgirliги, tanlab ta'sir etuvchanligi va Sr qiymati 0,0257 dan oshmaganligi bilan ijobiy tavsiflangan.

**4-jadval**

**Ni(II) va Cu(II) ionlarini alyuminiy va mis asosidagi standart sanoat qotishmalari tarkibidan spektrofotometrik aniqlash natijalari**

Namuna. nomi., Me, %	V <sub>nam.</sub> , sm <sup>3</sup>	Alikvot. Me <sup>2+</sup> miqdor, mkg	$\bar{A}$	Topildi Me <sup>2+</sup> , mkg $\bar{X}$	S	S <sub>r</sub>	$\bar{X}_i \pm \Delta X$
Ni(II) ni aniqlash; $\lambda=600$ nm; $l=3$ sm; pH=8,40; n=3; KFK-3, P=0,95							
M115-1 (N9, NX98)	1,0	44,17	0,139	44,16	0,8404	0,0191	44,05±2,09
			0,136	43,16			
			0,141	44,83			
	1,2	43,16	0,139	44,16	0,6700	0,0154	
			0,137	43,49			
			0,135	42,82			
1,3	57,43	0,184	59,19	1,3907	0,0241		
		0,178	57,18				
		0,176	56,52				
Cu(II) ni aniqlash; $\lambda=435$ nm; $l=3,0$ sm; pH=5,95; n=3, KFK-3, P=0,95							
AK12MK 203-1	1	33	0,204	32,64	0,5096	0,0156	32,75±1,266
			0,208	33,31			
			0,202	32,31			
	1,25	41,25	0,256	41,26	0,4157	0,0257	
			0,253	40,76			
			0,258	41,59			
1,5	49,5	0,307	49,70	0,4950	0,0101		
		0,304	49,21				
		0,301	48,71				
AK12MK 203-5	3	45	0,278	44,90	0,5991	0,0134	44,7±1,49
			0,280	45,23			
			0,273	44,07			
	3,2	48	0,302	48,87	0,6664	0,0103	
			0,297	48,05			
			0,294	47,55			
3,3	49,5	0,302	48,87	1,8141	0,0143		
		0,306	46,75				
		0,311	50,36				
M99-5	0,5	20,5	0,132	20,73	0,500	0,0241	20,73±1,24
			0,135	21,23			
			0,129	20,23			
	1,0	41	0,244	39,27	1,2036	0,0215	
			0,248	39,93			
			0,251	40,43			
	1,1	45,1	0,275	44,40	0,05823	0,0129	
			0,279	45,07			
			0,282	45,56			
	1,2	49,2	0,304	49,21	0,0453	0,0074	
			0,307	49,70			
			0,301	48,71			

Ishlab chiqilgan usul O‘zbekiston Respublikasining Surxondaryo viloyatida joylashgan Xondiza konidan olingan rudalarni tahlil qilishda qo‘llanildi. Ruda tarkibidagi mis, tegishli elementlarni ajratmasidan tahlil qilingan.

**Namunani analizga tayyorlash:** 0,5000 g ruda namunasini parchalanishi adabiyotlarga muvofiq eritildi. Bug‘langandan so‘ng, issiqqa chidamli stakandagi tuz shakligacha bug‘latildi va suv bilan yuvildi. Cho‘kma filtrlandi va 3 marta 5 sm<sup>3</sup> distillangan suv bilan yuvildi, har safar filtrlandi va filtrat 100 sm<sup>3</sup> hajmli o‘lchov kolbasiga yig‘ildi. Filtrni ochib, undan cho‘kmani boshqa stakanga yuvib, 4-5 sm<sup>3</sup> 5,0 M HCl qo‘shib, namunaning erimaydigan qismi filtrlandi. Olingan eritmalar miqdoriy jihatdan 2000 sm<sup>3</sup> hajmli o‘lchov kolbasiga o‘tkazildi va distillangan suv bilan belgigacha suyultirildi.

**Aniqlash usuli.** Olingan eritmaning alikvot qismi 25 sm<sup>3</sup> hajmli o‘lchov kolbasiga solinib, unga niqoblash vositalari qo‘shildi (Cu(II) uchun 5,0 sm<sup>3</sup> 0,5 M DEDTK eritmasi, 5,0 sm<sup>3</sup> bufer eritmasi), 1,9 ml 4-GOKSNN eritmasi va distillangan suv bilan belgisigacha keltirildi. Eritmalarning OZ qiymati KFK-3 da optimal to‘lqin uzunliklarida qalinligi  $l=2,0$  sm bo‘lgan kyuvetada o‘lchangan. Rudalar va konsentratlar tahlili 5-jadvalda keltirilgan. Olingan natijalarda nisbiy standart chetlanish (Sr) 0,028 dan oshmagan, bu esa tavsiya etilgan uslubning aniqligi yuqoriligi va natijalar takrorlanishi yaxshiligini ko‘rsatadi.

**Tabiiy suvlar tarkibida Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlash.** Tabiiy obyektlarda to‘g‘ridan-to‘g‘ri spektrofotometrik aniqlash uchun sharoitlarni optimallashtirish va alohida murakkab aralashmalarda ularni aniqlashning selektivligini optimal baholash uchun olib borilgan tadqiqotlarga asoslanib, yangi spektrofotometrik aniqlash usullari ishlab chiqildi.

## 5-jadval

### Xondiza koni ruda namunasidan Cu(II) ionini spektrofotometrik aniqlash natijalari ( $m_{\text{nam.}}=0,5000$ g; $n=5$ ; KFK-3; $\lambda=435$ ; $l=3,0$ sm; pH-5,95; P=0,95)

No	Olingan alikvot, V sm <sup>3</sup>	Alikvot mis(II) miqdori, mkg	A	Topilgan, Cu <sup>2+</sup> , mkg, Xi	$\bar{X}_i \pm \Delta X$	S	Sr
1	1,0	30,2	0,188 0,185 0,192	31,12 29,50 30,66	30,43±2,06	0,8286	0,0272
2	1,2	36,24	0,225 0,228 0,221	36,13 36,62 35,46	36,07±1,45	0,5823	0,0161
3	1,4	42,28	0,261 0,264 0,257	42,08 42,58 41,42	42,03±1,46	0,5871	0,0139
4	1,5	45,3	0,281 0,279 0,283	45,39 45,07 40,29	43,58±7,09	2,8565	0,0665
5	1,6	48,2	0,297 0,299 0,294	48,05 48,38 47,05	47,83±1,72	0,6926	0,0145

O'rganilayotgan metallarni tabiiy suvlar tarkibida aniqlash uchun na'muna sifatida Respublikamizning turli hududlaridan Angren, Navoiy, Samarqand va Surxondaryo oqova suvlaridagi Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlash natijalari 6-jadvalda keltirilgan.

**6-jadval**

**Tabiiy suvlar tarkibidan Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlash natijalari**  
( $C=9,95 \cdot 10^{-4} M$ ;  $\lambda_{Ni^{2+}}=600$ ,  $\lambda_{Cu^{2+}}=435$  nm;  $pH_{Ni^{2+}}=8,40$ ;  $pH_{Cu^{2+}}=5,95$ ;  $l=3,0$  sm;  $n=3$ )

Hudud	Topilgan Ni(II), mkg/ml ( $\bar{x} \pm \Delta X$ )	S	S <sub>r</sub>	Topilgan Cu(II), mkg/ml ( $\bar{x} \pm \Delta X$ )	S	S <sub>r</sub>
Angren	9,12±0,84	0,338	0,037	9,78±1,02	0,386	0,039
Navoiy	9,24±0,072	0,132	0,014	9,96±0,18	0,324	0,033
Samarqand	9,64±0,059	0,106	0,011	9,88±0,11	0,164	0,017
Surxondaryo	9,34±0,018	0,164	0,018	9,32±0,14	0,390	0,042

Yuqorida keltirilgan jadval natijalaridan ma'lumki, Ni(II) va Cu(II) ionlarini turli hududlardagi sanoat chiqindi va oqova suvlarining filtratlaridan aniqlashda ishlab chiqilgan uslubning nisbiy standart chetlanishi Ni(II) uchun 0,037 dan, Cu(II) uchun esa 0,042 dan oshmadi, shuningdek, Sendel bo'yicha sezgirliklari Ni(II) ioni uchun  $S_{b,s}=0,01136$  mkg/sm<sup>2</sup>, Cu(II) ioni uchun  $S_{b,s}=0,00651$  mkg/sm<sup>2</sup> ekanligi hamda aniqlashning quyi chegaralari Ni(II) uchun 0,122 mkg/sm<sup>3</sup>, Cu(II) ioni uchun 0,096 mkg/sm<sup>3</sup> ekanligi aniqlandi.

**Biologik obyektlarda Ni(II) va Cu(II) ionlarini fotometrik aniqlash.** Tadqiqotni bajarish uchun biologik obyekt sifatida Toshkent viloyati, Parkent tumani, Qizil tog' fermer xo'jaligi birlashmasidan chorva mollarining jigari va qoni tanlab olindi.

**Namunalarni aniqlashga tayyorlash.** 1) 25÷30 g jigar va 80 sm<sup>3</sup> qon olinib GOST 26929-86 bo'yicha mineralizatsiya jarayoni amalga oshirildi, bu usul sanoatda oziq-ovqat mahsulotlari tahlilida, ular tarkibidagi mis va nikelni fotometrik aniqlash uchun namunalarning quruq va nam mineralizatsiyasidan foydalanishda ham qo'llaniladi. Aniqlash uchun olingan namunalarni, o'sha kunning o'zida elektr pechda 80÷90 °C haroratda 2 soat davomida 2 g qoldiq massagacha bug'latildi. So'ngra hosil bo'lgan massalarni 2,0 sm<sup>3</sup> konsentrlangan HNO<sub>3</sub> bilan oksidlandi va quruq tuz holigacha bug'latildi, so'ngra 800÷900°C da 30 daqiqa davomida mufel pechda qizdirildi.

**Ni(II) ni aniqlash usuli.** 25,0 sm<sup>3</sup> kolbaga darajalangan grafik diapazonida solingan Ni(II) miqdorini o'z ichiga olgan tekshiriluvchi eritmadan 5,0 sm<sup>3</sup>, niqoblash vositalari (F<sup>-</sup> (1:1900), S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> (1: 900), Cu(II) ionlarini niqoblash uchun CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup> (1:400), 1,8 sm<sup>3</sup> 0,05% 4-GOKSNN eritmasi, pH=8,0÷9,0 universal bufer eritmadan 5,0 sm<sup>3</sup> qo'shildi va belgisigacha distillangan suv quyildi. Kompleks birikma OZ  $\lambda=600$  nm da bir xil sharoitlarda namunasiz tayyorlangan solishtirma eritmaga nisbatan o'lchandi va Ni(II)ning aniq miqdori darajalangan grafik tenglamasi yordamida hisoblandi.

