

**O‘ZBEKISTON MILLIY UNIVERSITETI HUZURIDAGI ILMIY  
DARAJALAR BERUVCHI DSc. 03/30.12.2019.K.01.03  
RAQAMLI ILMIY KENGASH**

---

**JIZZAX DAVLAT PEDAGOGIKA UNIVERSITETI**

**KARABAYEVA GULNORA BEGMUROTOVNA**

**“Co(II) VA Ni(II) IONLARINI NITROZOFENOL VA TROPEOLIN 00  
YORDAMIDA VOLTAMPEROMETRIK ANIQLASH USULLARINI  
ISHLAB CHIQISH”**

**02.00.02-Analitik kimyo**

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

**Toshkent 2025**

**Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi avtoreferati mundarijasi**

**Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)**

**Contents of dissertation abstract of doctor of philosophy (PhD)**

**Karabayeva Gulnora Begmurotovna**

Co(II) va Ni(II) ionlarini nitrozofenol va tropeolin 00 yordamida voltamperometrik aniqlash usullarini ishlab chiqish..... 3

**Карабаева Гулнора Бегмуротовна**

Разработка вольтамперометрических методов определения ионов Co(II) и Ni(II) с использованием нитрозофенола и тропеолина 00..... 21

**Karabayeva Gulnora Begmurotovna**

Development of voltammetric methods for the determination of Co(II) and Ni(II) ions using nitrosophenol and tropaeolin 00..... 41

**E‘lon qilingan ilmiy ishlar ro‘uxati**

Список опубликованных работ

List of published works..... 46

**O‘ZBEKISTON MILLIY UNIVERSITETI HUZURIDAGI ILMIY  
DARAJALAR BERUVCHI DSc. 03/30.12.2019.K.01.03  
RAQAMLI ILMIY KENGASH**

---

**JIZZAX DAVLAT PEDAGOGIKA UNIVERSITETI**

**KARABAYEVA GULNORA BEGMUROTOVNA**

**“Co(II) VA Ni(II) IONLARINI NITROZOFENOL VA TROPEOLIN 00  
YORDAMIDA VOLTAMPEROMETRIK ANIQLASH USULLARINI  
ISHLAB CHIQISH”**

**0.2.00.02-Analitik kimyo**

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

**Toshkent 2025**

**Falsafa doktori (PhD) dissertatsiyasi mavzusi O‘zbekiston Respublikasi Oliy ta’lim, fan va innovatsiyalar vazirligi huzuridagi Oliy attestatsiya komissiyasida B2025.3.PHD/K628 raqam bilan ro‘yxatga olingan.**

Dissertatsiya Jizzax davlat pedagogika universitetida bajarilgan.

Dissertatsiya avtoreferati uchta tilda (o‘zbek, rus, ingliz (rezyume)) Ilmiy kengash veb-sahifasida ([www.ik-kimyo.nuu.uz](http://www.ik-kimyo.nuu.uz)) va “ZiyoNET” axborot ta’lim portalida ([www.ziyonet.uz](http://www.ziyonet.uz)) joylashtirilgan.

**Ilmiy rahbar:**

**Yaxshiyeva Zuxra Ziyatovna**  
kimyo fanlari doktori, professor

**Rasmiy opponentlar**

**Abduraxmonov Ergashboy**  
kimyo fanlari doktori, professor

**Ziyayev Dilshod Abdullayevich**  
kimyo fanlari doktori, dotsent

**Yetakchi tashkilot**

**Toshkent kimyo texnologiya instituti**

Dissertatsiya himoyasi O‘zbekiston Milliy universiteti huzuridagi ilmiy darajalar beruvchi DSc.03/30.12.2019.K.01.03 raqamli Ilmiy kengashning 2025-yil “\_\_\_” \_\_\_\_\_ soat \_\_\_\_ dagi majlisida bo‘lib o‘tadi (Manzil: 100174, Toshkent, Universitet ko‘chasi, 4-uy. Tel.: (+99871) 227-12-24, faks: (+99824) 246-02-24; E-mail: [ilmiy\\_kengash@nuu.uz](mailto:ilmiy_kengash@nuu.uz)).

Dissertatsiya bilan O‘zbekiston Milliy universitetining Axborot resurs markazida tanishish mumkin (№ \_\_\_\_ raqami bilan ro‘yxatga olingan). Manzil: 100174, Toshkent, Universitet ko‘chasi, 4-uy. Tel.: +99871 227-12-24.

Dissertatsiya avtoreferati 2025-yil “\_\_\_” \_\_\_\_\_ kuni tarqatildi.

(2025-yil “\_\_\_” \_\_\_\_\_ - raqamli reyestr bayonnomasi).

**Z.A. Smanova**

Ilmiy darajalar beruvchi ilmiy  
kengash raisi, k.f.d., professor

**N.X. Qutlimurotova**

Ilmiy darajalar beruvchi ilmiy  
kengash ilmiy kotibi, k.f.d., professor

**B.N. Babayev**

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

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

**Dissertatsiya mavzusining dolzarbligi va ahamiyati.** Bugungi kunda dunyoda kimyo sanoati va texnologiyasining, ishlab chiqarishning rivojlanishi bilan atrof muhit obyektlari tarkibida og‘ir va zaharli, kanserogen metall ionlarining miqdori oshib bormoqda. Ayniqsa kobalt va nikel kabi metallari, ularga bo‘lgan talabning oshishi natijasida keng ishlab chiqarilmoqda va tabiiy hamda oqava suvlar tarkibida ruxsat etilgan chegaradan ko‘p miqdorda uchramoqda. Shu sababli atrof-muhit obyektlari tarkibidan ushbu metall ionlarini aniqlashning sezgir, tanlab ta’sir etuvchan, arzon elektrokimyoviy analiz usullarini ishlab chiqish muhim amaliy ahamiyatga ega.

Jahonda og‘ir metallarni aniqlashda optik, elektrokimyoviy, xromatografik usullarni qo‘llashda turli organik reagentlarni qo‘llab, selektiv, yuqori sezgir usullarni ishlab chiqish bo‘yicha keng tadqiqotlar olib borilmoqda. Ayniqsa elektrokimyoviy usullarda turli xil reagentlar bilan elektrodni modifikatsiyalash orqali yuqori sezgir va selektiv usullar ishlab chiqishga asos bo‘ladi. Shuning uchun kobalt va nikel ionlarini aniqlashda funksional aktiv guruhlar saqlagan organik reagentlarni qo‘llash va elektrodni modifikatsiyalash muhim ilmiy ahamiyatlidir.

Respublikamizda ham kobalt va nikel kabi strategik ahamiyatga ega metallar bilan bog‘liq tadqiqotlar keng ko‘lamda olib borilmoqda. Xususan, tabiiy obyektlar va sanoat chiqindi suvlari tarkibidan kobalt va nikel metall ionlarini selektiv ravishda aniqlash va ajratib olish, shuningdek ularni chuqur qayta ishlash usullari ustida keng qamrovli ishlar davom etmoqda. Yangi O‘zbekistonning taraqqiyot strategiyasi bo‘yicha «Milliy iqtisodiyotning mutanosibligi va barqarorligini ta’minlashda sanoat, ilm fan, ishlab chiqarishni modernizatsiya qilish, texnik va texnologik jihatdan yangilash, mahalliy xomashyo resurslarini chuqur qayta ishlash asosida yuqori qo‘shimcha qiymatli tayyor mahsulot ishlab chiqarishni jadal rivojlantirish» vazifalari belgilab berilgan. Bu borada, texnogen chiqindilarni qayta ishlash, atrof-muhit obyektlari tarkibini nazorat qilishda iqtisodiy jihatdan samarali va selektiv, sezgir usullarni ishlab chiqish va metall ionlarini konsentrlash hamda ajratib olish uchun foydalanish muhim ahamiyat kasb etadi.

O‘zbekiston Respublikasi Prezidentining 2021 yil 24 iyundagi PQ-5159-son «Kon-metallurgiya sanoati va unga bog‘liq sohalarni rivojlantirish bo‘yicha qo‘shimcha chora-tadbirlar to‘g‘risida» gi qarori, 2022 yil 16 fevraldagi PQ-131-son «O‘zbekiston Respublikasi Ekologiya va atrof-muhitni muhofaza qilish davlat qo‘mitasi tizimida muhofaza etiladigan tabiiy hududlarni tashkil etish chora-tadbirlari to‘g‘risida» gi va 2022 yil 2 martdagi PQ-144-son «Qishloq xo‘jaligida suvni tejaydigan texnologiyalarni joriy etishni yanada takomillashtirish chora-tadbirlari to‘g‘risida» dagi qarorlari hamda mazkur faoliyatga tegishli boshqa me‘yoriy-huquqiy hujjatlarda belgilangan vazifalarni amalga oshirishda ushbu dissertatsiya tadqiqoti muayyan darajada xizmat qiladi.

**Tadqiqotning Respublika fan va texnologiyalari rivojlanishining ustuvor yo‘nalishlariga mosligi.** Mazkur tadqiqot respublika fan va texnologiyalarini

rivojlantirishning VII “Kimyo, kimyoviy texnologiya va nanotexnologiyalar” ustuvor yo‘nalishlariga muvofiq holda bajarilgan.

**Muammoning o‘rganilganlik darajasi.** Dunyo miqyosida kobalt(II) va nikel(II) ionlarini texnologik suvlar, rudalar, ishlab chiqarish korxonalarini shlaklari va changlari tarkibidan aniqlash bo‘yicha turli fizik-kimyoviy usullar keng qo‘llanilmoqda. Jumladan, spektroskopik, elektrokimyoviy, termik, fotometrik hamda atom-adsorbsion metodlar samarali natijalar bergan. Ushbu yo‘nalishda bir qator xorijiy olimlar, jumladan J. Wannassi, C. Mabrouk (Tunis), M.O. Oyagi, J.O. Onyatta (Kenya), G. Selvolini, G. Marrazza (Florensiya), N. Layglon, S. Creffield (Fransiya), N.S. Ramadhan, N.G. Devi (Jakarta), M.R. Khan (Bangladesh), A. Bobrovski (Slovakiya), S. Bahrami (Kanada), I. Bulut, E. Biser (Turkiya) o‘zlarining katta ilmiy hissalarini qo‘shganlar.

MDH mamlakatlari olimlari ham mazkur sohada muhim izlanishlar olib borgan. Xususan, B.M. Djenbaev (Qirg‘iziston), A. Fokina, V. Kulakov, L. Darovskikh, K. Lyalina, N.A. Malahova, A.V. Ivoylova, N.N. va boshqa tadqiqotchilar tomonidan kompleksometriya, modifikatsiyalangan uglerod elektrodleri hamda plyonka elektrodleriga asoslangan elektrokimyoviy, termokimyoviy va fluorescent metodlar ishlab chiqilgan.

O‘zbekistonda esa ushbu yo‘nalishda akademik Sh.T. Tolipov, professor A.M. Gevorgyan, B.J. Kabulov, N. Turapov, E. Abdurahmonov, Z.A. Smanova, M.A. Nasimov, Z.Z. Yaxshiyeva va N.X. Qutlimurotova tomonidan optik va elektrokimyoviy usullar asosida keng qamrovli tadqiqotlar olib borilgan. Biroq, hozirgi kungacha o-nitrozofenol (o-NF, 1-nitrozo-2-fenol) va tropeolin 00 (TR-00, 4-(4-anilinofenilazo) benzosulfon kislotaning natriyli tuzi) kabi organik reagentlardan foydalanib kobalt (II) va nikel(II) ionlarini siklik voltamperometriya (SV), anodli inversion voltamperometriya (AIV) hamda amperometrik usullar orqali elektrokimyoviy aniqlash bo‘yicha tadqiqotlar olib borilmagan.

**Dissertatsiya tadqiqotining dissertatsiya bajarilgan oliy ta’lim muassasasining ilmiy tadqiqot ishlari rejaları bilan bog‘liqligi.** Dissertatsiya tadqiqoti Jizzax davlat pedagogika universitetining 144/14 “Ekologik toza texnologiya yordamida terini qayta ishlash” ilmiy-tadqiqot rejasi (2022 yil) va AL-122212994 “O‘zbekiston resurslari tuzli suvdan litiy birikmalarini olish texnologiyasini ishlab chiqish” amaliy loyihasi doirasida bajarilgan.

**Tadqiqot maqsadi.** Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini nitrozofenol va tropeolin 00 yordamida voltamperometrik aniqlash usullarini ishlab chiqishdan iboratdir.

**Tadqiqotning vazifalari quyidagilardan iborat:**

-o-NF va TR 00 reagentlarining elektrokimyoviy xususiyatlarini: yarim to‘lqin potensialini, redoks jarayonida ishtirok etgan elektronlar soni, diffuziya koeffitsiyenti, elektrokimyoviy reaksiyaning turini (qaytar, qaytmas, to‘liq bo‘lmagan qaytar) va fon elektrolitning ta’sirini aniqlash;

-kobalt(II) va nikel(II) ionlarining o-NF hamda TR 00 reagentlari bilan elektrokimyoviy aniqlashning optimal sharoitlarni tanlash;

-elektrod yuzasida borayotgan jarayonning mexanizmini va reaksiya turini aniqlash;

-ishlab chiqilgan kobalt(II) va nikel(II) ionlarini SV va AIV usullarda aniqlashning to'g'riligini baholash;

-ishlab chiqilgan kobalt(II) va nikel(II) ionlarini aniqlash usullarining selektivligini aniqlash va halaqit beruvchi ionlarni niqoblash;

-kobalt(II) ionlarini TR-00 bilan modifikatsiyalangan grafit elektrodi (TR 00/GE) yordamida anodli inversion voltamperometriya (AIV) usulida aniqlash va uning natijalarini kumush simob amalgama elektrodidan (Ag/HgAE) olingan ma'lumotlar bilan solishtirish;

-ishlab chiqilgan usullarni texnologik va tabiiy obyektlar analiziga qo'llash hamda boshqa analitik usullar bilan raqobatbardoshligini baholash.

**Tadqiqot obyekti.** Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini o'z ichiga olgan eritmalar hamda sanoat ishlab chiqarish jarayonlaridan hosil bo'lgan texnologik chiqindi suvlari va tabiiy suvlar.

**Tadqiqot predmeti.** Kobalt(II) va nikel(II) ionlarining o-NF va TR 00 reagentlari bilan kompleks hosil qilishi va ushbu jarayonning elektrokimyoviy (xususan, SV va AIV) usullari bilan o'rganilishi.

**Tadqiqot usullari.** Kobalt(II) va nikel(II) ionlarining elektrokimyoviy tahlili uchun AIV va SV usullari qo'llanildi. Shuningdek, komplekslarning tuzilishini aniqlash va ularning xossalari o'rganish maqsadida infraqizil spektroskopiya (IQ) hamda kvant-kimyoviy hisob-kitob usullaridan foydalanigan.

**Tadqiqotning ilmiy yangiligi quyidagilardan iborat:**

-ilk bor o-nitrozofenolning kumush-simob amalgama elektrodi (Ag/HgAE) yuzasida siklik voltamperometrik usulda atsetat bufer (pH 5,2) muhitida yarim to'liq potentsiali  $E_{1/2} = 0,374$  V ekanligi, anod va katod diffuziya koeffitsienti  $1,83 \times 10^{-5}$  cm<sup>2</sup>/s hamda  $2,33 \times 10^{-6}$  cm<sup>2</sup>/s ga tengligi aniqlangan. Bu esa oksidlanish jarayonining tezlik bilan sodir bo'lishini isbotlagan.

-siklik voltamperometrik usulda o-nitrozofenolning kobalt(II) va nikel(II) ionlari bilan kompleks hosil qilishining yarim to'liq potentsiallari: kobalt(II) kompleksi uchun  $E_{1/2} = 0,337$  voltga, nikel(II) kompleksi uchun 0,525 voltga tengligi, Randles–Shevchik va Laviron tenglamalari asosida aniqlangan, Ag/HgA elektrod yuzasida har ikkala kompleksning redoks jarayonlarida  $n = 2$  elektron ishtirok etishi isbotlangan.

-siklik voltamperometrik usulda o-nitrozofenol bilan kobalt(II) va nikel(II) ionlarining hosil qilgan komplekslarining anod va katod diffuziya koeffitsientlarining nitrozafenolnikiga nisbatan kamayishi ( $D_{\text{anod}}$ ; Co: -46%, Ni: -87.7%,  $D_{\text{katod}}$ ; Co: +135%, Ni: -32.6% ) hamda IQ spektrlaridagi O-Me bog'larining tebranish chastotalari  $\nu = 577-578$  sm<sup>-1</sup> sohada hosil bo'lishi elektrod yuzasida kompleks hosil qilish jarayoni borganligi bilan isbotlangan;

-inversion voltamperometrik usulda Ag/HgA elektrodini qo'llab, kobalt(II) va nikel(II) kompleks birikmalarining barqarorlik konstantalari Benesi–Hildebrand uslubi bilan Co(II)–o-NF uchun  $K_f = 4,64$  va Ni(II)–o-NF uchun  $K_f = 3,51$  ga tengligi aniqlanib, barqarorlik konstantalarining kamayishi ion radiusi oshib borishiga mosligi va yetarlicha barqarorlikga egaligi, ularning voltamperometrik tahlil uchun mosligi tasdiqlangan;

-ishlab chiqilgan anodli inversion voltamperometriya usuli yordamida o-nitrozofenol ishtirokida kobalt(II) va nikel(II) ionlarini Ag/HgA elektrodi yuzasida aniqlashning to'g'riligi ikkala ion uchun ham korrelyatsiya koeffitsienti 1 ga yaqinligi, hamda yuqori sezgirlikga egaligi nikel(II) ion uchun quyi aniqlash chegarasi (LOD)  $1,43 \times 10^{-8}$  M (0,84 mkg/L) va miqdoriy aniqlash chegarasi (LOQ)  $4,33 \times 10^{-8}$  M (2,56 mkg/L), kobalt(II) ionlari uchun esa LOD  $4,19 \times 10^{-8}$  M (2,48 mkg/L) va LOQ  $1,27 \times 10^{-7}$  M (7,48 mkg/L) tengligi bilan isbotlangan;

-ishlab chiqilgan kobalt(II) va nikel(II) ionlarni aniqlashning AIV va SV natijalari atom-absorsion spektroskopiya (AAS) va ISP-AES usullaridan olingan ma'lumotlar bilan solishtirilganda Student va Fisher mezonlari asosida matematik-statistik tahlil natijalariga ko'ra hisoblangan qiymatlar kritik qiymatdan kichik ( $t_{his} < t_{krit}$ ,  $F_{his} = 1,176 < F_{krit} = 6,39$ ) bo'lganligi usulning sistematik xatolari mavjud emasligi tasdiqlangan.

-kobalt(II) ionini tropeolin 00 bilan modifikatsiyalangan grafit elektrodi (TR00/GE) yordamida AIV usuli orqali aniqlashning optimal sharoitlari: ammoniy xlorid fonida (pH=8-10), -0,80 dan -1,40 V gacha, skanerlash tezligi 50 mV/s, yarim to'liqin potentsiali  $E_{1/2} = -1,25 \pm 0,01$  V ga ekanligi aniqlangan. Ishlab chiqilgan usulning quyi aniqlash chegarasi (LOD)  $5,03 \times 10^{-7}$  M (3,67 mkg/L), miqdoriy aniqlash chegarasi (LOQ) esa  $1,77 \times 10^{-6}$  M (9,54 mkg/L) ga tengligi aniqlanib, Ag/HgA elektrodida olingan quyi aniqlash chegarasiga nisbatan 35,3 marta kamligi bilan isbotlangan.

**Tadqiqotning amaliy natijalari.** Ishlab chiqilgan usulning optimal sharoitlari tanlanib, kobalt(II) va nikel(II) ionlarini texnologik va tabiiy suv namunalari tarkibida sinovdan o'tkazilib, ularning yuqori analitik va metrologik xususiyatlarga ega ekanligi isbotlangan. Aydar-Arnasoy suvi analiziga qo'llanilganda kobalt uchun 0,1697 mkm, nikel uchun 0,1533 mkm gacha aniqlash chegarasigacha erishilgan.

Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini aniqlash jarayonida  $Fe^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$  va  $Pb^{2+}$  kabi kationlar ma'lum nisbatlardan oshganda xalaqit berishi kuzatildi. Ushbu muammoni bartaraf etish uchun bloklovchi reagentlardan:  $Cu^{2+}$  lari uchun tartarat,  $Fe^{2+}$  ionlari uchun askorbin kislotasi (0,5–2,0 mM), TGA (0,1–1,0 mM) yoki oksalat,  $Pb^{2+}$  ionlari uchun esa tiosulfat kislotasi (0,5–3 M) foydalanilganda kobalt(II) va nikel(II) ionlarini aniqlikning quyi chegarasiga qadar amalga oshirish mumkinligi ko'rsatildi. Ishlab chiqilgan anodli inversion voltamperometriya usuli Olmaliq kon metallurgiya kombinati texnogen obyektlari analiziga qo'llanilib kobalt(II) uchun 0,97 mkg/L va nikel(II) uchun 2,04 mkg/L miqdorini aniqlashga erishilgan.

**Tadqiqot natijalarining ishonchliligi.** Olingan natijalar ishonchliligi umumiy qabul qilingan standartlarga asoslangan qiyosiy tahlillar, "kiritildi–topildi" usuli, Randles–Shevchik va Laviron tenglamasi, Fisherning dispersiyalar taqqoslash qonuni, hamda Studentning t-testi kabi statistik usullari bilan qayta ishlab chiqilgan hamda elektrokimyoviy, AAS analiz usullari bilan tasdiqlangan.

**Tadqiqot natijalarining ilmiy va amaliy ahamiyati.**

Tadqiqot natijalarining ilmiy ahamiyati kobalt(II) va nikel(II) ionlarini o-NF hamda TR-00 reagentlari bilan siklik va anodli inversion voltamperometriya usullarida aniqlash uchun optimal sharoitlar belgilanganligi, yarim to'liqin potentsial

qiymatlari, redoks jarayonida qatnashuvchi elektronlar soni, diffuziya koeffitsienti aniqlanib, anod toki ( $I_{pa}$ ) ning potensial skanerlash tezligining kvadrat ildiziga ( $\sqrt{v}$ ) chiziqli bog'liqligi aniqlangan. Olingan natijalar asosida elektrokimyoviy reaksiyaning yarim qaytar xarakterga ega ekanligi isbotlangan. Shuningdek, begona ionlarning ta'siri samarali kamaytirilgan va usulning analitik hamda metrologik parametrlari sezilarli darajada yaxshilanganligi bilan ifodalangan.

Tadqiqotning amaliy ahamiyati shundan iboratki, ishlab chiqilgan SV va AIV usullari yordamida kobalt(II) va nikel(II) ionlarini tabiiy hamda sanoat obyektlari tarkibida tez, arzon va yuqori aniqlik bilan aniqlash imkoniyati yaratildi. Taklif etilgan uslub Olmaliq kon-metallurgiya va Navoiy kon-metallurgiya korxonalarida, shuningdek, Aydar Arnasoy suv havzalarida og'ir metall ionlarining mikromiqdoriga aniqlashda amaliy ahamiyat kasb etdi.

**Tadqiqot natijalarining joriy qilinishi.** Co(II) va Ni(II) ionlarini nitrozofenol va tropeolin 00 yordamida voltamperometrik aniqlash usullarini ishlab chiqish bo'yicha olib borilgan tadqiqot natijalari asosida:

Kobalt(II) va nikel(II) ionlarining o-nitrozofenol yordamida anodli inversion voltamperometrik aniqlash usuli "Olmaliq kon metallurgiya kombinati" AJ Rux zavodi laboratoriyasida amaliyotiga joriy etilgan. ("Olmaliq kon metallurgiya kombinati" AJ ning 2025 yil 24-sentabr SL-823-son ma'lumotnomasi asosida). Natijada kobalt(II) va nikel(II) ionlarini texnologik suvlar tarkibidan mikromiqdorgacha miqdori aniqlangan.

Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini o-nitrozofenol va tropaeolin 00 reagentlari yordamida aniqlashning voltamperometrik usullari "Navoiy kon-metallurgiya kombinati" AJ markaziy ilmiy tadqiqot laboratoriyasida sinovdan o'tkazilgan va amaliyotga joriy etilgan ("Navoiy kon-metallurgiya kombinati" AJ ning 2025 yil 10-oktabr №02-07/02/10523 sonli ma'lumotnomasi). Natijada texnologik suvlar tarkibida kobalt(II) va nikel(II) ionlarini aniqlashning tanlab ta'sir etuvchanligi, tezkorligi va soddaligi, past konsentratsiyalarda ham korrelyatsiya koeffitsiyenti 1 ga yaqin bo'lgan ishonchli natijalar olingan.

**Tadqiqot natijalarining aprobatsiyasi.** Tadqiqot natijalari 11 ta, jumladan, 6 ta xalqaro va 5 ta respublika ilmiy-amaliy anjumanlarida ma'ruza qilingan va muhokamadan o'tgan.

**Tadqiqot natijalarining e'lon qilinganligi.** Dissertatsiya mavzusi bo'yicha jami 17 ta ilmiy ish chop etilgan. O'zbekiston Respublikasi Oliy attestatsiya komissiyasining doktorlik dissertatsiyalari asosiy ilmiy natijalarini chop etish tavsiya etilgan nashrlarida 6 ta, jumladan, 3 ta respublika, 2 ta xalqaro jurnallarda nashr etilgan, hamda O'zbekiston Respublikasi Adliya vazirligi huzuridagi Intellektual mulk agentligi tomonidan "Foydali model" uchun (FAP 01771) patent olingan.

**Dissertatsiyaning tuzilishi va hajmi.** Dissertatsiya tarkibi kirish, to'rtta bob, xulosa, foydalanilgan adabiyotlar ro'yxatidan iborat. Dissertatsiyaning hajmi 117 betni tashkil etadi.

## DISSERTATSIYANING ASOSIY MAZMUNI

Dissertatsiyaning **Kirish** qismida ishning dolzarbligi ko'rsatilgan, tadqiqot maqsadi va vazifalari aniqlangan, tadqiqotning obyekt va predmetlari belgilangan, tadqiqotning O'zbekiston Respublikasi fan va texnologiyasi taraqqiyotining ustuvor yo'nalishlariga mos kelishi, tadqiqotning ilmiy yangiligi va amaliy natijalari keltirilgan, olingan natijalarning ishonchliligi asoslangan, erishilgan natijalarning nazariy va amaliy ahamiyati ko'rsatilgan, tadqiqot natijalarini joriy qilish ro'yxati, nashr etilgan ishlar va dissertatsiya tuzilishi to'g'risida ma'lumotlar keltirilgan.

Dissertatsiyaning "**Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini fizik-kimyoviy aniqlash usullari hamda ularning biologik va ishlab chiqarishdagi ahamiyati (Ababiyotlar sharhi)**" deb nomlangan birinchi bobida kobalt va nikelning texnologik jarayonlar va ishlab chiqarishdagi ahamiyati, kobalt va nikel ionlarini aniqlashning fizik-kimyoviy usullari bo'yicha mavjud ma'lumotlarning tahlili keltirilgan.

Turli ob'yektlarda organik reagentlar yordamida kobalt va nikel ionlarini aniqlash natijalari tahlil qilinib, mavjud adabiyotlar asosida tizimlashtirildi. Qayd etildiki DMG, 2-(5-metilpiridilazo)-2'-gidroksi-5'-metoksibenzol, 2,4-dinitroazonaftol-disulfokislota tuzi, 2-nitrozo-1-naftol kabi azofunksional va nitrozobirikmalar kobalt(II) va nikel(II) ionlari bilan barqaror kompleks hosil qilib, ularni aniqlashda yuqori sezuvchanlik va selektivlikka ega bo'lgan reagentlar sifatida keng qo'llanilgan.

Dissertatsiyaning "**Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini voltamperometrik aniqlashda foydalanilgan asbob-uskunalar va tadqiqot usullari**" nomli ikkinchi bobida, kerakli asbob-uskunalar, elektrokimyoviy aniqlash usullari, jihozlar, kobalt(II) va nikel(II) ionlarining hamda organik reagentlarning standart va ishchi eritmalarini tayyorlash, metall ionlarini aniqlash va olingan natijalarning aniqligini topishda qo'llanilgan usullar keltirilgan.