**Cu(II) ni aniqlash usuli.** 25,0 sm<sup>3</sup> kolbaga darajalangan grafik diapazonida solingan Cu(II) miqdorini o'z ichiga olgan tekshiriluvchi eritmadan 5 ml, niqoblash vositalari, 1,9 sm<sup>3</sup> 0,05% 4-GOKSNN eritmasi, pH=5,0-6,0 universal bufer

eritmada 10,0 sm<sup>3</sup> qo‘shildi. Kompleks eritmaning OZ  $\lambda=435$  nm da bir xil sharoitlarda namunasiz tayyorlangan solishtirma eritmaga nisbatan o‘lchandi va Cu(II) ning aniq miqdori darajalangan grafik tenglamasi yordamida hisoblandi. Optimal kislotalilikda (pH 5,95) Ni(II) ionlari Cu(II) ionlarini aniqlashga xalaqit bermaydi.

### 7-jadval

#### Biologik obyektlar tarkibidan Ni(II) va Cu(II)ni spektrofotometrik aniqlash natijalari ( $\lambda_{Ni^{2+}}=600$ , $\lambda_{Cu^{2+}}=435$ nm; $pH_{Ni^{2+}}=8,40$ ; $pH_{Cu^{2+}}=5,95$ ; $l=3,0$ sm)

Aniqlanadigan element	Topilgan metal(II), $\bar{X}_i \pm \Delta X$	N	S	Sr
Jigar (mkg/kg)				
Nikel	90,22±0,12	6	0,07	0,001
Mis	196,40±1,25	6	0,71	0,004
Qon (mkg/dm <sup>3</sup> )				
Nikel	161,35±4,52	5	2,35	0,015
Mis	271,28±2,15	5	2,19	0,008

7-jadvaldagi ma’lumotlardan ko‘rinib turibdiki, ishlab chiqilgan Ni(II) va Cu(II) ni biologik obyektlar tarkibidan fotometrik aniqlash uslubi natijalari to‘g‘ri va qayta takrorlanuvchan bo‘lib, usulning nisbiy standart chetlanishi (Sr) 0,015 dan oshmadi.

Shunday qilib, 2-7 jadvallardagi bajarilgan tadqiqotlar natijasida, tanlangan optimal sharoitlar natijasida ishlab chiqilgan spektrofotometrik aniqlash metodikasi Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlashda S<sub>r</sub> barcha holatlarda 0,042 dan oshmasligi, aniqlangan ionlarning miqdorlari ishonchlilik ehtimolligi chegarasidan chiqmasligi, natijalarning to‘g‘riligi va qayta takrorlanuvchanligi, tanlab ta’sir etuvchanligi hamda quyi aniqlanish chegarasi bilan dolzarb hisoblanadi hamda real obyektlar analizida qo‘llash tavsiya etiladi.

## XULOSALAR

1. Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4-gidroksi-3-(4-sulfonato-1-naftilazo)-1-naftalinsulfonatning dinatriyli tuzi bilan eritma va qattiq fazada spektrofotometrik aniqlashning optimallashtirilgan sharoitlarida: optik zichlikning nur filtriga, eritmalarining kislotaliligiga (pH), reagent miqdoriga bog‘liqligi, spektral tavsiflari, tarkibiy mollar nisbati ( $Me^{2+}:4-GOKSNN=1:2$ ) va Buger-Lambert-Ber qonuniga bo‘ysinishi o‘rnatildi hamda 25,0 sm<sup>3</sup> suvli eritmada Ni(II) ionlari uchun 5,0÷60,0 mkg va Cu(II) ionlari uchun 5,0÷50,0 mkg, qattiq fazada esa Cu(II) ionlari uchun 5,0-60,0 mkg oralig‘ida kompleks hosil qilish reaksiyalariga asoslanib, aniqlash metodikasi tavsiya etildi.

2. Ilk bor Ni(II) va Cu(II) ionlarini 4-gidroksi-3-(4-sulfonato-1-naftilazo)-1-naftalinsulfonatning dinatriyli tuzi bilan kompleks hosil qilish reaksiyalarining haqiqiy molyar so‘ndirish koeffisienti, Sendel bo‘yicha sezgirliги va muvozanat konstantalari aniqlanib, ularning ortib borish qatori keltirildi. Ni(II) va Cu(II) qatori ketma-ketligida sezgirlik mos ravishda  $\epsilon_{Ni^{2+}}=25000$  va  $\epsilon_{Cu^{2+}}=48077$ , shuningdek Sendel bo‘yicha sezgirliги esa mos ravishda 0,01136 va 0,00651 mkg/sm<sup>3</sup> tartibida ortib borishi aniqlandi.

3. Ni(II) va Cu(II) ionlarini eritma va qattiq fazada aniqlashning spektrofotometrik metodlari ishlab chiqildi, selektivligi aniqlandi va sun'iy binar, murakkab aralashmalar, rudalar, standart sanoat qotishmalari va biologik obyektlar hamda real tabiiy ob'yektlar tarkibidan Ni(II) va Cu(II) ionlarini aniqlash metodikasining oson bajarilishi, selektivligi, sezgirligi, ekspressligi va aniqlikni oshganligi isbotlandi.

4. Ishlab chiqilgan metodikalarning to'g'riligi va qayta tiklanuvchanligi "kiritildi-topildi" metodi yordamida aniqlandi, ushbu Ni(II) va Cu(II) ionlarni quyi aniqlanish chegarasi o'rnatildi hamda olingan natijalar metrologik baholandi.

5. Ilk bor Ni(II) va Cu(II) ionlarini eritmada va qattiq fazali immobillangan shaffof jelatina plenksi yordamida yangi azo reagent - 4-gidroksi-3-(4-sulfonato-1-naftilazo)-1-naftalinsulfonatning dinatriyli tuzi bilan spektrofotometrik aniqlash metodikalari tavsiya qilindi.

6. Ni(II) va Cu(II) ionlarining eritma va qattiq fazada spektrofotometrik aniqlash metodikalari real ob'yektlar analizlariga qo'llash tavsiya etildi, "Navoiy kon-metallurgiya kombinati" AJ va "Dehqonobod kaliy zavodi" AJ ning Markaziy ilmiy-tadqiqot laboratoriyalariga joriy qilindi.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ PhD.03/30.12.2019.К.02.05 ПО ПРИСУЖДЕНИЮ  
УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ ПРИ САМАРКАНДСКОМ ГОСУДАРСТВЕННОМ  
УНИВЕРСИТЕТЕ ИМЕНИ ШАРОФА РАШИДОВА**

---

**САМАРКАНДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ  
ШАРОФА РАШИДОВА**

**ХУСАНОВ БАХРОМ МЕНГДОВУЛОВИЧ**

**РАЗРАБОТКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ НИКЕЛЯ(II) И МЕДИ(II)**

**02.00.02 – Аналитическая химия**

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

**Самарканд – 2024**

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Министерстве высшего образования, науки и инноваций Республики Узбекистан за номером В2023.3.PhD/K664.

Диссертация выполнена в Самаркандском Государственном университете имени Шарофа Рашидова.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице по адресу [www.samdu.uz](http://www.samdu.uz) и информационно-образовательном портале «ZiyoNET» по адресу [www.ziyo.net.uz](http://www.ziyo.net.uz).

Научный руководитель:

Турабов Нурмухаммат Турабович  
кандидат химических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Абдурахманов Эргашбой  
доктор химических наук, профессор

Яхшиева Зухра Зиятовна  
доктор химических наук, профессор

Ведущая организация:

Ташкентский фармацевтический институт

Защита диссертации состоится «25» октябрь 2024 г., в 13<sup>00</sup> часов на заседании Научного совета PhD.03/30.12.201.02.05 при Самаркандском государственном университете имени Шарофа Рашидова (адрес: 140104, г.Самарканд, ул. Университетский бульвар 15, институт Биохимии, 2-этаж, 220 аудитория. Тел.: (+99866)239-12-47, (факс: (0366) 239-11-40; E-mail: [devonxona@samdu.uz](mailto:devonxona@samdu.uz)).

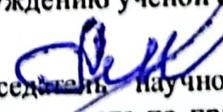
С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Самаркандского государственного университета имени Шарофа Рашидова (зарегистрирован за № 94). Адрес 140104, г. Самарканд, ул. Университетский бульвар, Тел.: (+99866) 239-11-51.

Автореферат диссертации разослан «14» октябрь 2024 года.  
(реестр протокола рассылки № 8 от «19» октябрь 2024 года.)



  
А.М.Насимов  
Президент научного совета по  
присуждению ученых степеней, д.т.н.,  
профессор

  
Ж.Р.Узоков  
Ученый секретарь научного совета по  
присуждению ученой степени, PhD

  
Э.Абдурахмонов  
Председатель научного семинара при  
научном совете по присуждению ученых  
степеней, д.х.н., профессор

## **ВВЕДЕНИЕ (аннотация к диссертации доктора философии (PhD))**

**Актуальность и востребованность темы диссертации.** В мире в связи с загрязнением окружающей среды, объектами продуктов питания, производства, техники и медицины, различными продуктами промышленных отходов и ионами тяжелых и токсичных металлов, вызывают серьезные экологические проблемы социально-экономического значения, предотвращение их возникновения является одной из основных задач. Для этого ведется большая работа по рациональному использованию ионов тяжелых и токсичных металлов в промышленности, а также разработке и освоению новых экспрессных, дешевых и селективных методов их микроколичественного определения. На основе реализуемых программных мероприятий большое практическое значение имеет разработка методов количественного определения ионов Ni(II) и Cu(II) в составе природных вод, руд и промышленных отходов.

В мире проводятся исследования, согласно которым ионы тяжелых и токсичных металлов обнаруживают в растворах и с твердофазной иммобилизованной прозрачной желатиновой пленкой в том числе из состава природных и сточных вод, а также методами спектрофотометрии, экстракции из состава руд и промышленных отходов; проводятся научные исследования по разработке методов селективного и высокочувствительного определения их содержания. Для повышения чувствительности, селективности и специфичности при определении тяжелых и токсичных металлов, в том числе Ni(II) и Cu(II) использованием органических аналитических реагентов с новыми комплексообразующими функциональными аналитическими группами был проведен ряд теоретических исследований со стороны ведущими учеными мира.

В нашей стране за годы независимости в химической промышленности были достигнуты определенные результаты, в частности, проведены широкомасштабные практические мероприятия по обеспечению местного рынка импорт замещающими химическими реагентами. Следует отметить, что в Республике уделяется большое внимание мероприятиям по системе научно обоснованного ведения промышленных объектов и охраны окружающей среды через внедрение инновационных технологий. В Стратегии действия по дальнейшему развитию Республики Узбекистан<sup>1</sup>, намечены задачи по «Совершенствованию промышленности на качественно новый уровень, дальнейшей интенсификации производства готовой продукции на базе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов, освоению выпуска принципиально новых видов продукции и технологий». Ввиду широкого применения в нашей Республике таких тяжелых и токсичных металлов как, никель и медь в химической промышленности, авиации, медицине, народном хозяйстве, разработка современных, более надежных, экспрессных и экономически дешёвых методов их определения имеет особое значение.