Dissertatsiyaning "**Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini o-nitrozofenol va tropeolin 00 yordamida inversion va siklik voltamperometriya usullari bilan aniqlashning optimal sharoitlarni tanlash va ularning tahlili**" nomli uchinchi bobida reagentlarning kvant kimyoviy hisoblash natijalari bilan birgalikda kobalt(II) va nikel(II) ionlari bilan aniqlashning optimal sharoitlari tanlangan hamda reaksiya mexanizmi AIV va SV hamda IQ usullari orqali isbotlangan. Tropeolin 00 bilan modifikatsiyalangan grafit elektrodi yordamida kobalt(II) ionlarini aniqlashning AIV usullari bayon etilgan. Kobalt (II) va nikel (II) ionlari konsentratsiyasining analitik signalga ta'siri begona ionlarning analitik signal intensivligiga ta'siri hamda ishlab chiqilgan usulni sun'iy aralashma tarkibiga qo'llash natijalari keltirilgan.

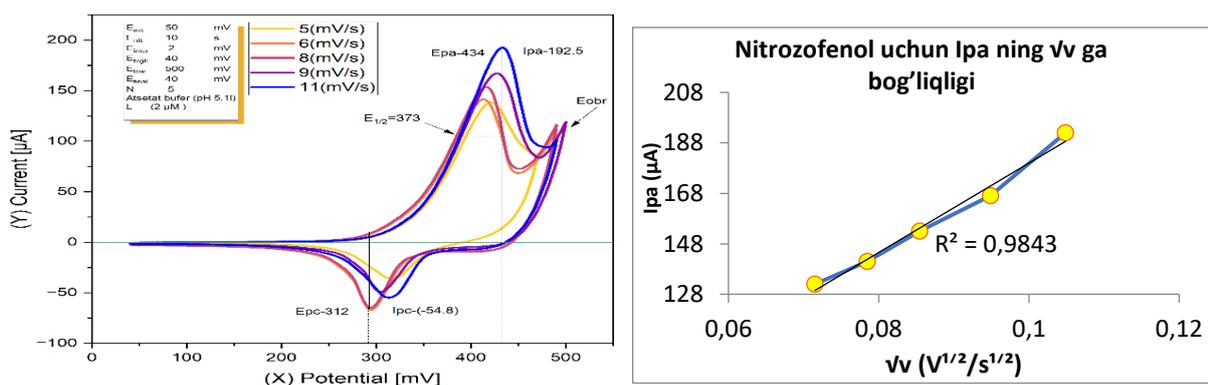
Quyida uchinchi va to'rtinchi boblar doirasida olingan asosiy natijalar hamda keltirilgan metodik yondashuvlarning samaradorligi tahlil qilingan.

**Kobalt(II) va nikel(II) ionlarining o-nitrozofenol bilan hosil qilgan komplekslarining siklik voltamperogrammalari orqali fon elektrolit hajmi va pH qiymatining ta'siri o'rganilgan:** o-NF molekulasiining elektrokimyoviy xatti-harakatlarini baholash maqsadida turli fon elektrolit sharoitlarida (NaOAc pH ~5.2; HCl pH ~1.2; H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pH ~2; NH<sub>4</sub>Cl pH ~9; (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pH ~6; H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> + KNO<sub>3</sub> pH ~7.2; har biridan 2–5 ml hajmda) metall ionlari (Ni<sup>2+</sup> yoki Co<sup>2+</sup>) ishtirokisiz anodli

inversion voltamperogrammlar yozib olindi. Natijalar eng kuchli analitik signal neytralga yaqin pH da, xususan atsetat buferida qayd etilgan.

o-NF hamda uning kobalt(II) va nikel(II) komplekslarining voltamperogrammlari 0.1 M atsetat buferida (pH 5.0–6.5) yozib olindi, pH 5.2 da maksimal anod toki qayd etildi. pH 6.0–6.5 da esa signal sezilarli pasayishi, kobalt va nikel ionlarining gidroksokomplekslarga o'tishi bilan izohlandi. Fon eritmasi hajmi bo'yicha o'tkazilgan tajribalar 2.0 ml 0.10 M atsetat buferida anod va katod toklarining optimal qiymatlari kuzatilgan.

**o-Nitrozofenolning redoks faoliyati va elektrokimyoviy xatti-harakatlarini siklik voltamperometriya usulida o'rganilgan:** SV kompleks hosil qiluvchi tizimlarning elektrokimyoviy xatti-harakatlarini, redoks faoliyatini, reaksiyaning reversibiligi va massa tashish xususiyatlarini, shuningdek  $E_{1/2}$ ,  $n$  va  $D$  kabi muhim parametrlarni tahlil qilishda samarali metod hisoblanadi<sup>1</sup>. Shu maqsadda 0.1 N HCl va pH 5.2 bo'lgan atsetat bufer fon eritmaları o'rganildi. Natijada, HCl muhitida o-NF ning elektrokimyoviy jarayoni susayib, faqat past qaytarilish cho'qqisi kuzatildi, atsetat buferida esa aniq qaytarilish va oksidlanish cho'qqilari qayd etildi, Ushbu muhit o-NF uchun optimal sharoit ekanini ko'rsatdi.



**1-rasm.** a) o-NF ning siklik voltammogrammasi, b)  $I_{pa}$  ning  $\sqrt{v}$  ga bog'liqlik grafigi

o-NF ning diffuziya koeffitsientini ( $D$ ) aniqlash uchun 25 ml hajmli eritma tayyorlandi (2,0 mkm o-NF, 2,0 ml 0,1 M atsetat buferi pH 5,2). Voltamperogrammlar 40–500 mV potensial oralig'i, 10 s to'planish vaqti va 5–11 mV/s skanerlash tezligida silliq, takrorlanuvchan va chiziqli xarakterga ega bo'ldi (1-rasm a, b, va 1-jadval).

1-rasm siklik voltamperogrammlari asosida Ag/HgA elektroddagi o-NF ning yarim to'lqin potentsiali  $E_{1/2}=0,374$  V tengligi aniqlandi.  $E_{1/2}$  qiymati anod va katod tok signali potentsiallarining o'rtacha qiymati sifatida quyidagi formula orqali hisoblandi:

$$E_{1/2} = \frac{E_{pa} + E_{pc}}{2} \quad (1)$$

Bunda;  $E_{pa}$  – anod pik potentsiali;  
 $E_{pc}$  – katod pik potentsiali.

<sup>1</sup> Muallif dissertatsiya ishini bajarish jarayonida bergan ilmiy maslahatlari uchun kimyo fanlari doktori, professor N. H. Qutlimurotovaga o'zining samimiy minnatdorchiligini bildiradi.

o-Nitrozafenolning 5-11 mV/s potensial skanerlash tezligidagi voltamperogramma qiymatlari

Skann tezligi (V/s)	E <sub>pa</sub> (V)	E <sub>pc</sub> (V)	ΔE <sub>p</sub> (V)	E <sub>1/2</sub> (V)	I <sub>pa</sub> (mkA)	I <sub>pc</sub> (mkA)
0.005	0.422	0.320	0.102	0.371	138.0	-37.0
0.006	0.414	0.294	0.120	0.354	141.0	-67.0
0.008	0.416	0.294	0.122	0.355	153.0	-65.0
0.009	0.428	0.304	0.124	0.366	167.0	-50.0
0.011	0.434	0.314	0.120	0.374	192.0	-55.0

**o-NF molekulasiining diffuziya koeffitsiyentini aniqlash maqsadida Randles–Shevchik tenglamasidan foydalanildi (2-tenglama).**

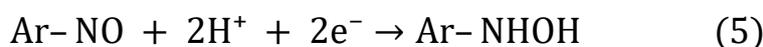
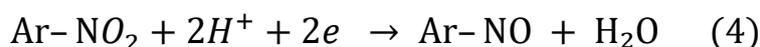
$$I_p = (2.69 \times 10^5) n^{3/2} A C D^{1/2} \nu^{1/2} \quad (2)$$

Diffuziya koeffitsientlari (berilgan optimal sharoitlar: T = 293.15 K, A = 0.277 cm<sup>2</sup>, n = 2, C<sub>o-NF</sub> = 2.0 mkm, ν = 0,011 mV/s) hisoblanib, D<sub>a</sub> = 1,83 × 10<sup>-5</sup> cm<sup>2</sup>/s D<sub>k</sub> = 2,33 × 10<sup>-6</sup> cm<sup>2</sup>/s dan sezilarli yuqori ekanligi redoks jarayonining diffuziya bilan boshqariladigan va qaytar xarakterga ega ekanligi hamda ishchi elektroddagi oksidlanish jarayoni qaytarilish jarayoniga nisbatan tezroq sodir bo‘lishini ko‘rsatdi. Bu jarayon quyidagicha amalga oshadi:

**1. Anod jarayoni (oksidlanish):**



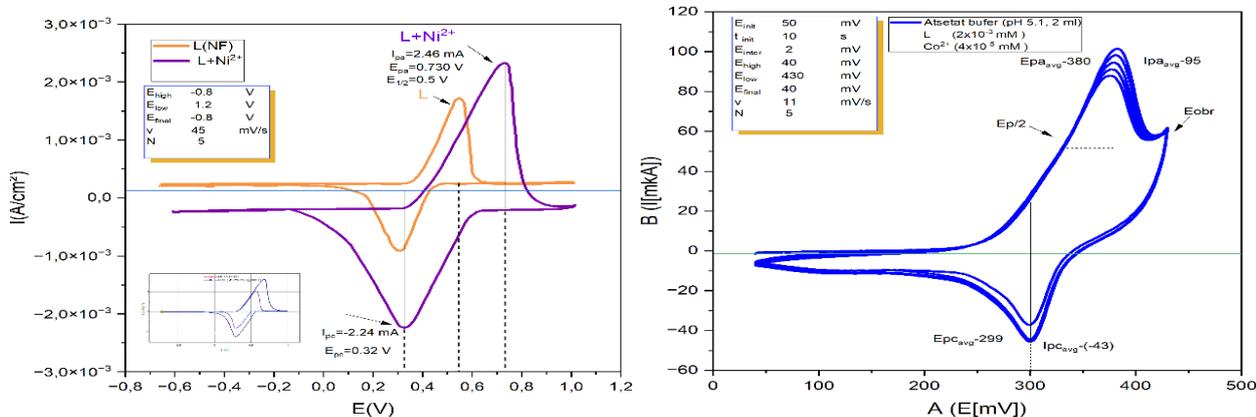
**2. Katod jarayoni (qaytarilish):**



**o-NF ning metall ionlari bilan kompleks hosil bo‘lishi:**

o-NF ning metall ionlari ishtirokida hosil bo‘ladigan [Ni(o-NF)<sub>2</sub>] va [Co(o-NF)<sub>2</sub>] komplekslarining E<sub>pa</sub>, E<sub>pc</sub>, E<sub>1/2</sub> hamda I<sub>pa</sub>, I<sub>pc</sub> kabi redoks xususiyatlari SV usulida aniqlandi (2-rasm a va b, 2-jadval).

2-jadval asosida yarim to‘lqin potentsiali o-NF uchun E<sub>1/2</sub>=0.374 V bo‘lsa, [Ni(o-NF)<sub>2</sub>] kompleksida esa E<sub>1/2</sub>=0.527 V gacha siljigan. Bu redoks jarayon uchun yuqoriroq energiya kerakligini va kompleks hosil bo‘lganligini ko‘rsatadi. Aksincha, [Co(o-NF)<sub>2</sub>] kompleksida E<sub>1/2</sub>=0.337 V gacha pasaygan bo‘lib, bu holat kobalt kompleksining nisbatan beqarorligi va oson redoks almashinuvi mavjudligini bildiradi.



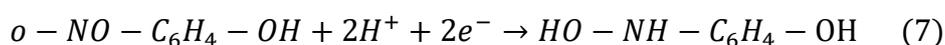
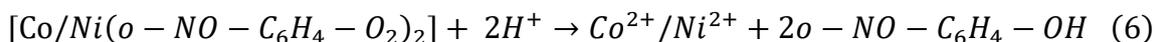
**2-rasm.** SV usuli asosida olingan [Ni(L)<sub>2</sub>] va [Co(L)<sub>2</sub>] komplekslarining redoks faolligini ko‘rsatuvchi voltamperogrammalar

o-Nitrozofenol va  $[\text{Ni}(\text{o-NF})_2]$ ,  $[\text{Co}(\text{o-NF})_2]$  komplekslari uchun voltamperometrik redoks parametrlari

№	Parametr	Ligand (o-NF)	Kompleks $[\text{Ni}(\text{o-NF})_2]$	Kompleks $[\text{Co}(\text{o-NF})_2]$
1	$E_p$ (V)	0.434	0.730	0.384
2	$E_{pc}$ (V)	0.314	0.324	0.290
3	$E_{1/2}$ (V)	0.374	0.527	0.337
4	$I_{pa}$ (mkA)	192.0	99.9	95.00
5	$I_{pc}$ (mkA)	-55.00	-22.40	-43.00

Koordinatsiyalashgan o-nitrozofenolning gidroksilaminga qaytarilishi.

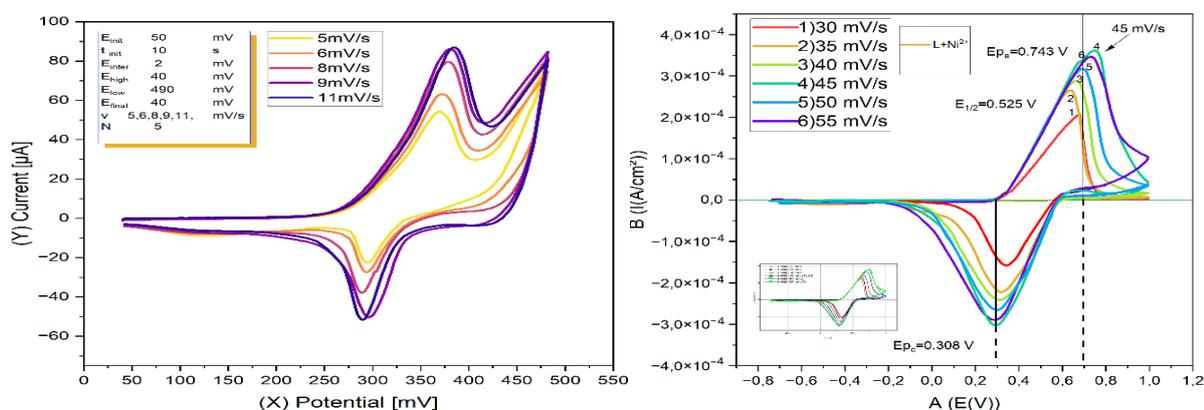
### Katod reaksiyasi:



Voltammogrammalarda kuzatilgan redoks o'zgarishlar faqat o-NF va uning koordinatsiyalashgan shakli bilan bog'liq bo'lib, yarim to'lqin potensialining qiymati kobalt va nikelning oksidlanishiga aloqador emasligini tasdiqlaydi.

**Kobalt(II) va nikel(II) ionlarining o-nitrozofenol bilan kompleks hosil qilishiga skanerlash tezligining ta'siri o'rganildi:** Elektrokimyoviy o'lchovlarda potensialning vaqtga nisbatan o'zgarish tezligi — skanerlash tezligi (v, mV/s) — voltamperogramma shakliga, cho'qqi tokining ( $I_p$ ) kattaligiga, cho'qqining joylashuvi ( $E_p$ ) hamda uning simmetrikligiga sezilarli ta'sir ko'rsatadi.

Co(II)-o-NF kompleksi uchun 5–11 mV/s oralig'ida anod toki ( $I_{pa}$ ) chiziqli oshdi, 11 mV/s dan yuqorida esa pasayish yoki o'sish sekinlashdi. Ni(II)-o-NF kompleksi uchun 30–45 mV/s gacha anod va katod toklarining ortishi diffuziya va adsorbsiyaning samaradorligini ko'rsatdi, 50–55 mV/s da esa tok signali kamaydi (3-rasm a, b). Shuningdek ushbu skanerlash tezligidagi diffuziya koeffitsiyentlari aniqlandi (3-jadval).



**3-rasm. a) Kobalt(II) – o-NF b) Nikel(II) – o-NF kompleksining siklik voltamperogrammalariga potensial skanerlash tezligining ta'siri.**

### 3-jadval

Co(II)–o-NF va Ni(II)–o-NF komplekslarining anodli va katodli diffuziya koeffitsiyentlari ( $T = 293.15 \text{ K}$ ,  $A = 0.277 \text{ cm}^2$ ,  $n = 2$ ,  $C = 0.040 \text{ mkm}$ )

Kompleks	D_anod o'rtacha ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )	D_katod o'rtacha ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )
o-NF	$1,83 \times 10^{-5}$	$2,33 \times 10^{-6}$
Co(II)–o-NF	$9.79 \times 10^{-6}$	$5.48 \times 10^{-6}$
Ni(II)–o-NF	$2.25 \times 10^{-6}$	$1.57 \times 10^{-6}$

Jadvaldan ko'rishimiz mumkinki ligandga nisbatan komplekslarning diffuziya qiymati kichik bo'lishi kompleks hosil bo'lish jarayonida zarracha hajmining ortishi va molekularning eritmadagi harakatchanligining kamayishi bilan izohlanadi.

Kobalt(II) va nikel(II) ionlarining o-nitrozofenol bilan kompleks hosil qilish jarayonida ishtirok etuvchi elektronlar sonini SV usulida aniqlandi: Randles–Shevchik va Laviron tenglamalari orqali Ni(II)–o-NF va Co(II)–o-NF komplekslarida elektrod yuzasida metall markazida ikki elektronli redoks jarayoni sodir bo'lishini ko'rsatdi.

**Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini aniqlashda o-nitrozofenol reagenti bilan anodli inversion voltamperometrik usulda o'rganildi:** Asetat-bufer (AcB) muhiti yakka holda voltamperogrammada deyarli sezilarli tok signali bermagan bo'lsa, o-NF mavjudligida esa yarim to'lqin potentsiali  $E_{1/2} \approx 0.386 \text{ V}$  bo'lgan aniq signal kuzatildi. Ushbu tok signali o-NF molekularining elektrod sirtida adsorbsiyalanib, keyinchalik anodli oksidlanishga uchrash qobiliyatiga egaligini ko'rsatadi.

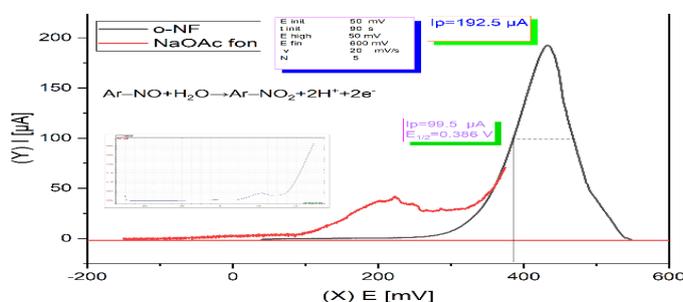
Signalning maksimal toki  $I_p = 192.5 \text{ mA}$  bo'lib, bu o-NF molekularining elektrod sirtida oksidlanishga uchrashini tasdiqlaydi. Tajriba ma'lumotlari asosida yarim to'lqin potentsiali ( $E_{1/2}$ ) quyidagicha aniqlanadi:

$$I_{1/2} = I_0 + \frac{I_p - I_0}{2} = 0 + \frac{192.5 - 0 \text{ mA}}{2} = 99.5 \text{ mA}, (8)$$

Shundan kelib chiqib, yarim to'lqin potentsiali quyidagiga teng bo'ldi:

$$E_{1/2} \approx 0.386 \text{ V} (9)$$

Kuzatilgan anod cho'qqi o-NF ning redoks faol fenol guruhi orqali oksidlanayotganini bildiradi (10-tenglama).



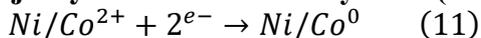
**4-rasm.** 0.1 M atsetat bufer (pH 5.2) va o-NF (2 mkm)ning anodli inversion voltamperogrammasi;  $t_{acc} = 90 \text{ s}$ ,  $E_{acc} = 50 \text{ mV}$ ,  $v = 20 \text{ mV/s}$

**Modifikatsiyalangan Ag/HgAE elektrod yuzasida kobalt(II) va nikel(II) ionlarining anodli inversion voltamperometrik o'zgarishlari o'rganildi:** Nikel(II) ionlari uchun anod toki  $I_p \approx 119 \text{ mA}$ , yarim to'lqin potentsiali esa  $E_{p1/2} \approx +0.175 \text{ V}$  da kuzatildi. Kobalt(II) ionlari uchun esa anod toki  $I_p \approx 198 \text{ mA}$ , yarim

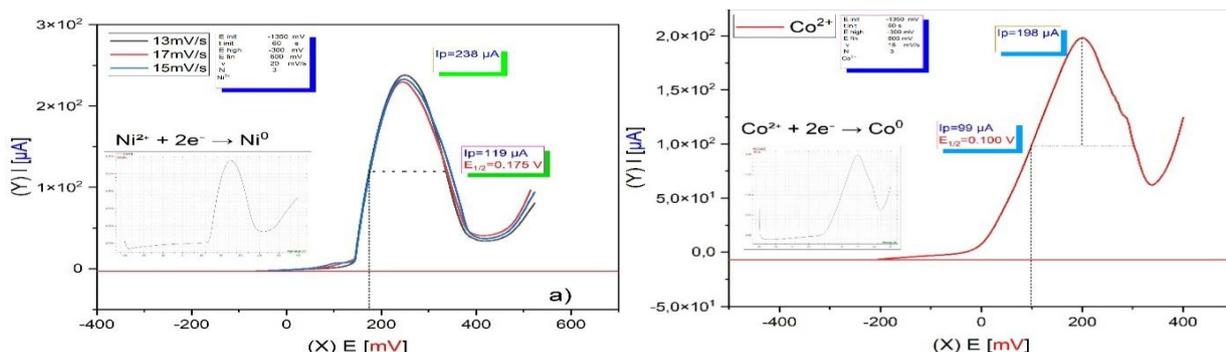
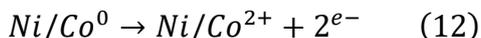
to'liqin potentsiali  $E_{p1/2} \approx +0.100$  V ni tashkil etdi. O'lchovlar  $-300$  mV dan  $+600$  mV gacha bo'lgan potentsial diapazonida, to'planish potentsiali  $-1350$  mV, to'planish vaqti  $60$  s da amalga oshirildi. Skanerlash tezligi nikel(II) ionlari uchun  $20$  mV/s, kobalt(II) ionlari uchun esa  $15$  mV/s deb belgilandi (5-rasm a va b).

Bu jarayon quyidagi redoks tenglama asosida amalga oshadi:

**1-bosqich. Katodli jarayon – Konsentratsiyalash (oldindan to'plash):**



**2-bosqich. Anodli jarayon– Oksidlanish (inversiya):**

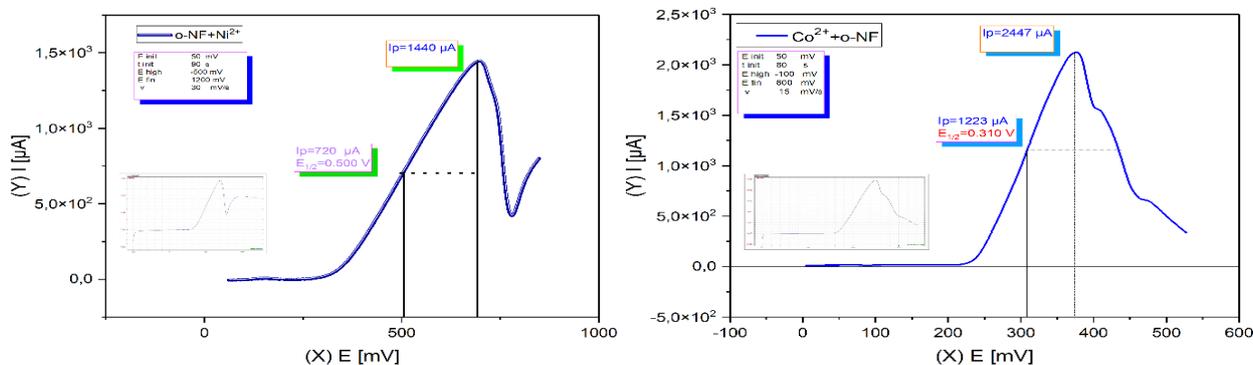


**5-rasm. a)** Nikel(II) va **b)** kobalt(II) ionlarining  $0.1$  M asetat bufer muhitidagi inversion voltamperogrammalari

**Modifikatsiyalangan Ag/HgA elektrod yuzasida kobalt(II) va nikel(II) ionlarining o-nitrozofenol bilan kompleks hosil qilishining anodli inversion voltamperometrik o'zgarishlari o'rganildi:** Bufer muhitida o-NF va Ni(II)/Co(II) ionlari aralashmalari voltamperogrammalarida yangi anod cho'qqilari yoki mavjud cho'qqilarning sezilarli siljishi kuzatildi (6-rasm a, b). Cho'qqi potentsialining ( $E_p$ ) anod tomonga siljishi va tok intensivligining ( $I_p$ ) ortishi redoks faol kompleks shakllanishini ko'rsatdi. Bu esa elektrod sirtida ion va ligand o'rtasida koordinatsion bog'lanish yuzaga kelganligini, ya'ni komplekslanish sodir bo'lganligini isbotlaydi.

Har ikkala metall uchun  $E_{acc}=50$  mV, Ni(II)–o-NF uchun  $t_{acc}=90$  s,  $v=30$  mV/s, Co(II)–o-NF uchun  $t_{acc}=80$  s,  $v=15$  mV/s bo'lgan.

Bu holat quyidagi koordinatsion tenglama bilan ifodalanadi:



**6-rasm. a)** Ni(II)–o-NF va **b)** Co(II)–o-NF komplekslarining anodli inversion voltamperogrammalari.

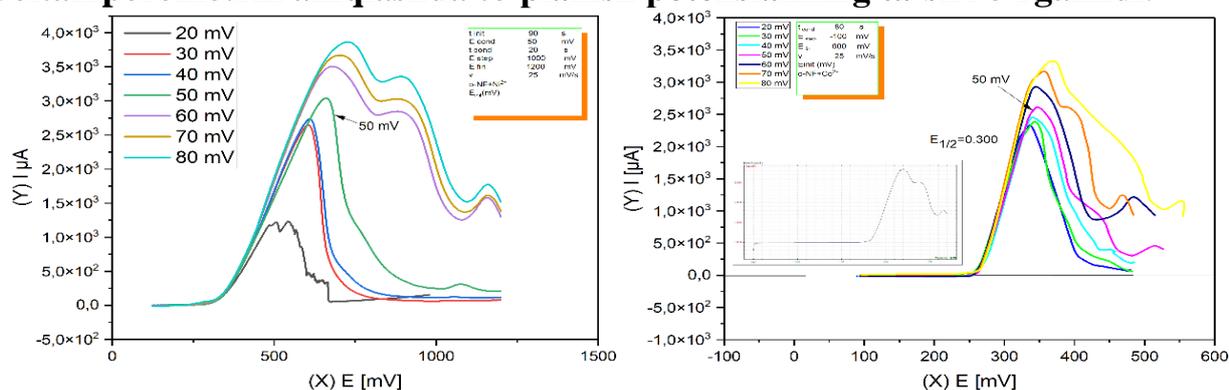
Quyida har to'rtta holat: fon elektrolit, ligand, ionlarning alohida ligandsiz holati, hamda ligand ishtirokidagi kompleks holatlari bo'yicha taqqoslovchi voltamperometrik parametrlari 4-jadvalda keltirilgan.