---

<sup>1</sup>Указ Президента Республики Узбекистан за № УП-4947 от 7 февраля 2017 года «О стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан».

Данное диссертационное исследование в определенной степени направлено на выполнение задач, предусмотренных в Указе Президента Республики Узбекистан УП-4947 от 7 февраля 2017 года «О стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан в 2017-2021 годах» и в Постановлении Президента Республики Узбекистан ПП-4265 от 3 апреля 2019 года «О мерах по дальнейшему реформированию химической промышленности и повышению ее инвестиционной привлекательности», а также в других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

**Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии в республике.** Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологий Республики VII. Химия, химическая технология и нанотехнология.

**Степень изученности проблемы.** К ученым стран зарубежья и СНГ, которые внесли значительный вклад в развитие спектрофотометрического определения тяжелых и токсичных металлов, а также ионов никеля(II) и меди(II), работы которых наиболее часто цитируются, такие как Miao Wang (Китай), Vergara E.G (Англия), Al-Da'amy (Ирак), Jibran Iqbal (Китай), Lokhande R.S., Nalawade R.A (Индия), Y.Liu (Китай), Ya Bazel (Япония), Youcef M.H., Jeoung M.S., Choi H.S., Mohammadi S. Z., Yassen S. M и многие другие. Можно привести в примере ряд учёных стран СНГ: Золотов Ю.А., Иванов В., Чырагов Ф.М., Вернигора А.Н., Заболотних С.А., Булатов А.В., Елчишева Ю.Б., Саввин С.Б., Али Залов, Гавриленко Н.А., Долманова И.Ф. (Россия), Вердизаде Н.А. (Азербайджан), Сарафанова Л.А., Дмитриенко С.Г. (Украина) и другие ученые.

К этому ряду ученых относятся и современные узбекские учёные, особенно один из них академик Талипов Ш.Т., которое создал школу химиков-аналитиков в республике и Средней Азии, члены которой сосредоточили свои работы на методах, посвященных оптическому и электрохимическому анализу тяжелых и токсичных металлов, фотометрии, спектрофотометрии, комплексонометрию, инверсионно-вольтамперометрии, амперометрию и другим методам анализа. Работы Хадеева В.А., Жданова А.К., Джиянбаевой Р.Х., Бабаева Н.Б., Ташходжаева А.Т., Хамракулова Т.К., Геворгяна А.М., Рахматуллаева К.З., Круковской Е.Л., Шестеровой И.П., Чапрасовой Л.В., Тураева Х.Х., Файзуллаева О., Турабова Н.Т., Смановой З.А., А.М.Насимова и Абдурахманова Э. посвящены непосредственно развитию этого направления. Все вышеизложенное относится к новым исследованиям, связанным с органическими аналитическими реагентами и свидетельствует о том, что на практике создаются широкие возможности для научно-исследовательской работы по спектрофотометрическому определению никеля(II) и меди(II) для экологических и аналитических целей.

**Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ высшего образовательного заведения.** Диссертационное исследование выполнено в рамках проекта №ФЗ-20171024243 «Исследование

физико-химических свойств иммобилизованных азореагентов при определении ионов кобальта и железа» (2018-2019) и плана научно-исследовательских работ Ф7-84 Самаркандского государственного университета.

**Целью исследования** является разработка методов спектрофотометрического определения ионов Ni(II) и Cu(II) в растворе и твердофазной иммобилизованной прозрачной желатиновой пленке.

**Задачи исследования:**

применение нового азореагента динатриевой соли 4-гидрокси-3-(4-сульфонато-1-нафтилазо)-1-нафталинсульфоната (4-ГОКСНН) при определении микро- и макроколичеств ионов Ni(II) и Cu(II), нахождение оптимальных условий образования окрашенных комплексов в растворе и на поверхности иммобилизованной прозрачной желатиновой пленки;

определение физико-химических свойств, спектральных характеристик 4-ГОКСНН и его комплексов с ионами металлов, истинного молярного коэффициента поглощения, соотношения молей компонентов комплексных соединений, констант равновесия, неустойчивости и устойчивости;

определение прямолинейного уравнения градуированного графика и селективности исследуемых аналитических реакций определения ионов Ni(II) и Cu(II) в присутствии различных ионов в растворе и на иммобилизованной желатиновой пленке. Анализ металлов из состава искусственных бинарных, сложных смесей, руд, стандартных промышленных сплавов и биологических и реальных природных объектов;

определение правильности и воспроизводимости разработанных методик методом(способом) «введено-найдено», установление нижнего предела обнаружения ионов Ni(II) и Cu(II) и метрологическая оценка полученных результатов;

рекомендация методов спектрофотометрического определения ионов Ni(II) и Cu(II) в растворах и с использованием твердофазной иммобилизованной прозрачной желатиновой пленки с новым азореагентом 4-ГОКСНН;

проведение испытаний в лабораторных условиях по спектрофотометрическому определению ионов Ni(II) и Cu(II) разработанными методиками из состава реальных объектов и использование их при поиске рациональных решений для анализа сложных объектов и материалов.

**Объектами исследования** являются искусственные смеси различного состава, природные и сточные воды, стандартные образцы промышленных сплавов, биологические объекты и образцы полиметаллических руд.

**Предметом исследования** являются ионы Ni(II) и Cu(II) и их соединения в объектах окружающей среды.

**Методы исследования.** В ходе исследований использовались фотометрические, спектрофотометрические, твердофазно-фотометрические, потенциометрические, ИК-, <sup>1</sup>H-PMR-спектроскопия, Рамановская спектроскопия, квантово-химические и статистические методы расчета.

**Научная новизна исследования** заключается в следующем:

впервые определены молярный коэффициент поглощения и константа диссоциации нового селективного органического аналитического реагента 4-ГОКСНН;

спектрофотометрическим методом определены истинный молярный коэффициент поглощения и константы равновесия реакций комплексообразования ионов Ni(II) и Cu(II) с 4-ГОКСНН;

впервые разработаны методы определения ионов Ni(II) и Cu(II) с 4-ГОКСНН в растворе и с использованием иммобилизованной желатиновой пленки;

разработан спектрофотометрический метод обнаружения ионов Ni(II) и Cu(II), который является селективным при анализе искусственных моделей, смесей сложного состава, реальных природных объектов и стандартных образцов промышленных сплавов;

впервые разработана возможность использования 4-ГОКСНН, иммобилизованной на твердой фазе желатиновой пленки в качестве аналитического сенсора для определения Ni(II) и Cu(II) с возможностью одновременной концентрированием и детектированием, а также улучшены метрологические характеристики: избирательность, воспроизводимость и точность. В свою очередь доказано, что достоверность, вероятность и погрешность результатов повышаются в несколько раз.

**Практические результаты исследования** заключаются в следующем:

определены оптимальные условия реакции комплексообразования ионов Ni(II) и Cu(II) с реагентом 4-ГОКСНН, найдена оптимальная кислотность среды, концентрация ионов металлов и реагента, а также другие аналитические и метрологические характеристики;

разработана высокочувствительная, экспрессная, экономически дешёвая, избирательная методика определения ионов Ni(II) и Cu(II) в бинарных и более сложных смесях, промышленных образцах, природных водах, минералах и других объектах реагентом 4-ГОКСНН;

созданы селективные спектрофотометрические методики определения ионов Ni(II) и Cu(II) реагентом 4-ГОКСНН в модельных бинарных и более сложных смесях, имитирующие реальные объекты, и промышленных алюминиевых и медных сплавах.

**Достоверность результатов исследования** была доказана современными физико-химическими методами, такими как фотометрия, спектрофотометрия, потенциометрия, ИК-,  $^1\text{H-NMR}$  и Рамановская спектроскопия, а также квантово-химическими расчетами. Результаты эксперимента проанализированы и были пересчитаны методами математической статистики.

**Научная и практическая значимость результатов исследования.**

Научная значимость результатов исследований состоит в том, что в диссертации показана возможность повышения селективности определения ионов Ni(II) и Cu(II) в составе различных объектов. Истинные молярные коэффициенты комплексов, образованных 4-ГОКСНН с Ni(II) и Cu(II),

составляют  $2,5 \cdot 10^4$  и  $4,8 \cdot 10^4$  соответственно, причем чувствительность по Сенделу для ионов Ni(II) 0,01336 мкг/см<sup>2</sup> и для иона Cu(II) 0,00651 мкг/см<sup>2</sup>, а нижние пределы обнаружения для иона Ni(II) 0,013 мкг/25 мл, для иона Cu(II) 0,096 мкг/25 см<sup>3</sup>.

Практическая значимость результатов исследований заключается в спектрофотометрическом и твердофазном анализе ионов Ni(II) и Cu(II) из бинарных и модельных растворов, природных вод, промышленных сплавов на основе алюминия и меди, а также сложных материалов и экологических материалов.

**Внедрение результатов исследования.** На основании научных результатов, полученных при разработке спектрофотометрических методов обнаружения ионов Ni(II) и Cu(II) 4-ГОКСНН:

разработаны методы спектрофотометрического обнаружения и внедрены для определения ионов Ni(II) и Cu(II) из состава промышленных отходов и сточных вод в Центральной научно-исследовательской лаборатории АО Навоийский горно-металлургический комбината (справка АО Навоийский «Горно-металлургический комбинат» №23/01-01-07/153 от 09-апреля 2024 г.). В результате удалось определить ионы Ni(II) и Cu(II) в промышленных отходах и сточных вод.

Методы спектрофотометрического определения микроколичеств ионов Ni(II) и Cu(II) из состава реальных объектов внедрены в практику АО «Дехканабадский калийный комбинат» (справка АО «Дехканабадский калийный комбинат» №02-4/1115 от 20 марта 2024 г.). Разработанные методы позволили повысить селективность, чувствительность, выразительность и точность определения микроколичеств ионов Ni(II) и Cu(II) из состава природных вод, улучшить аналитические и метрологические характеристики.

**Апробация результатов исследования.** Результаты исследований были представлены и обсуждены на 4 международных и 7 республиканских научно-практических конференциях.

**Публикация результатов исследования.** По теме диссертационной работе опубликовано 15 научных работ, в том числе 4 научные статьи в научных изданиях, рекомендованных к публикации основных научных результатов диссертаций доктора философских наук (PhD) ВАК при МВОНИИ Республики Узбекистан, 2 в международных и 2 в республиканских журналах.

**Структура и объем диссертации.** Структура диссертации состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы и приложения. Объем диссертации составляет 120 страниц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

**Во введении** обоснована актуальность и необходимость темы диссертации, указаны цели и задачи, объекты и предметы исследования, показана совместимость исследования с приоритетными направлениями развития науки и техники в Республике Узбекистан, его научная новизна и практические результаты. Изложены и обоснована достоверность полученных

результатов, раскрыта теоретическая и практическая значимость, сделаны выводы о перспективах внедрения результатов исследования, представлены опубликованные работы и сведения о структуре диссертации.