#### 4-jadval

o-Nitrozofenol, kobalt(II), nikel(II) ionlari va ularning kompleksining voltamperometrik xossalari

13	Eritma tarkibi	Ip (mkA)	E <sub>1/2</sub> (V)	t <sub>acc</sub> (s)	E <sub>acc</sub> (mV)	V (mV/s)	Ediap (mV)
1	0.1 M atsetat bufer	40–50	—	90	50	25	-1000 ÷ +1000
2	o-Nitrozofenol	195	≈+0.386	90	50	25	-1000 ÷ +1000
3	Ni(II) ionlari	119	≈+0.175	60	-1350	20	-300 ÷ +600
4	Co(II) ionlari	198	≈+0.100	60	-1350	15	-300 ÷ +600
5	o-NF+Ni(II)komp.	1440	≈+0.502	90	50	30	-500 ÷ +1200
6	o-NF+Co(II) komp.	2447	≈+0.310	80	50	15	-100 ÷ +600

**Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini o-nitrozofenol yordamida anodli inversion voltamperometrik aniqlashda to'planish potensialining ta'siri o'rganildi.**

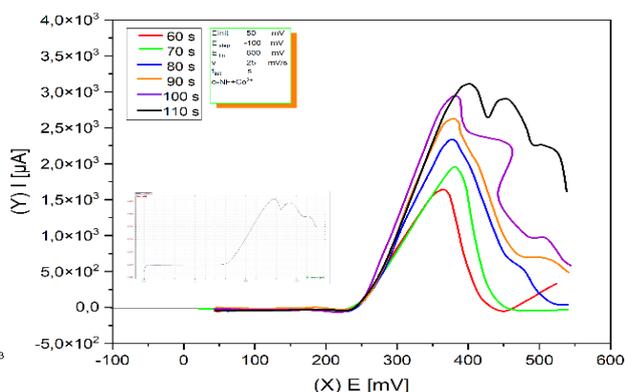
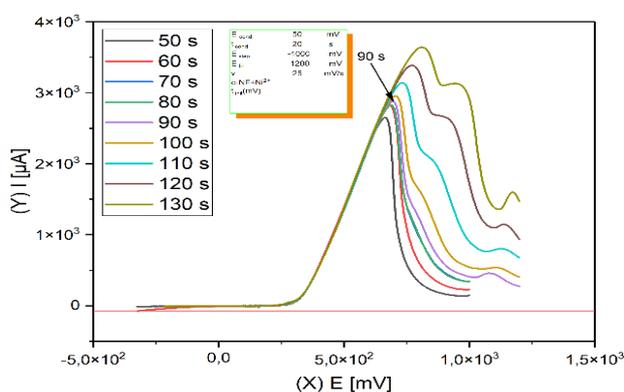


**7-rasm. a) Ni(II)–o-NF va b) Co(II)–o-NF komplekslarining anodli inversion voltamperogrammasiga to'planish potensialining ta'siri**

Ni(II)–o-NF va Co(II)–o-NF komplekslari uchun 20 mV dan 80 mV gacha bo'lgan cho'kish potentsiali sharoitida voltamperometrik o'zgarishlar o'rganildi (7-rasm a, b).

Ni(II)–o-NF va Co(II)–o-NF komplekslari uchun E<sub>acc</sub>= 50 mV da eng barqaror va aniq voltamperometrik cho'qqilar kuzatildi. Bu sharoitda kompleks elektrod sirtiga yetarli darajada adsorbsiyalangan va redoks jarayon to'liq amalga oshgan.

**Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini o-nitrozofenol yordamida anodli inversion voltamperometrik aniqlashda to'planish vaqtining ta'siri o'rganildi:** Ni(II)–o-NF uchun optimal t<sub>acc</sub>=90 s, Co(II)–o-NF uchun esa t<sub>acc</sub>=80 s deb belgilandi — bu holatda maksimal signal intensivligi va aniq cho'qqi shakli kuzatildi (8-rasm a, b, 5-jadval).



**8-rasm.** To‘planish vaqti ( $t_{acc}$ )ning AIV signaliga ta‘siri:  
**a) Ni(II)–o-NF kompleksi b) Co(II)–o-NF kompleksi.**

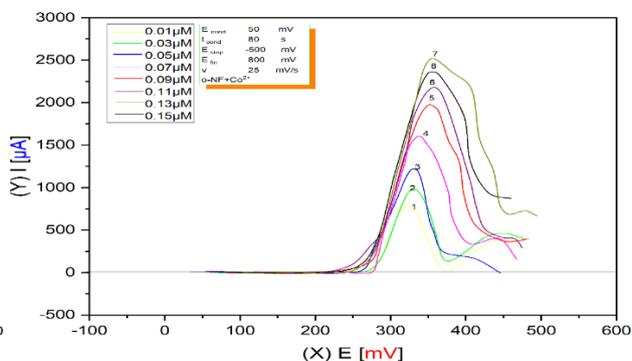
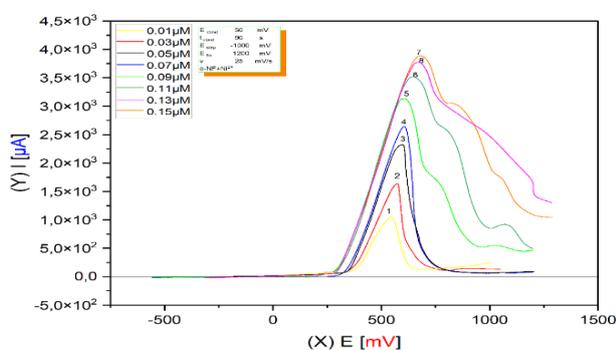
**5-jadval**

Ni(II)–o-NF va Co(II)–o-NF komplekslarining optimal sharoitlardagi anodli inversion voltamperometrik ko‘rsatkichlari

№	Parametr	Ni(II)–o-NF	Co(II)–o-NF
1	To‘planish potentsiali ( $E_{acc}$ ), mV	+50	+50
2	To‘planish vaqti ( $t_{acc}$ ), s	90	80
3	Skan tezligi ( $v$ ), mV/s	25	25
4	Potensial diapazoni, mV	-500 ÷ +1200	-100 ÷ +600
5	Yarim to‘lqin potentsiali ( $E_{1/2}$ ), V	+0.500	+0.300
6	Maksimal anod toki ( $I_p$ ), mkA	2878	2447
7	Signal shakli	Sigmoidal, simmetrik	Sigmoidal, simmetrik

**Ishlab chiqilgan kobalt(II) va nikel(II) ionlarini aniqlashning anodli inversion usulining aniqligi baholandi:** Nikel(II) va kobalt(II) uchun 0.010–0.150 mkm oralig‘idagi konsentratsiyasi o‘zgarishi sharoitida voltamperogrammalar olindi (9-rasm a,b).

9-rasmda nikel(II) va kobalt(II) ionlarining 0,01–0,130 mkm konsentratsiya oralig‘ida analitik signal bilan bog‘liqligida korrelyatsiya koeffitsienti mos ravishda  $R^2 = 0,9891$ ,  $R^2 = 0,9928$  ga teng bo‘lib, nikel(II) uchun quyi aniqlash chegarasi (LOD)  $1,43 \times 10^{-8}$  M, miqdoriy aniqlash chegarasi (LOQ) esa  $4,33 \times 10^{-8}$  M va kobalt(II) uchun LOD qiymati  $4,19 \times 10^{-8}$  M, LOQ qiymati esa  $1,27 \times 10^{-7}$  M etib topildi.



**9 -rasm. a) Nikel(II) va b) Kobalt(II) ioni konsentratsiyasining inversion voltamperogrammadagi signal intensivligiga ta‘siri**

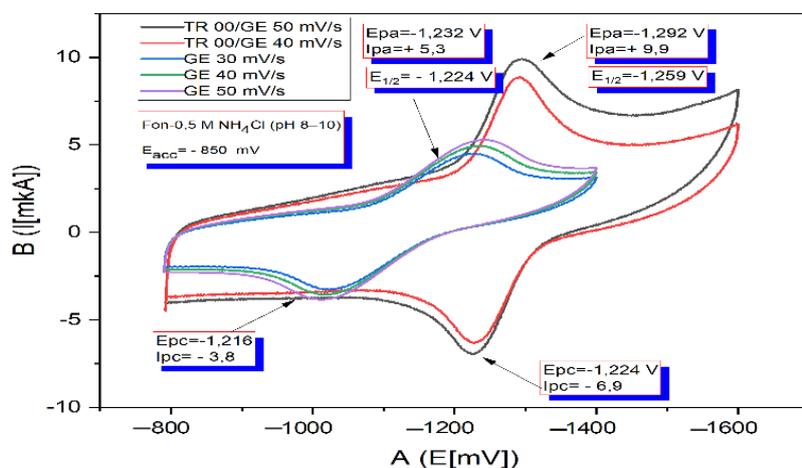
**Kobalt(II) va nikel(II) ionlarini anodli inversion voltamperometrik aniqlashga begona ionlarning ta‘siri o‘rganildi:** Umumiy hajmi 25 ml bo‘lgan

eritmaga 2 ml 0,1 M atsetat bufer eritmasi ( $\text{pH} = 5,2$ ), 2,0 mkm o-NF eritmasi, aniqlanayotgan metall ionlari (nikel(II) yoki kobalt(II)) va ma'lum nisbatdagi begona metall ionlar qo'shildi. Metall ionlarining 7.0 mkm signali uchun xatolik  $\geq 5\%$  da hisoblandi.  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{V}^{3+}$  va  $\text{Cd}^{2+}$  kabi ionlarning 1:70 nisbatgacha halaqit bermasligi biroq  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  kabi ionlarning ma'lum nisbatlardan keyin xalqit kuzatilganligi uchun bloklovchi reagentlardan (EDTA (0.1–0.5 mM), askorbin kislotasi (0.5–2.0 mM), TGA (0.1–1.0) mM, oksalat, tiosulfat kislotasi (0.5–3.0 mM)) foydalanish orqali aniqlikning quyi chegarasigacha erishildi.

**Ishlab chiqilgan nikel(II) va kobalt(II) ionlarini anodli inversion voltamperometrik aniqlash usulini sun'iy aralashma tarkibiga qo'llanildi:** O'lchovlar AIV usulida 25,0 ml umumiy hajmdagi eritma, 0,1 M atsetat buferi ( $\text{pH} = 5,2$ ), 2,0 mkm o-NF, 50 mV to'planish potentsiali va 80 s (kobalt(II) uchun) hamda 90 s (nikel(II) uchun) to'planish vaqti amalga oshirildi. Natijalarga ko'ra, nikel(II) uchun o'rtacha qiymat 4,92 mkm, kobalt(II) uchun 4,94 mkm, har ikki ion uchun xatolik  $\Delta X \leq 0,31$  mkm,  $\text{Sr} < 0,055$  ni tashkil etdi. Bu ishlab chiqilgan usulning yuqori aniqlik, takrorlanuvchanlik va selektiv aniqlash xususiyatlariga ega ekanini ko'rsatdi.

**Kobalt (II) ionini tropeolin 00 bilan modifikatsiyalangan grafit elektrodi yordamida voltamperometrik usulda aniqlandi:** Tropeolin 00 (TR 00) bilan modifikatsiyalangan grafit elektrod yordamida suvli eritmalarda kobalt (II) ionlarining AIV aniqlash usuli ishlab chiqildi. Modifikatsiyalangan grafit elektrodning elektrokimyoviy xossalari SV usuli bilan  $-800$  dan  $-1600$  mV gacha potentsial oralig'ida o'rganildi (10-rasm).

TR 00 bilan modifikatsiyalangan grafit elektrod redoks jarayonlarida samaradorligi yuqori bo'lib,  $E_{1/2} = -1,259$  V,  $I_{pa} = 9,9$  mA va  $I_{pc} = -6,9$  mA qayd etildi. Oddiy grafit elektrod esa pastroq qiymatlar ko'rsatdi ( $E_{1/2} = -1,224$  V,  $I_{pa} = 5,3$  mA,  $I_{pc} = -3,8$  mA). Optimal sharoitlar:  $v=20-50$  mV/s,  $E_{acc} = -850$  mV,  $t_{acc}=300$  s  $E_{1/2} = -1,25$  V qayd etildi va 0,06–0,18 mkm konsentratsiya oralig'ida chiziqli bog'lanish kuzatildi ( $R^2 = 0,9813$ ). Aniqlash chegarasi (LOD)  $5,03 \times 10^{-7}$  M, miqdoriy aniqlash chegarasi (LOQ) esa  $1,77 \times 10^{-6}$  M ni tashkil etdi. Olingan natijalar modifikatsiyalangan elektrodning yuqori sezgirligi va takrorlanuvchanligini tasdiqladi.



**10-rasm.** Kobalt(II) ionini aniqlashda TR 00 bilan modifikatsiyalangan grafit elektrod va modifikatsiyalanmagan grafit elektrodning siklik voltamperogrammalari

Dissertatsiyaning “Ishlab chiqilgan kobalt (II) va nikel (II) ionlarini aniqlashning voltamperometrik usullarini tabiiy obyektlar va sanoat materiallari analiziga qo'llash” nomli to'rtinchi bobida ilmiy ish natijasida nisbiy

standart chetlanish qiymatlari 0,048 va 0,043 ga teng ekanligi, ishlab chiqilgan voltamperometrik usulning sezgirligi va tanlab ta'sir etuvchanligini isbotladi, hamda texnologik chiqindilar tarkibidan metall ionlarni tez va yuqori aniqlikda aniqlab ajratib olishda samarali ekanligini tasdiqladi.

**Ishlab chiqilgan kobalt (II) va nikel (II) ionlarini voltamperometrik aniqlash usulining raqobatbardoshligi baholandi:** Student va Fisher mezonlari bo'yicha o'tkazilgan statistik tahlil AIV va ISP-AES usullarining ishonchliligini tasdiqladi. Student mezoni natijalari 95 % ishonch darajasida ahamiyatli bo'ldi. Fisher mezoni uchun  $F_{his}=1,176$  ning  $F_{kritik}=6,39$  dan kichikligi ikki usul dispersiyalari orasida farq yo'qligini ko'rsatdi. AIV usulining aniqligi ISP-AES bilan teng darajada bo'lib, amaliy qo'llashga to'liq yaroqligini isbotladi. o-NF reagenti asosidagi AIV va SV usullari tezligi, aniqligi va past aniqlash chegarasi bo'yicha mavjud metodlardan qolishmaydi, ayrim metrologik ko'rsatkichlari bo'yicha hatto ustunliklarga ham ega.