В первой главе диссертации, озаглавленной **«Оптические и другие физико-химические методы определения ионов Ni(II) и Cu(II)»**, представлен обзор литературы, в котором описаны работы, представленные в зарубежных и республиканских изданиях, посвященные обнаружению ионов Ni(II) и Cu(II) в различных водных и твердофазных средах оптическими и другими методами с помощью различных реагентов. На основе анализа полученных данных обоснована важность мониторинга количества никеля и меди в отходах, технологических, питьевых, природных и других объектах окружающей среды, организмах, водах и промышленных пробах, описаны актуальность, цель и задачи диссертационной работы.

Во второй главе диссертации под названием **«Установление оптимальных условий комплексообразования, определение спектрофотометрических характеристик реагента и его металлокомплексов»** представлены методы приготовления стандартных и рабочих растворов, идентификации реагента и качественных реакций ионов металлов с 4-ГОКСНН, подобраны оптимальные условия комплексообразования и спектрофотометрического описания реакций, установлены состав и мольные соотношения комплексов, спектрофотометрическим методом определены чувствительность и различные константы комплексов Ni(II) и Cu(II) с 4-ГОКСНН.

В третьей главе диссертации под названием **«Физико-химическое исследование 4-ГОКСНН и его комплексов с ионами никеля(II), меди(II) и их анализ»** определены соотношения молей компонентов составляющих комплексы описаны спектральные характеристики комплексов, константа диссоциации 4-ГОКСНН по методу Комаря, определены истинный молярный коэффициент поглощения и константа равновесия, заряды комплексов, квантово-химический расчет реакционной способности молекулы 4ГОКСНН, спектральные характеристики комплекса образуемого ионом Cu(II) в пленке иммобилизованной с 4-ГОКСНН, осуществлен математико-статистический пересчет результатов градуировочного графика методом наименьших квадратов, проведена твердофазно-фотометрическое определение ионов Cu(II) в присутствии различных примесей. Проведен анализ структуры 4-ГОКСНН по спектрам  $^1\text{H}$ -ЯМР и  $^{13}\text{C}$ -ЯМР, ИК- и Рамановской спектроскопии, определены нижний предел обнаружения ( $Q_{\min}$ ) ионов Ni(II) и Cu(II), проверено точность и воспроизводимость метода их обнаружения.

В качестве органического аналитического реагента для спектрофотометрических исследований использовали водный раствор 4-ГОКСНН. В результате исследования выбран оптимальный светофильтр для 4-ГОКСНН равным  $\lambda_{\max}=510$  нм, и для его комплекса с Ni(II) равным  $\lambda_{\max}=600$  нм, для комплекса с Cu(II) равным  $\lambda_{\max}=435$  нм (рис. 1). Установлено, что среда раствора имеет высокие значения ОП в диапазоне рН=8,12-9,39 для комплекса Ni(II) и рН=5,87-6,31 для комплекса Cu(II), при этом оптимальным был выбран рН=8,40 для Ni(II) и рН=5,95 для Cu(II) (рис. 2).

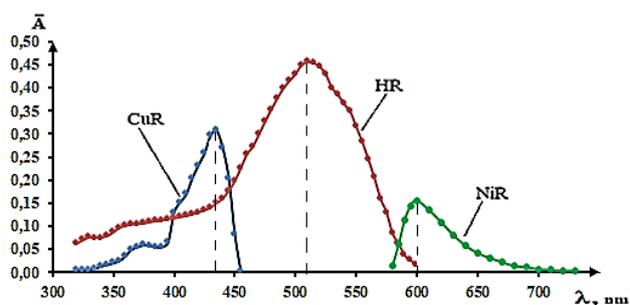


Рис. 1. График определения оптимальной длины волны поглощения 4-ГОКСНН и его комплексов с ионами Ni(II) и Cu(II)

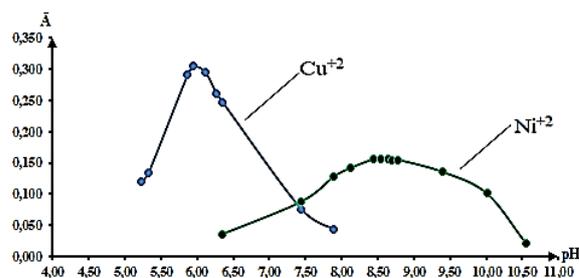


Рис. 2. График зависимости значения оптической плотности комплекса ионов Ni(II) и Cu(II) с 4-ГОКСНН от среды раствора (рН)

По полученным результатам: для полного связывания  $50,0 \text{ мкг/см}^3$  Ni(II) в комплекс  $1,8 \text{ см}^3 0,05\%$  раствора 4-ГОКСНН и для полного связывания  $50,0 \text{ мкг/мл}$  Cu(II) в комплекс  $1,9 \text{ см}^3 0,05\%$  раствора 4-ГОКСНН оказалось достаточным. Изучена зависимость оптической плотности комплексов с Ni(II) и Cu(II) от количества добавляемого раствора металл ионов.

По результатам, представленным на рис. 3, можно сделать вывод что, область подчинения закону Бугера-Ламберта-Бера составляет  $5,0-60 \text{ мкг Ni(II)}$  в  $25,0 \text{ см}^3$  раствора и Cu(II) определялась в диапазоне  $5,0-50 \text{ мкг}$ .

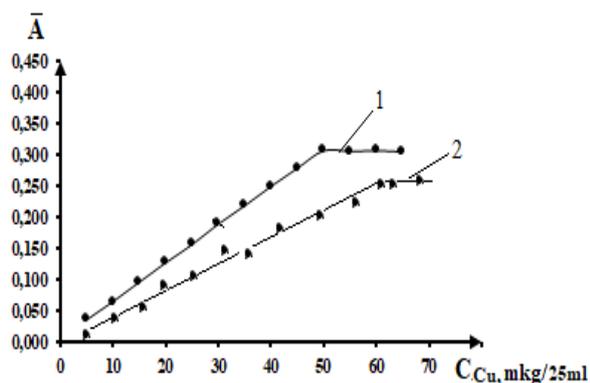


Рис.3. Зависимость ОП от количества добавленных Cu(II) (1) и Ni(II) (2)

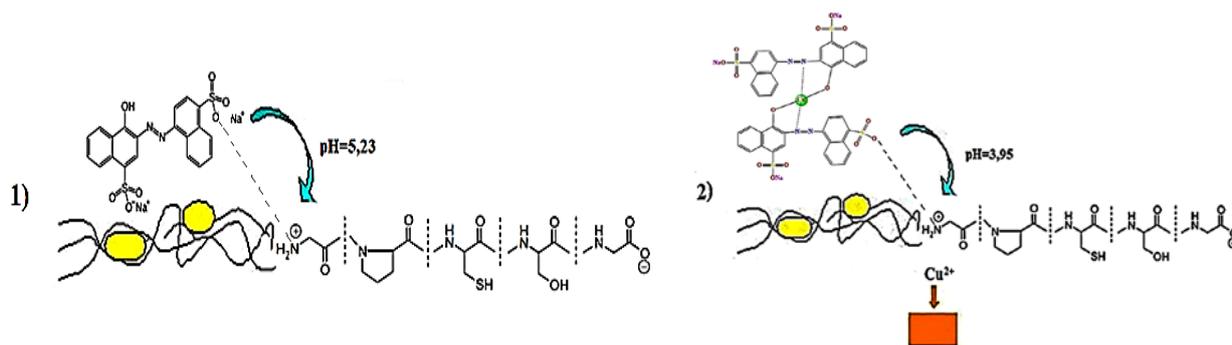
При более высокой концентрации наблюдалось отклонение от линейной зависимости. В выбранных оптимальных условиях измерены спектры поглощения комплексов Ni(II) и Cu(II), образующихся с 4-ГОКСНН, и рассчитана их чувствительность по Сенделю. По полученным результатам чувствительность по Сенделю показывает, что разработанные методы обладают высокой чувствительностью (табл. 1).

Найдена оптимальная длина волны поглощения света иммобилизованного на прозрачной пленке 4-ГОКСНН и его комплекса с ионами Cu(II). Учитывая, что каждая молекула в процессе иммобилизации поглощает свет определенной длины волны, иммобилизацию реагента 4-ГОКСНН в пленке (1) и комплекса с Cu(II) (2) на поверхности пленки изучали методом твердофазной спектрофотометрии (рис. 4).

Таблица 1

**Важнейшие спектральные характеристики комплексов Ni(II) Cu(II)**

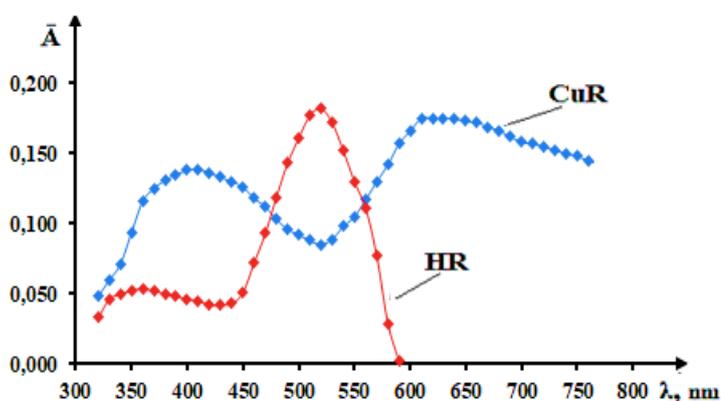
Ионы металлов	Цвет комплекса	рН	Максимум $\lambda$ , нм		$\Delta\lambda$	$C_{Me}^{2+}$ , мкг/25 см <sup>3</sup>	$C_{Me}^{2+}$ , мол/дм <sup>3</sup> $10^{-5}$	$\bar{A}$	Чувствительность по Сенделю мкг/см <sup>2</sup>
			MeR <sub>2</sub>	HR					
Ni <sup>2+</sup>	Красновато-коричневый	8.40	600	510	90	50	3,407	0,176	0,01136
Cu <sup>2+</sup>	Красно-желтый	5,95	435	510	75	50	3,147	0,307	0,00651



**Рис. 4. Схема модификации 4-ГОКСНН (1) и его комплекса с Cu(II) (2) на поверхности желатиновой пленки**

Установлено наибольшее значение ОП при иммобилизации 4-ГОКСНН и его комплекса с ионами Cu(II) в пленке (рис. 5).

Из полученных результатов видно, что иммобилизация пленок реагентом наблюдается при pH=5,23 и максимум светопоглощение при  $\lambda_{\max}=520$  нм и pH=3,95. Кроме, того кривая светопоглощения комплекса Cu(II) с 4-ГОКСНН имеет два максимума при 435 и 630 нм соответственно. Состав комплексного соединения, образовавшегося



**Рис. 5. График оптимальной длины волны поглощения пленки, иммобилизованной 4-ГОКСНН, и его комплекса, с ионами Cu(II) на пленке, иммобилизованной 4- ГОКСНН.**

в твердофазной пленке, экспериментально рассчитано методами изомольярных серий по расчетным данным соотношение оказался равным Me:R=1:2.

Математико-статистический пересчет результатов градуировочного графика проводился методом наименьших квадратов:

$$a = \frac{\sum X_i^2 \cdot \sum Y_i - \sum X_i \cdot \sum X_i Y_i}{n \cdot \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2} = \frac{16250 \cdot 1,249 - 390 \cdot 50,02}{12 \cdot 16250 - (390)^2} = 0,018378$$

$$b = \frac{n \cdot \sum X_i Y_i - \sum X_i \cdot \sum Y_i}{n \cdot \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2} = \frac{12 \cdot 50,02 - 390 \cdot 1,249}{12 \cdot 16250 - (390)^2} = 0,002637$$

Для определения ионов Cu(II) оно имеет вид:

$$Y_i = a + bX_i = 0,018378 + 0,002637 X_i$$

Ионы Cu(II) образуют с 4-ГОКСНН устойчивое комплексное соединение при pH=3,95. В этой среде для обнаружения ионов Cu(II) можно использовать несколько ионов. Поэтому была изучена избирательность метода. По результатам для определения 50 мкг Cu(II) мешают ионы в соотношениях Hg<sup>2+</sup> (1:20), Zn<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> (1:10), Co<sup>2+</sup> (1:5), ЭДТА и SCN<sup>-</sup> (1:3). Доказано, что ионы Cu(II) можно обнаружить путем маскировкой ионов Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> и Hg<sup>2+</sup> ионами

SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> и Co<sup>2+</sup> с помощью NH<sub>4</sub>OH, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> (1:50), в качестве маскирующих агентов.

Известно, что наличие ионов Cu(II) в составе различных объектов окружающей среды и промышленных образцов создает необходимость определения и контроля их микроколичеств. Поэтому было проведено твердофазное сорбционно-фотометрическое определение Cu(II) из состава искусственной смеси (табл. 2).

Определение ионов меди(II) в составе искусственных смесей проводили на основании выбранных оптимальных условий методом твердофазной спектрофотометрии без добавления связывающих реагентов, при этом были получены воспроизводимые результаты, при этом относительное стандартное отклонение (Sr) не превышает 0,0045.

Таблица 2

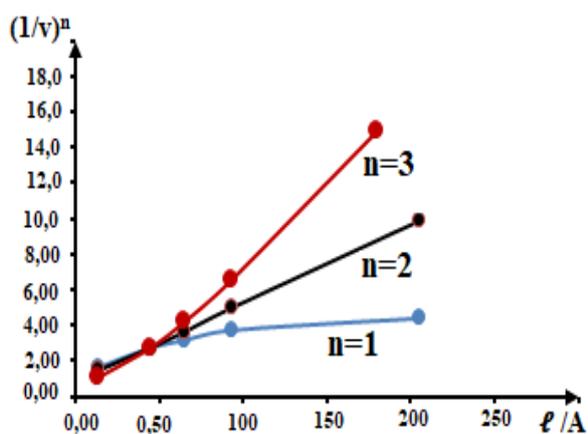
**Результаты твердофазного спектрофотометрического определения Cu(II) из состава искусственной смеси (C<sub>Cu<sup>2+</sup></sub> = 50,0 мкг, ℓ=0,10 см, λ<sub>max</sub>=630 нм, рН=3,95, n=5, P =0,95, t<sub>рк</sub>=2,78)**

Состав искусственного сплава (Me:Cu)	$\bar{A}$	Найдено Cu <sup>2+</sup> , мкг X <sub>i</sub>	$\bar{X}_i$	X <sub>i</sub> - $\bar{X}_i$	(X <sub>i</sub> - $\bar{X}_i$ ) <sup>2</sup>	S	S <sub>r</sub>	$\bar{X}_i \pm \Delta X$
K <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , (100); Al <sup>3+</sup> (10); Ca <sup>2+</sup> (5); Cl <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (150); F <sup>-</sup> (1); Co <sup>2+</sup> (0.5); Ba <sup>2+</sup> (500); Cr <sup>3+</sup> (15); Fe <sup>3+</sup> (50); Ni <sup>2+</sup> (0.5);	0,150	49,91	50.06	0,15	0,0225	0,2257	0,0045	50.06±0,28
	0,151	50,29		0,23	0,0529			
	0,151	50,29		0,23	0,0529			
	0,149	49,91		-0,15	0,0225			
	0,151	50,29		0,23	0,0529			

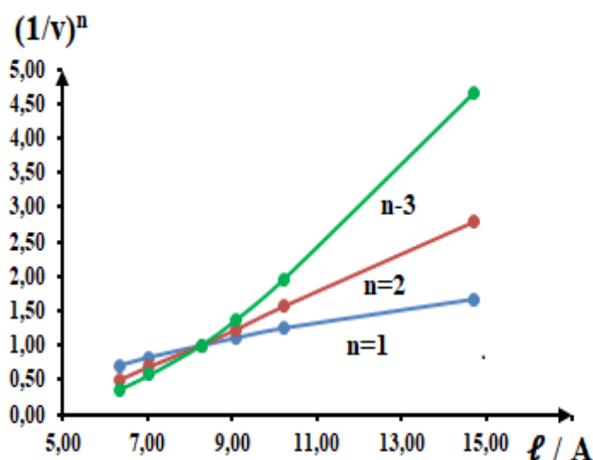
Спектрофотометрическим методом изучена возможность многоцветного использования сенсоров на основе желатиновой пленки, иммобилизованной 4-ГОКСНН.

Для этого в КФК-3 измеряли ОП образовавшегося комплекса Cu(II) на поверхности пленки по сравнению с иммобилизованной пленкой при λ=630 нм, рН=3,95, ℓ=0,10 см. Процесс десорбции проводили в буферных растворах со значением рН: 1,03; 2,06; 3,17 и 3,38. В растворе с соотношением 1,03 наблюдалось, что ионы меди(II), содержащиеся в комплексе в пленке, полностью десорбируются с её поверхности пленки в раствор. При повторной десорбции пленки до 6 раз значение ОП сохранилось и уменьшалось в последующих исследованиях. Установлено, что созданные таким образом датчики можно повторно использовать до 6 раз. На основании вышеизложенного можно сделать вывод о том, что иммобилизованный-4-ГОКСНН можно использовать в качестве сенсоров для визуального тестирования.

Для определения состава комплекса использовали метод прямых линий Асмуса в стехиометрических пропорциях и строили графики зависимости (ℓ/V)<sub>n</sub>=ℓ/A).



**Рис. 6. График определения состава комплексного соединения Ni(II) методом прямых линий Асмуса**



**Рис. 7. График определения состава комплексного соединения Cu(II) методом прямых линий Асмуса**

Установлено, что при значении  $n=2$  образуется прямая линия, соответствующая составу  $Me:R_2$  (рис. 6-7). Проведенные исследование по методу Изомолярных серии также доказывает состав комплексов 1:2.

Истинный молярный коэффициент поглощения комплекса Cu(II) с 4-ГОКСНН был определен равным 48077 и константа равновесия  $K_{равн}=28 \cdot 10^{-5}$ .

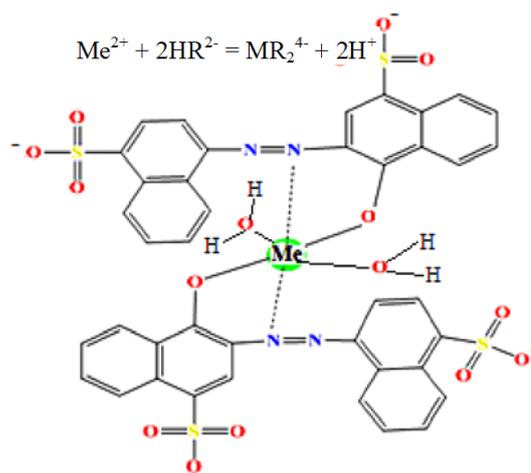
Измерены спектры ЯМР  $^{13}C$  реагента 4-ГОКСНН, по полученным данным синглетные сигналы при 129,522 и 176,973 м.д. принадлежат связям  $-CN-$  в диазогруппе, 136,150 м.д. синглетный сигнал связи  $-C-OH$ , 131,187 и 133,293 м.д. синглетный сигнал.  $-119,324$  по связи  $CS$  и слева от диазогруппы; 123, 154; 125,794 (2C), 126,477, 132,490 и 110,313 справа от диазогруппы; 125 794; 126477 (3S), 127335; 127 540.

Был сделан вывод, что несколько сигналов при 128 526 м.д. принадлежат углероду 15 ароматических колец. 4-ГОКСНН обладает свойством образовывать окрашенный комплекс с несколькими металлами благодаря группам  $-OH$  и  $-N=N-$ , отсюда по видимому образуется шестичленные циклические хелатные соединения. При этом квазиароматический цикл образуется за счет слабой делокализации электронов в координационной связи.

В ИК-спектре реагента виден интенсивный максимум поглощения, принадлежащий группе  $-OH$ , наблюдаемый в районе  $3421,61 \text{ см}^{-1}$ . При  $1497,14 \text{ см}^{-1}$  наблюдается поглощение диазогруппы ( $-N=N-$ ), в районе  $1276,3 \text{ см}^{-1}$  для связи  $C=C$  ароматического кольца, при  $1043,92$  и  $1017,88 \text{ см}^{-1}$ ; наблюдались максимумы поглощения для сульфогруппы ( $SO_3^{2-}$ ).

Это указывает на образование ионной связи между  $-O$  атомом в группе  $-OH$  и металлом. Максимум поглощения образовавшейся в результате новой связи  $-M-O$  наблюдался в районе  $406,68 \text{ см}^{-1}$ .

Видно также, что интенсивность пика связи  $-N=N-$  в районе  $1497\text{ см}^{-1}$  сильно снижена ( $1407,67\text{ см}^{-1}$ ). Это указывает на образование донорно-акцепторной связи между металлом и атомом азота с более низким электростатическим потенциалом группы  $-N=N-$ . По результатам проведенных исследований, ИК-, Рамановского спектра, квантово-химических исследований, метод прямых Асмуса, метод изомолярных рядов, по результатам определения заряда комплексов Ni(II) и Cu(II) с 4-ГОКСНН можно представить структуру комплексов в следующей форме (Рис. 8).



**Рис. 8. Примерная структурная формула комплексных соединений Ni(II) и Cu(II) с 4-ГОКСНН**

С целью определения возможности использования реагента в анализе, и селективности метода изучали влияние посторонних ионов на определение ионов Ni(II) и Cu(II).