## XULOSALAR

1. o-Nitrozofenol reagentining elektrokimyoviy o'zgarishlari siklik voltamperometrik usulda Ag/HgA elektrodi yuzasida atsetat buferi (pH = 5,2) muhitida, yarim to'lqin potentsiali  $E_{1/2}=0,374$  Voltga tengligi, anod toki  $I_{pa} = 192,0$  mkA va katod toki  $I_{pc} = -55,0$  mkA ga tengligi aniqlandi hamda elektrokimyoviy faol komponent sifatida kobalt(II) va nikel(II) ionlarini aniqlashda kompleks hosil qilish uchun tavsiya etildi.

2. Siklik voltamperometrik usulda kobalt(II) va nikel(II) ionlarining o-nitrozofenol bilan kompleks hosil qilish mexanizmi o'rganildi. Skanerlash tezligi  $v=11$  mV/s va to'planish vaqti  $t_{acc}=10$  s sharoitida  $[Co(o-NF)_2]$  kompleksi uchun  $E_{1/2}=0,337$  V,  $D_a=9,79 \times 10^{-6}$  cm<sup>2</sup>/s va  $D_k=5,48 \times 10^{-5}$  cm<sup>2</sup>/s qiymatlari aniqlandi. Xuddi shu sharoitda, skanerlash tezligi  $v=45$  mV/s va  $t_{acc}=10$  s bo'lganda  $[Ni(o-NF)_2]$  kompleksi uchun  $E_{1/2}=0,525$  V,  $D_a=2,25 \times 10^{-6}$  cm<sup>2</sup>/s,  $D_k=1,57 \times 10^{-6}$  cm<sup>2</sup>/s qiymatlari olindi. Ushbu natijalar Randles-Shevchik va Laviron tenglamalari asosida tahlil qilinib, ikkala ion uchun ham elektronlar soni  $n=2$  ga teng ekani aniqlandi. Diffuziya koeffitsientlarining qiymatlari esa kobalt(II) kompleksi nikel(II) kompleksiga nisbatan barqarorroq ekanini ko'rsatdi.

3. Anodli inversion voltamperometrik (AIV) usulda 0,277 sm<sup>2</sup> yuzali Ag/HgA elektrod yordamida kobalt(II) va nikel(II) ionlarini o-NF bilan bilan kompleks hosil qilishga asoslanib aniqlashning maqbul sharoitlari: to'planish potentsiali har ikkala metall uchun  $E_{acc}=+50$  mV bo'lganda, to'planish vaqti Co(II)-o-NF uchun  $t_{acc}=80$  s, Ni(II)-o-NF uchun  $t_{acc}=90$  s ekanligi topildi. Formal yarim to'lqin potentsiallarining (Co(II)-o-NF uchun  $E_{1/2} \approx +0.310$  volt va Ni(II)-o-NF uchun  $E_{1/2} \approx +0.502$  voltga) va tok intensivligining keskin ortishi metall-ligand komplekslari hosil bo'lishini tasdiqladi.

4. AIV usulida Ag/HgA elektrodi yuzasida kobalt va nikel ionlari kompleks birikmalarining barqarorlik konstantalari Benesi-Hildebrand usuli bilan hisoblanib, ionlanish radiusining ortishi qatorida Co(II)-o-NF uchun  $K_f = 4,64$  va Ni(II)-o-NF uchun  $K_f = 3,51$  barqarorligining kamayishi aniqlanib, bu IQ spektrida nitrozo (-

NO  $\Delta\nu=1047$ ) guruhining tebranish chastotasi  $\nu=1033-1039 \text{ cm}^{-1}$  ga siljiganligi va Co-O bog‘i  $\nu=577 \text{ cm}^{-1}$  da, Ni-O bog‘i  $\nu=578 \text{ cm}^{-1}$  sohada namoyon bo‘lganligi bilan isbotlandi.

5. Ishlab chiqilgan AIV usuli yordamida Ag/HgA elektrodi bilan o-NF ishtirokida nikel(II) ionlari uchun korrelyatsiya koeffitsienti  $R^2=0,9891$ , quyi aniqlash chegarasi (LOD)  $1,43 \times 10^{-8} \text{ M}$  (0,84 mkg/L) va miqdoriy aniqlash chegarasi (LOQ)  $4,33 \times 10^{-8} \text{ M}$  (2,56 mkg/L), kobalt(II) ionlari uchun esa  $R^2=0,9928$ , LOD  $4,19 \times 10^{-8} \text{ M}$  (2,48 mkg/L) va LOQ  $1,27 \times 10^{-7} \text{ M}$  (7,48 mkg/L) miqdorlarda aniqlangan bo‘lib, usulning yuqori sezuvchanligi, aniqligi va takrorlanuvchanligi tasdiqlandi.

6. Tropeolin 00 bilan modifikatsiyalangan grafit elektrodi (TR00/GE) yordamida kobalt(II) ionini AIV usuli ishlab chiqilib, uning optimal sharoitlarda ( $\text{NH}_4\text{Cl}$  pH=8-10,  $E_{cc}=0.85 \text{ mV}$ ,  $t_{acc}=300 \text{ s}$ ,  $\nu=50 \text{ mV/s}$ ,  $E_{1/2}=-1,25 \pm 0,01 \text{ V}$ ) quyi aniqlash chegarasi (LOD)  $5,03 \times 10^{-7} \text{ M}$  (3,67 mkg/L), miqdoriy aniqlash chegarasi (LOQ) esa  $1,77 \times 10^{-6} \text{ M}$  (9,54 mkg/L) ga tengligi aniqlanib, usulning aniqligi va selektivligi AIV (Ag/HgAE) usulida olingan natijalarga nisbatan 35,3 marta kamligi bilan isbotlandi.

7. Ishlab chiqilgan Co(II) va Ni(II) ionlarini nitrozofenol va tropeolin 00 reagentlari bilan voltamperometrik aniqlashning yangi uslubi “Navoiy kon-metallurgiya kombinati” AJ va “Olmaliq kon-metallurgiya kombinati” AJ analitik laboratoriyalarida sinovdan o‘tazildi va tarkibida Co(II) va Ni(II) ionlari bo‘lgan obyektlar analizida qo‘llashga tavsiya etildi.

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

---

**ДЖИЗАКСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕДАГОГИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ**

**КАРАБАЕВА ГУЛНОРА БЕГМУРОТОВНА**

**РАЗРАБОТКА ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ Co(II) И Ni(II) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ  
НИТРОЗОФЕНОЛА И ТРОПЭОЛИНА 00**

**02.00.02 – Аналитическая химия**

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

**Ташкент-2025**

**Тема диссертации доктора философии (PhD) по химическим наукам зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Министерстве высшего образования, науки и инноваций Республики Узбекистан за номером B2025.3.PhD/K628**

Диссертация выполнена в Джизакский государственный педагогический университет  
Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице по адресу: [www.ik-kimyo.nuu.uz](http://www.ik-kimyo.nuu.uz) и информационно-образовательном портале Ziyonet по адресу: [www.ziyonet.uz](http://www.ziyonet.uz).

**Научный руководитель:** **Яхшиева Зухра Зиятовна**  
доктор химических наук, профессор

**Официальные оппоненты:** **Абдурахманов Эргашбой**  
доктор химических наук, профессор

**Зияев Дилшод Абдуллаевич**  
доктор химических наук, доцент

**Ведущая организация:** **Ташкентский химико-технологический институт**

Защита диссертации состоится " \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 2025 г. в \_\_\_\_ часов на заседании Научного совета DSc.03/30.12.2019.K.01.03 при Национальном университете Узбекистана. (Адрес: 100174, Ташкент, ул. Университетская 4. Тел.: (+99871) 227-12-24, faks: (+99824) 246-02-24; E-mail: [ilmiy\\_kengash@nuu.uz](mailto:ilmiy_kengash@nuu.uz) ).

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Национального университета Узбекистана за № \_\_\_\_\_. Адрес: 100174, Ташкент, ул. Университетская, 4. Тел.: +99871 227-12-24.

Автореферат диссертации разослан " \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 2025 г.  
(протокол рассылки № \_\_\_\_ от " \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 2025 г.).

**З.А. Сманова**

Председатель Научного совета по  
присуждению учёных степеней,  
д.х.н., профессор

**Н.Х. Кутлимуротова**

Ученый секретарь Научного совета по  
присуждению учёных степеней, д.х.н., профессор

**Б.Н.Бабаев**

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

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

**Актуальность и востребованность темы диссертации.** Актуальность и востребованность темы диссертации. На сегодняшний день в мире с развитием химической промышленности и технологий, а также производственных процессов, содержание тяжёлых, токсичных и канцерогенных ионов металлов в объектах окружающей среды неуклонно возрастает. Особенно это касается таких металлов, как кобальт и никель, которые в связи с ростом спроса широко производятся и нередко обнаруживаются в природных и сточных водах в количествах, превышающих допустимые пределы. В связи с этим разработку чувствительных, селективных и экономичных электрохимических методов анализа для определения данных ионов металлов в объектах окружающей среды имеет важное практическое значение.

В мире ведутся обширные исследования, направленные на разработку селективных и высокочувствительных методов определения тяжёлых металлов с использованием различных органических реагентов при применении оптических, электрохимических и хроматографических методов анализа. Особенно в электрохимических методах модифицирование электродов различными реагентами служит основой для создания высокочувствительных и селективных аналитических методик. Поэтому применение органических реагентов, содержащих функционально активные группы, и модифицирование электродов при определении ионов кобальта и никеля имеет важное научное значение.

В нашей Республике также широко ведутся исследования, связанные с металлами стратегического значения, такими как кобальт и никель. В частности, проводятся обширные работы по селективному определению и выделению ионов кобальта и никеля из природных объектов и промышленных сточных вод, а также по разработке методов их глубокой переработки. В Стратегии развития «Нового Узбекистана» определены задачи по «обеспечению сбалансированности и устойчивости национальной экономики за счёт модернизации промышленности, науки и производства, технического и технологического обновления, глубокой переработки местного сырья и ускоренного развития производства готовой продукции с высокой добавленной стоимостью». В этом контексте особое значение приобретают разработка экономически эффективных, селективных и чувствительных методов контроля состава техногенных отходов и объектов окружающей среды, а также их использование для концентрирования и выделения ионов металлов.

Постановление Президента Республики Узбекистан от 24 июня 2021 года № ПП-5159 «О дополнительных мерах по развитию горно-металлургической промышленности и смежных отраслей», постановление от 16 февраля 2022 года № ПП-131 «О мерах по организации особо охраняемых природных

территорий в системе Государственного комитета Республики Узбекистан по экологии и охране окружающей среды», а также постановление от 2 марта 2022 года № ПП-144 «О мерах по дальнейшему совершенствованию внедрения водосберегающих технологий в сельском хозяйстве» и другие нормативно-правовые акты, касающиеся данной сферы, определяют задачи, реализации которых в определённой степени способствует проведение настоящего диссертационного исследования.

**Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии республики.** Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологии Республики VII. «Химия, химические технологии и нанотехнологии».

**Степень изученности проблемы.** Во всём мире для определения ионов кобальта(II) и никеля(II) в составе технологических вод, руд, шлаков и пыли промышленных предприятий широко применяются различные физико-химические методы. В частности, спектроскопические, электрохимические, термические, фотометрические и атомно-адсорбционные методы показали высокую эффективность. В данном направлении значительный вклад внесли ряд зарубежных учёных, в том числе Дж. Уаннасси, С. Мабрук (Тунис), М.О. Ояги, Дж.О. Ониатта (Кения), Г. Селволини, Г. Маррацца (Флоренция), Н. Лайглон, С. Креффилд (Франция), Н.С. Рамадан, Н.Г. Дэви (Джакарта), М.Р. Хан (Бангладеш), А. Бобровски (Словакия), С. Бахрами (Канада), И. Булут и Э. Бисер (Турция).

Учёные стран СНГ также провели значительные исследования в данной области. В частности, Б.М. Дженбаев (Киргизия), А. Фокина, В. Кулаков, Л. Даровских, К. Лялина, Н.А. Малахова, А.В. Ивойлова, Н.Н. и другие исследователи разработали электро-, термохимические и флуоресцентные методы, основанные на комплексометрии, а также на использовании модифицированных углеродных и плёночных электродов.

В Узбекистане в данном направлении академиком Ш.Т. Толиповым, профессором А.М. Геворгян, Б.Ж. Кабуловым, Н. Тураповым, Э. Абдурахмановым, З.А. Смановой, М.А. Насимовым, З.З. Яхшиевой и Н.Х. Кутлимуротовой были проведены обширные исследования на основе оптических и электрохимических методов. Однако до настоящего времени не проводились исследования по электрохимическому определению ионов кобальта(II) и никеля(II) с использованием таких органических реагентов, как о-нитрозофенол (о-НФ, 1-нитрозо-2-фенол) и тропеолин 00 (TR-00, натриевая соль 4-(4-анилинофенилазо)бензолсульфоновой кислоты), с применением циклической вольтамперометрии (ЦВ), анодной инверсионной вольтамперометрии (АИВ) и амперометрических методов.

**Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ высшего учебного заведения, в котором выполнена диссертация.** Диссертационное исследование выполнено в рамках научно-исследовательского плана Джизакского государственного

педагогического университета № 144/14 «Переработка кожи с использованием экологически чистых технологий» (2022 г.) и прикладного проекта AL-122212994 «Разработка технологии получения соединений лития из солёных водных ресурсов Узбекистана».

**Целью исследования.** Цель исследования заключается в разработке вольтамперометрических методов определения ионов  $\text{Co(II)}$  и  $\text{Ni(II)}$  с использованием нитрозофенола и тропеолина 00.