Определение проводили в оптимальных условиях по общей методике. Результаты показывают, что при определении  $10,0\text{ мкг}$  никеля реагентом 4-ГОКСНН щелочные металлы и  $Al^{3+}$ ,  $Sn^{2+}$ ,  $NH_4^+$ ,  $Cl^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $Br^-$ ,  $NO_3^-$ ,  $F^-$  не мешают, при пропорциях 1:1000 не мешают.  $Co^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$  (1:1),  $Zn^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$  (1:5),  $Hg^{2+}$  (1:8),  $Fe^{3+}$ ,  $Cr^{3+}$  (1:10), ЭДТА,  $SCN^-$  (1:0,5) мешают определению. Для определения ионов Cu(II) щелочные металлы,  $Al^{3+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sn^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $NH_4^+$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $F^-$ ,  $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $NO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $PO_4^{3-}$  (1:1000) не мешают. В соотношениях  $Fe^{3+}$  (1:10),  $Hg^{2+}$  (1:8),  $Zn^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$  (1:5),  $Co^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$  (1:1), ЭДТА,  $SCN^-$  (1:0,5) не позволяют определять ионы Cu(II) в полученных оптимальных условиях. Повышение селективности реагента связано с правильным выбором оптимальных условий, что позволяет добиться высоких метрологических характеристик метода определения.

Результаты определения влияния посторонних катионов и мешающих анионов комплексообразователей различных свойств и количеств позволили определить ионы Ni(II) и Cu(II) в индивидуальных растворах с 4-ГОКСНН и эти ионы представляют собой искусственные, бинарные, сложные смеси и это является основой для идентификации по составу природных и промышленных объектов.

Также использовать эти металлы при спектрофотометрическом определении в растворах и на поверхности твердофазных оптически прозрачных чувствительных сенсоров с высокими метрологическими характеристиками и аналитическими параметрами по составу образцов, аналогичных различным природным и промышленным объектам является основной задачей.

Четвертая глава диссертации названная «Аналитическое применение спектрофотометрических методов, разработанных для определения

**ионов никеля(II) и меди(II)»** посвящена их спектрофотометрическому определению с 4-ГОКСНН. Разработанные спектрофотометрические методы и полученные экспериментальные результаты были обработаны с использованием актуальных правил и приемов математической статистики, известных в мировой литературе. Разработанная методика может быть применена для анализа искусственных смесей, природных и промышленных объектов (природных вод, сплавов, минералов, руд) и других реальных природных объектов и промышленных материалов.

Ионы Ni(II) и Cu(II) маскируются описанным выше методом, при этом ионы Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> и Hg<sup>2+</sup> с Cl<sup>-</sup> и S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> ионами, Fe<sup>3+</sup> с F<sup>-</sup> ионами, Co<sup>2+</sup> с NH<sub>4</sub>OH, NO<sub>2</sub><sup>-</sup> и для Cu<sup>2+</sup> с F<sup>-</sup>, CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup> ионы использовались при анализе сложных смесей различного состава.

Полученные практические результаты позволили определить Ni(II) и Cu(II) в природных объектах и промышленных материалах, а также в присутствии мешающих ионов металлов различной природы и количеств, не вызывающих разрушения при раздельном присутствии.

Ионы, мешающие обнаружению Ni(II) и Cu(II), взяты за основу для приготовления сложных искусственных смесей, результаты анализа которых представлены в Табл. 3.

Согласно полученным результатам ионы Ni(II) и Cu(II) можно спектрофотометрически определить из состава искусственных смесей, соответствующих составу реальных объектов, относительное стандартное отклонение в разработанной методике (S<sub>r</sub>) при этом не превышает для Ni(II) 0,0151 Cu(II) 0,0088 соответственно. Это показывает надежность и корректность разработанной методики.

**Таблица 3**

**Результаты определения ионов Ni(II) и Cu(II) из состава искусственной смеси(КФК-3, ℓ=3,0 см, n=5, P=0,95, t<sub>рк</sub>=2,78)**

Соотношение посторонних ионов Ni <sup>2+</sup> : (50 мкг)	$\bar{A}$	Найдено Me <sup>2+</sup> , мкг Xi	$\bar{X}_i \pm \Delta X$	С <sub>i</sub> - $\bar{X}_i$	$(X_i - \bar{X}_i)^2$	S	S <sub>r</sub>
Определение Ni(II) (C <sub>Ni<sup>2+</sup></sub> =50,0 мкг, □ <sub>max</sub> =600 нм, pH=8,40,							
Mg <sup>2+</sup> (5)	0,152	48,50		-1,00	1,0000	0,7491	0,0151
Pb <sup>2+</sup> (5) Cl <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (150)	0,154	49,17		-0,33	0,1089		
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (500)	0,155	49,50	49,50±0,93	0,00	0,0000		
Cd <sup>2+</sup> (0,1)	0,156	49,84		0,34	0,1156		
	0,158	50,51		1,01	1,0201		
Определение Cu(II) (C <sub>Cu<sup>2+</sup></sub> = 30,0 мкг, □ <sub>max</sub> =435 нм, pH =5,95							
K <sup>+</sup> , Na <sup>+</sup> , NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , (100); I <sup>3+</sup> (10); Mg <sup>2+</sup> (5); Cl <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (150) NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (500), Co <sup>2+</sup> 0.5)	0,189	30,17		0,00	0,0000	0,2641	0,0088
	0,188	30,00		-0,17	0,0289		
	0,191	30,50	30,17±0,33	0,33	0,1089		
	0,187	29,83		-0,34	0,1156		
	0,190	30,33		0,16	0,0256		

Разработанный метод чувствительного и селективного определения ионов Ni(II) и Cu(II) с 4-ГОКСНН был применен к анализу стандартных образцов промышленных сплавов (АК12МК 203-1, АК12МК 203-5, М99-5, М115-1 (Н9, НХ98)).

**Методика определения:** в мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносили 5,0 мл универсальной буферной смеси с выбранным рН, 0,05%-ного раствора реагента 4-ГОКСНН; 1,8 см<sup>3</sup> ионов Ni(II) и 1,9 см<sup>3</sup> ионов меди(II), добавляли маскирующие реагенты: F<sup>-</sup> (1:300), CH<sup>3</sup>COO<sup>-</sup> (1:500), S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> (1:50) для связывания ионов алюминия, свинца, меди и железа и доводили объем раствора до метки бидистиллированной водой. ОП измеряли на КФК-3 для Ni(II) при  $\lambda=600$  нм,  $\ell=3,0$  см и для Cu(II) при  $\lambda=435$  и  $\ell=3,0$  см относительно раствора холостого опыта. Полученные результаты и расчеты их математической обработки представлены в табл. 4.

Метод спектрофотометрического обнаружения ионов с азореагентом 4-ГОКСНН в растворе положительно охарактеризовался нижним пределом обнаружения, высокой чувствительностью, селективностью и значением Sr, не превышающим 0,0257.

Разработанный метод был использован при анализе руд Хандизинского рудника, расположенного в Сурхандарьинской области Республики Узбекистан. Медь в руде анализировали разделением соответствующих элементов.

**Подготовка проб для анализа:** Пробу руды массой 0,5000 г растворяли по данным литературы. После выпаривания соль в термостойком стакане упаривали до формы и промывали водой. Осадок отфильтровывали и промывали 3 раза по 5,0 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, каждый раз фильтровали и фильтрат собирали в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Открыв фильтр, отмыв из него осадок в другой стакан, добавив 4-5 см<sup>3</sup> 5,0 М HCl, нерастворимую часть пробы отфильтровали. Полученные растворы количественно переносили в мерную колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup> и доводили до метки дистиллированной водой.

**Методика определения.** Аликвоту полученного раствора помещали в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, к ней добавляли маскирующие вещества (5,0 мл 0,5 М раствора ДЭДТК, 5 мл буферного раствора для ионов Cu(II) 1,9 см<sup>3</sup> раствора 4-ГОКСНН. и довели до метки бидистиллированной водой.

Величину ОП растворов измеряли в КФК-3 при оптимальных длинах волн в кювете толщиной  $\ell=2,0$  см. Анализ руд и концентратов представлен в табл. 5. Относительное стандартное отклонение (Sr) полученных результатов не превысило 0,028, что свидетельствует о высокой точности предлагаемого метода и его хорошей воспроизводимости.

Таблица 4

**Результаты определения ионов Ni(II) и Cu(II) из состава стандартных образцов промышленных сплавов на основе алюминия и меди спектрофотометрическим методом**

Название пробы, Me, %	V <sub>проб</sub> мл	Содержание Me <sup>2+</sup> в аликвоте, мкг	$\bar{A}$	Найдено Me <sup>2+</sup> , мкг $\bar{X}$	S	S <sub>r</sub>	$\bar{X} \pm \Delta X$
Определение Ni(II); $\lambda=600$ нм; l=3,0 см; pH=8,40; n=3; P=0,95;							
M115-1 (H9, HX98)	1.0	44,17	0,139 0,136 0,141	44,16 43,16 44,83	0,8404	0,0191	44,05±2,09
	1.2	43,16	0,139 0,137 0,135	44,16 43,49 42,82	0,6700	0,0154	43,49±1,67
	1.3	57,43	0,184 0,178 0,176	59,19 57,18 56,52	1,3907	0,0241	57,63±3,45
Определение Cu(II); $\lambda=435$ нм; l=3,0 см; pH=5,95; n=3; P=0,95							
AK12МК 203-1	1	33	0,204 0,208 0,202	32,64 33,31 32,31	0,5096	0,0156	32,75±1,266
	1,25	41,25	0,256 0,253 0,258	41,26 40,76 41,59	0,4157	0,0257	41,20±1,03
	1,5	49,5	0,307 0,304 0,301	49,70 49,21 48,71	0,4950	0,0101	49,21±1,23
AK12МК 203-5	3	45	0,278 0,280 0,273	44,90 45,23 44,07	0,5991	0,0134	44,7±1,49
	3.2	48	0,302 0,297 0,294	48,87 48,05 47,55	0,6664	0,0103	48,16±1,66
	3.3	49,5	0,302 0,306 0,311	48,87 46,75 50,36	1,8141	0,0143	48,66±1,05
M99-5	0,5	20,5	0,132 0,135 0,129	20,73 21,23 20,23	0,500	0,0241	20,73±1,24
	1.0	41	0,244 0,248 0,251	39,27 39,93 40,43	1,2036	0,0215	39,88±2,99
	1.1	45,1	0,275 0,279 0,282	44,40 45,07 45,56	0,0582 3	0,0129	45,01±1,44
	1.2	49,2	0,304 0,307 0,301	49,21 49,70 48,71	0,0453	0,0074	49,21±1,23

Таблица 5

Результаты спектрофотометрического определения ионов Cu(II) в пробе рудника Хандиза ( $m_{\text{проб.}}=0,5000$  г;  $\ell=3,0$ ;  $pH=5,95$ ;  $n=5$ ;  $\lambda=535$ ;  $P=0,95$ ; КФК-3)

№	Полученная аликвота, V, мл	Количество Cu(II) в аликвоте, мкг	A	Найдено, Cu <sup>2+</sup> , мкг, Xi	$\bar{X}_i \pm \Delta X$	S	S <sub>r</sub>
1	1.0	30,2	0,188	31.12	30,43±2,06	0,8286	0,0272
			0,185	29.50			
			0,192	30,66			
2	1.2	36,24	0,225	36,13	36,07±1,45	0,5823	0,0161
			0,228	36,62			
			0,221	35,46			
3	1,4	42,28	0,261	42,08	42,03±1,46	0,5871	0,0139
			0,264	42,58			
			0,257	41,42			
4	1,5	45,3	0,281	45,39	43,58±7,09	2,8565	0,0665
			0,279	45,07			
			0,283	40,29			
5	1,6	48,2	0,297	48,05	47,83±1,72	0,6926	0,0145
			0,299	48,38			
			0,294	47,05			

**Определение ионов Ni(II) и Cu(II) в природных водах.** На основе исследований, проведенных с целью оптимизации условий прямого спектрофотометрического обнаружения в реальных объектах и оптимальной оценки селективности их обнаружения в некоторых сложных смесях, разработаны новые методы спектрофотометрического обнаружения.