**Задачи исследования:**

–определение электрохимических свойств реагентов о-НФ и TR-00: потенциала полуволны, числа электронов, участвующих в редокс-процессе, коэффициента диффузии, типа электрохимической реакции (обратимая, необратимая, квазиизмеримая) и влияния фонового электролита;

–выбор оптимальных условий электрохимического определения ионов кобальта(II) и никеля(II) с использованием реагентов о- НФ и TR-00;

–установление механизма и типа реакции, протекающей на поверхности электрода;

–оценка правильности разработанных методов определения ионов кобальта(II) и никеля(II) с использованием методов циклической вольтамперометрии (ЦВ) и анодной инверсионной вольтамперометрии (АИВ);

–определение селективности разработанных методов определения ионов кобальта(II) и никеля(II) и маскирование мешающих ионов;

–определение ионов кобальта(II) методом анодной инверсионной вольтамперометрии (АИВ) с использованием модифицированного графитового электрода TR-00/ГЭ и сравнение полученных результатов с данными, полученными на серебряно-ртутном амальгамном электроде ( $\text{Ag/HgAE}$ );

–применение разработанных методов для анализа технологических и природных объектов и оценка их конкурентоспособности по сравнению с другими аналитическими методами.

**Объектом исследования.** Растворы, содержащие ионы кобальта(II) и никеля(II), а также технологические сточные воды и природные воды, образующиеся в результате промышленных производственных процессов.

**Предметом исследования.** Образование комплексов ионов кобальта(II) и никеля(II) с реагентами о-НФ и TR-00 и исследование данного процесса электрохимическими методами (в частности, циклической вольтамперометрией (ЦВ) и анодной инверсионной вольтамперометрией (АИВ)).

**Методы исследования.** Для электрохимического анализа ионов кобальта(II) и никеля(II) были использованы методы анодной инверсионной вольтамперометрии (АИВ) и циклической вольтамперометрии (ЦВ). Кроме того, для определения структуры комплексов и изучения их свойств применялись методы инфракрасной спектроскопии (ИК) и квантово-химических расчётов.

### Научная новизна исследования заключается в следующем:

-первые методом циклической вольтамперометрии установлено, что на поверхности серебряно-ртутного амальгамного электрода (Ag/HgAE) в ацетатном буфере (рН 5,2) полуволновой потенциал о-нитрозофенола составляет  $E_{1/2} = 0,374$  В, а коэффициенты диффузии для анодного и катодного процессов равны соответственно  $1,83 \times 10^{-5}$  см<sup>2</sup>/с и  $2,33 \times 10^{-6}$  см<sup>2</sup>/с, что свидетельствует о высокой скорости протекания окислительного процесса;

-методом циклической вольтамперометрии определены полуволновые потенциалы комплексообразования о-нитрозофенола с ионами кобальта(II) и никеля(II): для комплекса кобальта(II)  $E_{1/2} = 0,337$  В, для комплекса никеля(II)  $E_{1/2} = 0,525$  В. На основании уравнений Рандлса–Шевчика и Лавирона установлено, что в редокс-процессах на поверхности Ag/HgA электрода участвуют  $n = 2$  электрона;

-методом циклической вольтамперометрии показано, что коэффициенты диффузии анодного и катодного процессов для комплексов о-нитрозофенола с ионами кобальта(II) и никеля(II) уменьшаются по сравнению с таковыми для свободного лиганда (Данод; Со: -46%, Ni: -87,7%, Дкатод; Со: +135%, Ni: -32,6%). Появление в ИК-спектрах полос колебаний связей О–Ме в области  $\nu = 577\text{--}578$  см<sup>-1</sup> подтверждает образование комплексов на поверхности электрода;

-методом инверсионной вольтамперометрии с использованием электрода Ag/HgA по методу Бенеша–Хильдебранда определены константы устойчивости комплексных соединений: для Со(II)–о-NF  $K_f = 4,64$ , для Ni(II)–о-NF  $K_f = 3,51$ . Уменьшение значений констант устойчивости соответствует увеличению ионного радиуса и указывает на достаточную стабильность комплексов, что делает их пригодными для вольтамперометрического анализа;

-точность определения ионов кобальта(II) и никеля(II) методом анодной инверсионной вольтамперометрии (АИВ) с использованием о-нитрозофенола на поверхности электрода Ag/HgA подтверждена высоким коэффициентом корреляции ( $r \approx 1$ ) и высокой чувствительностью метода. Предел обнаружения (LOD) для ионов никеля(II) составляет  $1,43 \times 10^{-8}$  М (0,84 мкг/л), предел количественного определения (LOQ) —  $4,33 \times 10^{-8}$  М (2,56 мкг/л); для ионов кобальта(II) LOD =  $4,19 \times 10^{-8}$  М (2,48 мкг/л), LOQ =  $1,27 \times 10^{-7}$  М (7,48 мкг/л);

-сравнение результатов, полученных методами АИВ и СВ, с данными атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС) и индуктивно-связанной плазменно-эмиссионной спектрометрии (ИСП-АЭС) показало, что согласно статистическому анализу по критериям Стьюдента и Фишера вычисленные значения меньше критических ( $t_{\text{знач}} < t_{\text{крит}}$ ,  $F_{\text{знач}} = 1,176 < F_{\text{крит}} = 6,39$ ), что подтверждает отсутствие систематических ошибок метода;

-оптимальные условия определения иона кобальта(II) методом анодной инверсионной вольтамперометрии с использованием графитового электрода, модифицированного тропеолином 00 (TR00/ГЭ): в среде хлорида аммония (рН

= 8–10), в диапазоне потенциалов  $-0,80 \div -1,40$  В, при скорости сканирования 50 мВ/с, полуволевой потенциал  $E_{1/2} = -1,25 \pm 0,01$  В. Предел обнаружения (LOD) составил  $5,03 \times 10^{-7}$  М (3,67 мкг/л), предел количественного определения (LOQ) —  $1,77 \times 10^{-6}$  М (9,54 мкг/л), что в 35,3 раза выше чувствительности по сравнению с Ag/HgA электродом;

**Практические результаты исследования заключаются в следующем:**

Подобраны оптимальные условия разработанного метода, и он был испытан на определение ионов кобальта(II) и никеля(II) в составе технологических и природных проб воды, в результате чего было доказано, что метод обладает высокими аналитическими и метрологическими характеристиками. При применении к анализу воды Айдар-Арнасай достигнуты пределы обнаружения до 0,1697 мкМ для кобальта и 0,1533 мкМ для никеля.

В процессе определения ионов кобальта(II) и никеля(II) было установлено, что катионы  $Fe^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$  и  $Pb^{2+}$  при превышении определённых соотношений оказывают мешающее влияние. Для устранения данного эффекта применялись блокирующие реагенты: для  $Cu^{2+}$  — тартрат, для  $Fe^{2+}$  — аскорбиновая кислота (0,5–2,0 мМ), ТГА (0,1–1,0 мМ) или оксалат, а для  $Pb^{2+}$  — тиосерная кислота (0,5–3 М). При использовании указанных реагентов определение ионов кобальта(II) и никеля(II) возможно до нижнего предела чувствительности метода. Разработанный метод анодной инверсионной вольтамперометрии был применён для анализа техногенных объектов Алмалыкского горно-металлургического комбината, где достигнуты результаты: 0,11 мкМ для кобальта(II) и 0,13 мкМ для никеля(II). Установлено, что ионы  $Mn^{2+}$ ,  $V^{3+}$  и  $Cd^{2+}$  не оказывают мешающего влияния на процесс определения.

**Достоверность результатов исследования.** Достоверность полученных результатов подтверждена сравнительным анализом, основанным на общепринятых стандартах, методом «введено–найдено», использованием уравнений Рэндлса–Шевчика и Лавирона, а также статистическими методами — критерием Фишера для сравнения дисперсий и t-критерием Стьюдента. Результаты дополнительно подтверждены электрохимическими и атомно-абсорбционными методами анализа.

**Научное и практическое значение результатов исследования.** Научное значение результатов исследования заключается в том, что определены оптимальные условия для вольтамперометрического (циклического и анодно-инверсионного) определения ионов кобальта(II) и никеля(II) с использованием реагентов о-нитрозофенола (о-НФ) и Тропеолина 00 (TR-00); установлены значения полуволевых потенциалов, количество электронов, участвующих в редокс-процессе, коэффициенты диффузии, а также выявлена линейная зависимость анодного тока ( $I_{pa}$ ) от квадратного корня скорости сканирования потенциала ( $\sqrt{v}$ ). На основе полученных данных доказано, что электрохимическая реакция имеет частично обратимый характер. Кроме того, показано, что влияние посторонних ионов эффективно снижено, а

аналитические и метрологические характеристики метода значительно улучшены.

Практическое значение исследования заключается в том, что разработанные методы циклической и анодно-инверсионной вольтамперометрии позволяют быстро, экономично и с высокой точностью определять ионы кобальта(II) и никеля(II) в природных и промышленных объектах. Предложенная методика имеет практическую ценность при определении микроколичеств тяжёлых металлов в техногенных объектах Алмалыкского горно-металлургического и Навоийского электрохимического комбинатов, а также в водоёмах Айдар-Арнасайской системы.

**Внедрение результатов исследования.** На основе проведённых исследований по разработке вольтамперометрических методов определения ионов Co(II) и Ni(II) с использованием нитрозофенола и тропеолина 00: метод анодной инверсионной вольтамперометрии для определения ионов кобальта(II) и никеля(II) с применением о-нитрозофенола внедрён в лабораторную практику АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат», Цинковый завод (на основании справки № SL-823 от 24 сентября 2025 года). В результате обеспечено определение микроколичеств ионов кобальта(II) и никеля(II) в составе технологических вод.

Вольтамперометрические методы определения ионов кобальта(II) и никеля(II) с использованием реагентов о-нитрозофенола и тропеолина 00 были испытаны и внедрены в практику Центральной научно-исследовательской лаборатории АО «Навоийский горно-металлургический комбинат» (на основании справки № 02-07/02/10523 от 10 октября 2025 года). В результате установлено, что разработанные методы отличаются высокой избирательностью, оперативностью и простотой применения, обеспечивая получение достоверных результатов с коэффициентом корреляции, близким к 1, даже при низких концентрациях ионов кобальта(II) и никеля(II) в составе технологических вод.

**Апробация результатов исследования.** Результаты исследования были доложены и обсуждены на 11 научно-практических конференциях, в том числе на 6 международных и 5 республиканских.

**Публикация результатов исследования.** По теме диссертации опубликовано всего 17 научных работ. В изданиях, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов докторских диссертаций, опубликовано 6 работ, в том числе 3 — в республиканских, 2 — в международных журналах, а также получен патент на “Полезную модель” (FAP 01771), выданный Агентством по интеллектуальной собственности при Министерстве юстиции Республики Узбекистан.

**Структура и объём диссертации.** Диссертация состоит из введения, четырёх глав, заключения и списка использованных источников. Общий объём диссертации составляет 117 страниц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении диссертации изложена актуальность темы исследования, сформулированы цель и задачи работы, определены объект и предмет исследования, показано соответствие темы приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан. Приведены сведения о научной новизне и практических результатах исследования, обоснована достоверность полученных данных, раскрыты теоретическая и практическая значимость достигнутых результатов, указаны сведения о внедрении, публикациях автора и структуре диссертации.

В первой главе диссертации, озаглавленной **«Физико-химические методы определения ионов кобальта(II) и никеля(II), а также их биологическое и производственное значение (Обзор литературы)»**, приведён анализ литературных данных, посвящённых значению кобальта и никеля в технологических процессах и промышленности, а также рассмотрены существующие физико-химические методы определения ионов кобальта(II) и никеля(II).

Результаты анализа определения ионов кобальта и никеля с использованием органических реагентов в различных объектах были систематизированы на основе существующей литературы. Отмечено, что азо- и нитрозосодержащие соединения, такие как ДМГ, 2-(5-метилпиридилазо)-2'-гидрокси-5'-метоксибензол, соль 2,4-динитроазонафтол-дисульфокислоты, 2-нитрозо-1-нафтол, образуют устойчивые комплексы с ионами кобальта(II) и никеля(II) и широко применяются в качестве высокочувствительных и селективных реагентов для их определения.

Во второй главе диссертации **«Приборы и методы исследования, использованные при вольтамперометрическом определении ионов кобальта(II) и никеля(II)»** приведены необходимые приборы и оборудование, электрохимические методы анализа, устройства, методики приготовления стандартных и рабочих растворов ионов кобальта(II), никеля(II) и органических реагентов, а также методы определения металлических ионов и оценки достоверности полученных результатов.

В третьей главе диссертации **«Выбор оптимальных условий и их анализ при определении ионов кобальта(II) и никеля(II) с использованием о-нитрозофенола и тропеолина 00 методами инверсионной и циклической вольтамперометрии»** представлены результаты квантово-химических расчетов использованием методов АИВ, ЦВА и ИК-спектроскопии. Описаны методы ионов анодной инверсионной вольтамперометрии (АИВ) при определении исследуемых реагентов, определены оптимальные условия для анализа ионов кобальта(II) и никеля(II), а также подтвержден механизм реакции с кобальта(II) с помощью графитового электрода, модифицированного тропеолином 00.

Приведены данные о влиянии концентрации ионов кобальта(II) и никеля(II) на аналитический сигнал, влиянии посторонних ионов на интенсивность аналитического сигнала, а также результаты применения разработанного метода для анализа искусственных смесей.

Изучено влияние объема фонового электролита и значения pH на циклические вольтамперограммы комплексов ионов кобальта(II) и никеля(II) с о-нитрозофенолом. С целью оценки электрохимического поведения молекулы о-нитрозофенола были зарегистрированы анодно-инверсионные вольтамперограммы в различных условиях фонового электролита (NaOAc, pH  $\approx$  5.1; HCl, pH  $\approx$  1.2; H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, pH  $\approx$  2; NH<sub>4</sub>Cl, pH  $\approx$  9; (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, pH  $\approx$  6; H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> + KNO<sub>3</sub>, pH  $\approx$  7.2; объем 2–5 мл каждого раствора) в отсутствие ионов металлов (Ni<sup>2+</sup> или Co<sup>2+</sup>). Результаты показали, что наибольший аналитический сигнал наблюдается при pH, близком к нейтральному, в частности, в ацетатном буфере.

Ниже проанализированы основные результаты, полученные в рамках третьей и четвертой глав, а также эффективность представленных методических подходов.

Вольтамперограммы о-нитрозофенола (о-НФ), а также его комплексов с ионами кобальта(II) и никеля(II) были зарегистрированы в 0.1 М ацетатном буфере при pH 5.0–6.5. Максимальный анодный ток наблюдался при pH 5.2. При pH 6.0–6.5 отмечалось заметное снижение сигнала, что объясняется переходом ионов кобальта и никеля в гидроксокомплексы. В экспериментах, проведенных с изменением объема фонового раствора, было установлено, что при 2.0 мл 0.10 М ацетатного буфера наблюдаются оптимальные значения анодного и катодного токов.