В Табл. 6 представлены результаты определения ионов Ni(II) и Cu(II) в сточных водах (арыках) Ангрена, Навои, Самарканда и Сурхандарьи различных регионов нашей Республики.

Таблица 6

Результаты определения ионов Ni(II) и Cu(II) из состава природных вод ( $C=9,95 \cdot 10^{-4}$  М;  $\lambda_{Ni^{2+}}=600$ ,  $\lambda_{Cu^{2+}}=435$  nm;  $pH_{Ni^{2+}}=8,40$ ;  $\ell=3$  см;  $pH_{Cu^{2+}}=5,95$ ;  $n=3$ ;  $P=0,95$ )

Территория	Найдено Ni(II), мкг/мл ( $\bar{x} \pm \Delta X$ )	S	S <sub>r</sub>	Найдено Cu(II), мкг/мл ( $\bar{x} \pm \Delta X$ )	S	S <sub>r</sub>
Ангрен	9,12±0,84	0,338	0,037	9,78±1,02	0,386	0,039
Навои	9,24±0,072	0,132	0,014	9,96±0,18	0,324	0,033
Самарканд	9,64±0,059	0,106	0,011	9,88±0,11	0,164	0,017
Сурхандарья	9,34±0,018	0,164	0,018	9,32±0,14	0,390	0,042

Из результатов приведенной таблицы видно, что относительное стандартное отклонение разработанного метода определения ионов Ni(II) и Cu(II) в промышленных отходах и фильтраатах сточных вод в различных регионах не превышало 0,037 и 0,042, а также чувствительности по Сенделю для ионов Ni(II) Ч.с.=0,01136 мкг/см<sup>2</sup>, для иона Cu(II) Ч.с= 0,00651 мкг/см<sup>2</sup>, а нижний предел обнаружения составил 0,122 и 0,096 мкг/ см<sup>3</sup> соответственно для ионов Ni(II) и Cu(II).

**Фотометрическое определение ионов Ni(II) и Cu(II) в биологических объектах.** В качестве биологических объектов для исследования были выбраны печень и кровь крупного рогатого скота фермерского объединения «Кызыл Тог» Ташкентской области, Паркентского района.

**Подготовка образцов для идентификации.** 1) Брали 25-30 г печени и 80 см<sup>3</sup> крови и проводили процесс минерализации по ГОСТ 26929-86, этот метод применяют также при анализе пищевых продуктов в промышленности, при использовании сухих и применяют влажную минерализацию проб для фотометрического определения в них Ni(II) и Cu(II).

Для этого отобранные для определения пробы в тот же день упаривали в электрической печи при температуре 80-90 °С в течение 2 часов до остаточной массы 2 г. Полученные массы окисляли 2 мл концентрированной HNO<sub>3</sub>, упаривали до сухой соли, затем нагревали в муфельной печи при 800-900 °С в течение 30 мин.

**Метод определения Ni(II).** В колбу вместимостью 25 см<sup>2</sup> добавили 5,0 см<sup>2</sup> исследуемого раствора содержащего количество Ni(II) в градуированном графическом диапазоне, маскирующие вещества (F<sup>-</sup> (1:1900), S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> (1:900), для маскировки меди(II) ионы CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup> (1:400), добавляли 1,8 см<sup>2</sup> 0,05% раствора 4-ГОКСНН, универсального буферного раствора с рН=8,0÷9,0 и доливали дистиллированную воду до метки. Измеряли ОП при λ=600 нм по сравнению с эталонным раствором, приготовленным без образца в тех же условиях, точное количество Ni(II) рассчитывали с использованием уравнения градуировочного графика.

**Метод определения Cu(II).** В колбу емкостью 25 см<sup>2</sup> добавляли 5 см<sup>2</sup> исследуемого раствора с содержанием Cu(II) в диапазоне градуированного графика, маскирующие вещества, 1,9 см<sup>2</sup> 0,05% раствора 4-ГОКСНН, рН=5,0-6,0, универсальный буферный раствор в объеме 10,0 см<sup>2</sup>. ОП комплексного раствора измеряли при λ=435 нм по сравнению с эталонным раствором, приготовленным без образца в тех же условиях, и точное количество никеля рассчитывали с использованием уравнения градуировочного графика. При оптимальной кислотности (рН 5,95) ионы Ni(II) не мешают определению меди.

Как видно из данных табл. 7, результаты разработанного фотометрического метода определения Ni(II) и Cu(II) из состава биологических объектов являются точными и воспроизводимыми, а относительное стандартное отклонение метода (Sr) не превышала 0,015.

Таблица 7

**Результаты спектрофотометрического определения Ni(II) и Cu(II) в биологических объектах ( $\lambda_{Ni^{2+}}=600$ ,  $\lambda_{Cu^{2+}}=435$  nm;  $pH_{Ni^{2+}}=8,40$ ;  $l=3$  см;  $pH_{Cu^{2+}}=5,95$ ;  $n=3$ ;  $P=0,95$ )**

Обнаруживаемый элемент	Найден металл, $\bar{X} \pm \Delta X$	N	S	Sr
Печень (мкг/кг)				
Никель	90,22±0,12	6	0,07	0,001
Медь	196,40±1,25	6	0,71	0,004
Кровь (мкг/дм <sup>3</sup> )				
Никель	161,35±4,52	5	2,35	0,015
Медь	271,28±2,15	5	2,19	0,008

Таким образом (табл. 2-7), разработан спектрофотометрический метод обнаружения ионов Ni(II) и Cu(II), Sr в во всех случаях не превышает 0,042, количества обнаруженных ионов не превышают предела вероятности достоверности, метод обладает точностью и воспроизводимостью результатов, селективностью и нижним пределом обнаружения и рекомендуется для использования при анализе реальных объектов.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. При оптимизированных условиях спектрофотометрического определения ионов Ni(II) и Cu(II) динатриевой солью 4-гидрокси-3-(4-сульфонато-1-нафтилазо)-1-нафталинсульфоната в растворе и твердой фазе установлены: зависимость оптической плотности от светофильтра, кислотность растворов (pH), количества реагента, спектральных характеристик, молярное соотношение компонентов ( $Me^{2+}:4\text{-ГОКСНН}=1:2$ ) и соблюдение закону Бугера-Ламберта-Бера. Рекомендованы методики определения 5,0-60,0 мкг ионов Ni(II) и 5,0-50,0 мкг ионов Cu(II) в растворе, и 5,0-60,0 мкг иона Cu(II) на твердой фазе в 25 мл водном растворе, основанные на реакции комплексообразования.

2. Впервые найдены истинный молярный коэффициент светоплощения комплексов Ni(II) и Cu(II) с динатриевой солью 4-гидрокси-3-(4-сульфонато-1-нафтилазо)-1-нафталинсульфонатом, определены чувствительность по Сенделю и константы равновесия. Указано их возрастания в порядке Ni(II) и Cu(II)  $\epsilon=25000$  и  $\epsilon=48077$ , а также чувствительность по Сенделю в порядке 0,01136 и 0,00651 соответственно.

3. Разработаны спектрофотометрические методы определения ионов Ni(II) и Cu(II) в растворе и твердой фазе, определена их селективность, доказана простота методики определения, кроме того повышены избирательность, чувствительность, экспрессность и точность.

4. Методом «введено-найденно» определена точность и воспроизводимость разработанных методик, установлен нижний предел обнаружения ионов Ni(II) и Cu(II), полученные результаты метрологически оценены.

5. Впервые рекомендованы методики спектрофотометрического определения ионов Ni(II) и Cu(II) в растворе и в твердофазной иммобилизованной прозрачной желатиновой пленки с новым азореагентом динатриевой соли 4-гидрокси-3-(4-сульфонато-1-нафтилазо)-1-нафталинсульфоната.

6. Методы спектрофотометрического определения ионов Ni(II) и Cu(II) в растворе и твердой фазе рекомендованы к применению для анализа реальных объектов, внедрены в Центральную научно-исследовательскую лабораторию АО «Навоийский горно-металлургический комбинат» и АО «Дехканабадский калийный завод».

**SCIENTIFIC COUNCIL AWARDING SCIENTIFIC DEGREES  
PhD.03/30.12.2019.K.02.05 AT SAMARKAND STATE UNIVERSITY  
NAMED AFTER SHAROF RASHIDOV**

---

**SAMARKAND STATE UNIVERSITY NAMED AFTER  
SHAROF RASHIDOV**

**KHUSANOV BAKHROM MENGDOVULOVICH**

**ELABORATION OF SPECTROPHOTOMETRIC METHODS FOR THE  
DETERMINATION NICKEL(II) AND COPPER(II) IONS**

**02.00.02 – Analytical chemistry**

**DISSERTATION ABSTRACT  
OF DOCTOR OF PHILOSOPHY (PhD) IN CHEMICAL SCIENCES**

**Samarkand – 2024**

The theme of the dissertation for doctor of philosophy (PhD) has been registered in the Supreme Attestation Commission at the Ministry of Higher Education, Science and Innovation of the Republic of Uzbekistan under number B2023.3.PhD/K664.

The dissertation research has been carried out at Samarkand State University named after Sharof Rashidov.

The abstract of dissertation in three languages (Uzbek, Russian, English (resume)) is available online at [www.samdu.uz](http://www.samdu.uz) Scientific Council and on website of «ZiyoNET» information-education portal ([www.ziyo.net](http://www.ziyo.net)).

**Scientific supervisor:** Turabov Nurmukhammad Turabovich  
Candidate of Chemical Sciences, professor

**Official opponents:** Abdurakhmanov Ergashboy  
Doctor of Chemical Sciences, Professor

Yaxshiyeva Zukhra Ziyatovna  
Doctor of Chemical Sciences, Professor

**Leading organization:** Tashkent Pharmaceutical Institute

The defense of the dissertation will take place on “25” oktober 2024 at 13<sup>00</sup> o'clock at a meeting of the Scientific Council awarding scientific degrees PhD.03/30.12.2019.K.02.05 at Samarkand State University named after Sharof Rashidov (address: 140104, Samarkand city, University Boulevard, 15, Institute of Biochemistry, 2<sup>nd</sup> floor, room. 220. Ph: (+99866)239-12-47, fax: (0366) 239-11-40; E-mail: [devonxona@samdu.uz](mailto:devonxona@samdu.uz)).

The dissertation has been registered at the Information Resource Center of Samarkand State University named after Sh. Rashidov № 94 (Address, 140104, Samarkand city, University Blvd., 15, IRC, Ph: (+99866) 239-11-51).

The abstract of the dissertation has been distributed on “14” oktober 2024 y. Protocol at the registr № 8 dated “14” oktober 2024 y.



*[Signature]*  
**A.M.Nasimov**  
Chairman of the Scientific Council awarding scientific degrees, doctor of technical sciences, professor

*[Signature]*  
**J.R.Uzoqov**  
Scientific secretary of the Scientific Council awarding scientific degrees, PhD

*[Signature]*  
**E.Abdurakhmanov**  
Chairman of the Scientific Seminar under Scientific Council awarding scientific degrees, Doctor of chemical sciences, professor

## **INTRODUCTION (abstract of doctor of philosophy (PhD) thesis)**

**The aim of research work** is to develop methods for the spectrophotometric determination of Ni(II) and Cu(II) ions in solution and solid-phase immobilized transparent gelatin film.

**The objects of the research work** are artificial mixtures of various compositions, natural and waste waters, standard samples of industrial alloys, biological objects and samples of polymetallic ores.

**The scientific novelty of the research work** is in follows:

for the first time the molar absorption coefficient and dissociation constant of the new selective organic analytical reagent 4-GOKSNN were determined;

the true molar absorption coefficient, equilibrium constants, and stability of the reactions of complexation of Ni(II) and Cu(II) ions with 4-GOKSNN were determined using the spectrophotometric method;

for the first time methods for the determination of Ni(II) and Cu(II) ions with 4-GOKSNN in solution and using an immobilized gelatin film were developed;

a spectrophotometric method for detecting Ni(II) and Cu(II) ions have been developed, which is selective in the analysis of artificial models, mixtures of complex composition, real natural objects and standard samples of industrial alloys;

for the first time, the possibility of using 4-GOKSNN immobilized on the solid phase of a gelatin film as an analytical sensor for the determination of Ni(II) and Cu(II) with the possibility of simultaneous concentration and detection has been developed, and the metrological characteristics have been improved: selectivity, reproducibility and accuracy. In turn, it has been proven that the reliability, probability and error of the results increase several times.

### **Implementation of the research results.**

On the based of the results of scientific research by the elaboration of spectrophotometric methods for determination of Ni(II) and Cu(II) ions with 4-GOKSNN the following in implementations were introduced:

spectrophotometric detection methods have been developed and implemented for the determination of Ni(II) and Cu(II) ions from industrial waste and wastewater in the Central Research Laboratory of Navoi Mining and Metallurgical Combine JSC (certificate of Navoi Mining and Metallurgical Combine JSC № 23/ 01-01-07/153 dated April 09, 2024). As a result, it was possible to determine Ni(II) and Cu(II) ions in industrial waste and wastewater;

methods for the spectrophotometric determination of trace amounts of Ni(II) and Cu(II) ions from the composition of real objects have been introduced into the practice of Dekhkanabad Potash Plant JSC (certificate of Dekhkanabad Potash Plant JSC №. 02-4/1115 dated March 20, 2024). The developed methods made it possible to increase the selectivity, sensitivity, expressiveness and accuracy of determining trace amounts of Ni(II) and Cu(II) ions from natural waters, and to improve analytical and metrological characteristics.

**The structure and volume of the thesis.** The dissertation consists from introduction, four chapters, conclusion, list of references and applications. The volume of the dissertation is 120 pages.

**E'LON QILINGAN ISHLAR RO'YXATI**  
**СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ**  
**LIST OF PUBLISHED WORKS**

**I bo'lim (I часть; part I)**

1. Turabov N.T., Xusanov B.M., Todjiyev J.N. Nikel ionlarini azorubin bilan kompleks hosil qilish reaksiyasining optimal sharoitlarini aniqlash // O'zbekiston Milliy Universiteti xabarleri jurnali. (tabiiy fanlar turkumi) Toshkent. – 2023. – №3/1. – 432-434 b. (02.00.00. №12).

2. Турабов Н.Т., Хусанов Б.М., Тоджиев Ж.Н., Эшмурзаев Й.Ш., Тошходжаев М.А. Новый способ спектрофотометрического определения ионов меди(II) // Universum: химия и биология: научный журнал. – 2023. –V.6. –№ 18. –С. 47-52. <http://7universum.com/ru/nature/archive/category/6108> (02.00.00. № 2).

3. Хусанов Б.М., Турабов Н.Т., Тоджиев Ж.Н., Наврузов Ф.М., Тулиев Б.А., Жумаев Ж.А. Эффективный метод обнаружения микроколичеств ионов никеля с помощью нового азореагента // Композиционные материалы. Ташкент. –2024. –№ 2. С. 174-177 (02.00.00. № 4).

4. Turabov N.T., Todjiev J.N., Khusanov B.M., Eshmurzayev Y.Sh., Tuliyeu B.A. Creation of a modified solid-phase matrix based on gelatin membrane for determination metal ions //Austrian Journal of Technical and Natural Sciences. – 2024. – № 5-6.P. 47-57. doi:10.29013/AJT-24-5.6-47-57 (02.00.00. № 2).

**II bo'lim (II часть; part II)**

5. Турабов Н.Т., Эшмурзаев Й.Ш., Хусанов Б.М., Тоджиев Ж.Н. Особенности использования желатинового слоя фотографических пленок в твердофазной спектрофотометрии // Международный научно-образовательный электронный журнал «Образование и наука в XXI веке». – №9. – Т 2, –2020. –С.318-321.

6. Turabov N.T., Xusanov B.M., Todjiyev J.N. Toshxo'jayev M.A. 4-gidroksi-3-(4-sulfonato-1-naftilazo)-1-naftalinsulfonatning analitik kimyoda qo'llanilishi // Kompleks birikmalar kimyosi va analitik kimyo fanlarining dolzarb muammolari. Respublika-amaliy konferensya materiallari to'plami. – 2022 yil 19-21 may. Termiz 205-207 b.

7. Turabov N.T., Xusanov B.M., Todjiyev J.N., Eshmurzayev Y.Sh., Toshxo'jayev M.A. Применений Азорубина в аналитическое химии // “Biorganik kimyo fani muammolari” X Respublika yosh kimyogarlar konfrensiyasi materiallari. 1-qism 25- noyabr 2022 y. 170-172 b.

8. Turabov N.T., Xusanov B.M., Todjiyev J.N., Toshxo'jayev M.A. Mis(II) ionlarini azorubin bilan kompleks hosil qilish reaksiyasi optimal sharoitlarini aniqlash// “Nodir va noyob metallar kimyosi va texnologiyasi: bugungi holati, muammolari va istiqbollari” 2023-yil 28-29 aprel,Termiz 236-238 b.

9. Turabov N.T., Xusanov B.M., Toshxo'jaev M.A., Tuliyeu B.A. Nikel(II) ionlarining kompleks hosil qilish reaksiyasining optimal sharoitlarini aniqlash //

“Analitik kimyoning dolzab muammolari” respublika ilmiy-amaliy konferenstiyasi materiallari to‘plami. 2023 yil 11-12 aprel Toshkent 133-134 b.

10. Турабов Н.Т., Хусанов Б.М., Тожиев Ж.Н., Эшмурзаев Й.Ш. Азорубин как новый реагент для определения ионов меди // «Современные тренды высшего образования и науки в области химии и химической инженерии» Сборник тезисов международной научно-практической конференции 2023 10-12 мая г., Алматы -С.146-147.

11. Турабов Н.Т., Хусанов Б.М., Жумаев Ж.А., Давронова Ш.Б. Изучение спектральных характеристик комплекса иона меди(II) с 4-гидрокси-3-(4-сульфонато-1-нафтилазо)-1-нафталинсульфонатом // Zarafshon vohasini kompleks innovatsion rivojlantirishi: yutuqlar, muammolar va istiqbollar. IV xalqaro anjuman. 2023 yil, 16-17 noyabr, Navoiy,–347 b..

12. Xusanov B.M., Turabov N.T. 4-gidroksi 3-(4-sulfanato-1-naftilazo)-naftalinsulfonatning dinatriyli tuzini GAUSSIAN dasturi yordamida o‘rganish. // “Kimyo fani va sanoatining dolzarb muammolari” mavzusidagi xalqaro ilmiy-amaliy anjuman materiallari. Farg‘ona, 2023-yil 24-25 noyabr. – 62-65 b.

13. Turabov N.T., Xusanov B.M., Todjiyev J.N., Tuliyeв B.A. Mis(II) ionining 4-gidroksi-3-(4-sulfonato-1-naftilazo)-1-naftalinsulfonatning dinatriyli tuzi bilan hosil qilgan kompleksining spektral tavsifi // “Fizikaviy va kolloid kimyo fanlarining fundamental va amaliy muammolari hamda ularning innovatsion yechimlari” mavzusida xalqaro ilmiy-amali anjuman materiallari to‘plami. 2024-yil 9 -10 fevral, Namangan 1152-1154 b.

14. Turabov N.T., Xusanov B.M., Jumayev J.A., Rahmonaliyeva G.M. Mis(II) ionini aniqlashning kichik kvadratlar usuli yordamida darajalangan grafik tenglamasini hisoblash // Aniq va tabiiy fanlarning rivojlanish istiqbollari mavzusidagi Respublika ilmiy-amaliy anjuman materiallari to‘plami. 2024-yil 7-may, Denov. – 33-35 b.

15. Турабов Н.Т., Тоджиев Ж.Н., Назиров Ш.С., Хусанов Б.М. Мис(II) ионларини янги спектрофотометрик аниқлаш услуги // «Комплекс бирикмалар кимёсининг долзарб муаммолари» мавзусидаги республика илмий-амалий конференция материаллари туплами 2021 йил 14-15 сентябрь Ташкент – 2021. –288 b.

Avtoreferat Sharof Rashidov nomidagi Samarqand davlat universitetining  
“Ilmiy axborotnoma” jurnali tahririyatida tahrirdan o‘tkazildi (08.10.2024-yil).

Bosmaxona tasdiqnomasi:



4268

2024-yil 9-oktabrda bosishga ruxsat etildi:  
Ofset bosma qog‘ozi. Qog‘oz bichimi 60x84<sub>1/16</sub>.  
“Times new roman” garniturasini. Ofset bosma usuli.  
Hisob-nashriyot t.: 2,8. Shartli b.t. 2,4.  
Adadi 100 nusxa. Buyurtma №03/10.

---

SamDCHTI tahrir-nashriyot bo‘limida chop etildi.  
Manzil: 140104, Samarqand sh., Bo‘stonsaroy ko‘chasi, 93.