**Редокс-активность и электрохимическое поведение о-нитрозофенола были исследованы методом циклической вольтамперометрии:** Циклическая вольтамперометрия (ЦВА) является эффективным методом для анализа электрохимического поведения комплексообразующих систем, их редокс-активности, обратимости реакций и массопереноса, а также для определения таких важных параметров, как  $E_{1/2}$ ,  $n$  и  $D$ .<sup>2</sup> С этой целью были изучены фоновые растворы в 0,1 N HCl и в ацетатном буфере с pH 5,1.

В результате установлено, что в среде HCl электрохимический процесс о-НФ протекает слабо, наблюдается лишь незначительный пик восстановления, тогда как в ацетатном буфере фиксируются отчетливые пики восстановления и окисления, что указывает на оптимальность данной среды для о-НФ.

Для определения значения  $D$  был приготовлен раствор объемом 25 мл (2,0 мкМ о-НФ, 2,0 мл 0,1 М ацетатного буфера pH 5,2). Вольтамперограммы, зарегистрированные в потенциале 40–500 мВ при  $t_{\text{так}} = 10$  с и скорости

---

<sup>2</sup> Автор выражает искреннюю благодарность доктору химических наук, профессору Н. Х. Кутлимуратовой за научные советы, данные в процессе выполнения диссертационной работы.

сканирования 5–11 мВ/с, имели гладкий, воспроизводимый и линейный характер (рис. 1 а, б).

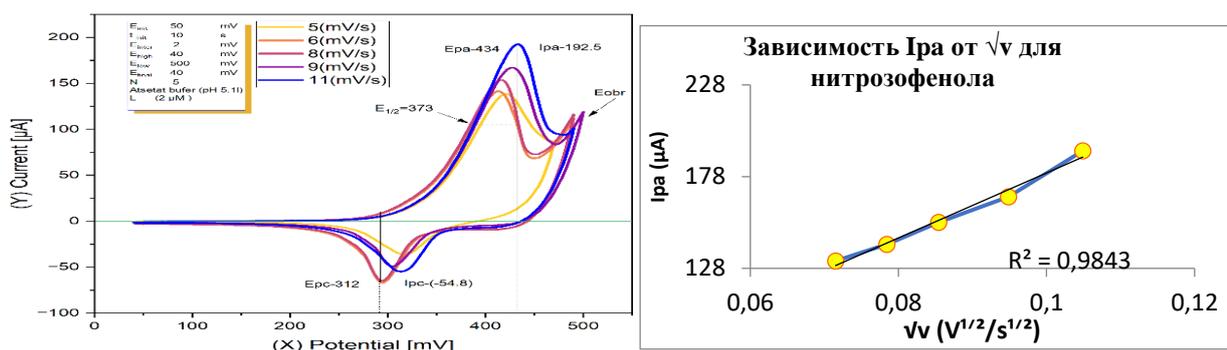


Рис. 1. а) Циклическая вольтамперограмма о-НФ; б) Зависимость  $I_{pa}$  от  $\sqrt{v}$ .

Таблица 1

Значения вольтамперограмм о-нитрозофенола при скорости сканирования 5–11 мВ/с

Скорость скан. (В/с)	$E_{pa}$ (В)	$E_{pc}$ (В)	$\Delta E_p$ (В)	$E_{1/2}$ (В)	$I_{pa}$ (мкА)	$I_{pc}$ (мкА)
0.005	0.422	0.320	0.102	0.371	138.0	-37.0
0.006	0.414	0.294	0.120	0.354	141.0	-67.0
0.008	0.416	0.294	0.122	0.355	153.0	-65.0
0.009	0.428	0.304	0.124	0.366	167.0	-50.0
0.011	0.434	0.314	0.120	0.374	192.0	-55.0

На основании данных таблицы 1 установлено, что потенциал полуволны о-НФ на рабочем электроде равен  $E_{1/2} = 0,374$  В. Значение  $E_{1/2}$  определяли как среднее арифметическое потенциалов анодного и катодного токовых сигналов по следующей формуле:

$$E_{1/2} = \frac{E_{pa} + E_{pc}}{2} \quad (1)$$

При этом:  $E_{pa}$  — потенциал анодного пика;

$E_{pc}$  — потенциал катодного пика.

Для определения коэффициента диффузии молекулы о-НФ использовалось уравнение Рандлса–Шевчика (уравнение 2):

$$I_p = (2.69 \times 10^5) n^{3/2} A C D^{1/2} v^{1/2} \quad (2)$$

Коэффициенты диффузии были рассчитаны при  $T = 293,15$  К,  $A = 0,277$  см<sup>2</sup>,  $n = 2$ ,  $C(\text{о-НФ}) = 2,0$  мкМ,  $v = 0,011$  мВ/с и составили:  $D_a = 1,83 \times 10^{-5}$  см<sup>2</sup>/с,  $D_k = 2,33 \times 10^{-6}$  см<sup>2</sup>/с.

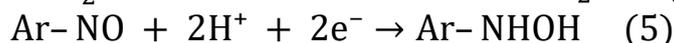
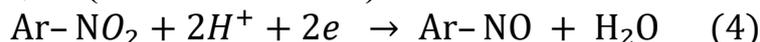
Полученные значения показывают, что анодный коэффициент диффузии значительно выше катодного, что указывает на то, что редокс-процесс носит диффузионно контролируемый и обратимый характер, а скорость окислительного процесса на рабочем электроде превышает скорость восстановления.

Данный процесс протекает по следующей схеме:

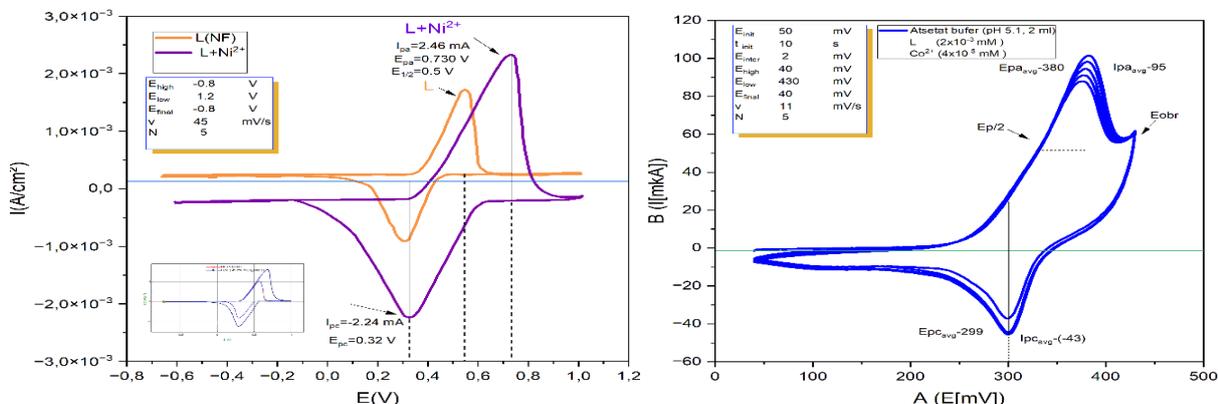
**Анодный процесс (окисление):**



### Катодный процесс (восстановление):



Редокс-характеристики, такие как  $E_p$ ,  $E_{pc}$ ,  $E_{1/2}$ , а также  $I_p$  и  $I_{pc}$ , для комплексов  $[\text{Ni}(\text{o-НФ})_2]$  и  $[\text{Co}(\text{o-НФ})_2]$ , образующихся при участии ионов металлов, были определены методом СВ (рис. 2 а и б).



**Рисунок 2.** Вольтамперограммы, полученные методом циклической вольтамперометрии (СВ), демонстрирующие редокс-активность комплексов  $[\text{Ni}(\text{L})_2]$  и  $[\text{Co}(\text{L})_2]$

**Таблица 2.**

Вольтамперометрические параметры редокс-процессов для о-нитрофенола и комплексов  $[\text{Ni}(\text{o-НФ})_2]$ ,  $[\text{Co}(\text{o-НФ})_2]$

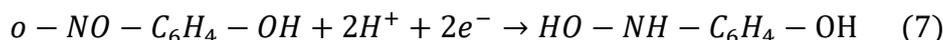
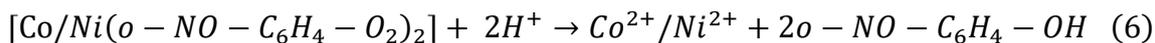
№	Параметр	Лиганд (о-НФ)	Комплекс $[\text{Ni}(\text{o-НФ})_2]$	Комплекс $[\text{Co}(\text{o-НФ})_2]$
1	$E_p$ (В)	0.434	0.730	0.384
2	$E_{pc}$ (В)	0.314	0.324	0.290
3	$E_{1/2}$ (В)	0.374	0.527	0.337
4	$I_p$ (μА)	192.0	99.9	95.00
5	$I_{pc}$ (μА)	-55.00	-22.40	-43.00

На основании данных таблицы 2 установлено, что потенциал полуволны для о-НФ составляет  $E_{1/2} = 0,374$  В, тогда как для комплекса  $[\text{Ni}(\text{o-НФ})_2]$  он смещается до  $E_{1/2} = 0,527$  В. Это указывает на то, что для протекания редокс-процесса требуется более высокая энергия, что свидетельствует о формировании комплекса.

Напротив, для комплекса  $[\text{Co}(\text{o-НФ})_2]$  значение потенциала полуволны снижается до  $E_{1/2} = 0,337$  В, что говорит о более высокой стабильности комплекса кобальта и наличии более лёгкого редокс-обмена. Кроме того, разность пиковых потенциалов  $\Delta E_p = (E_p - E_{pc})$  составляет: для о-НФ — 0,260 В, для  $[\text{Ni}(\text{o-НФ})_2]$  — 0,42 В, для  $[\text{Co}(\text{o-НФ})_2]$  — 0,08 В. Меньшее значение  $\Delta E_p$  для комплекса  $[\text{Co}(\text{o-НФ})_2]$  свидетельствует о более высокой степени обратимости редокс-процесса.

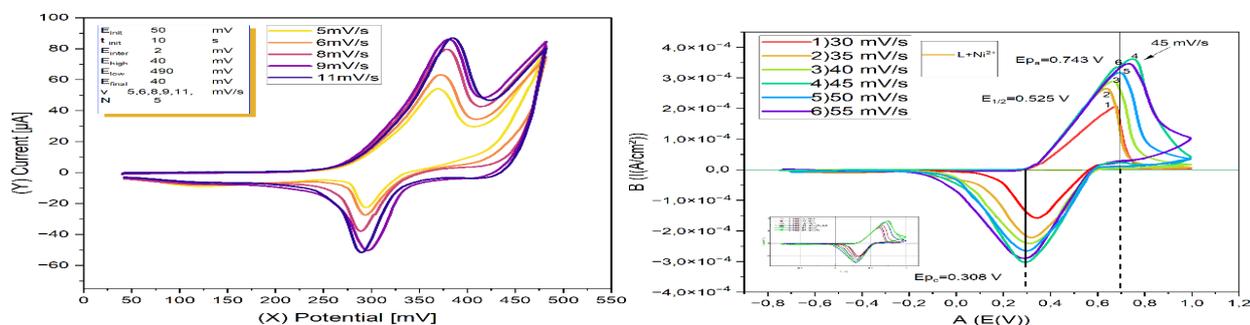
Восстановление координированного о-нитрозофенола до гидросиламина.

### Катодная реакция:



Наблюдаемые на вольтаммограммах редокс-изменения связаны исключительно с о-НФ и его координированной формой, что подтверждает, что значение полуволнового потенциала не связано с окислением кобальта и никеля.

Изучено влияние скорости сканирования на процесс комплексообразования ионов кобальта(II) и никеля(II) с о-нитрозофенолом. В электрохимических измерениях скорость изменения потенциала во времени — скорость сканирования ( $v$ , мВ/с) — оказывает существенное влияние на форму вольтамперограммы, величину пикового тока ( $I_p$ ), положение пика ( $E_p$ ), а также на его симметричность (рис. 3 а и б).



**Рисунок 3.** а) Влияние скорости сканирования потенциала на циклические вольтамперограммы комплекса кобальта(II) с о-НФ; б) Влияние скорости сканирования потенциала на циклические вольтамперограммы комплекса никеля(II) с о-НФ.

Для комплекса Co(II)–о-НФ в диапазоне 5–11 мВ/с анодный ток ( $I_{pa}$ ) линейно возрастал, а при скорости сканирования выше 11 мВ/с наблюдалось его снижение или замедление роста. Для комплекса Ni(II)–о-НФ при 30–45 мВ/с увеличение анодного и катодного токов свидетельствовало об эффективности процессов диффузии и адсорбции, тогда как при 50–55 мВ/с токовый сигнал уменьшался.

**Таблица 3**

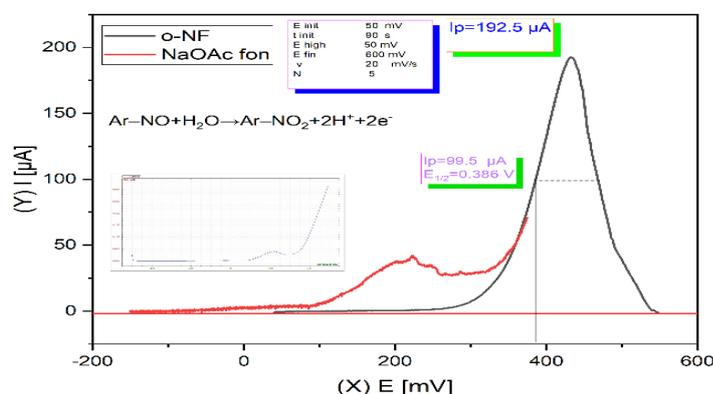
Анодные и катодные коэффициенты диффузии комплексов Co(II)–о-НФ и Ni(II)–о-НФ ( $T = 293,15 \text{ K}$ ,  $A = 0,277 \text{ cm}^2$ ,  $n = 2$ ,  $C = 0,040 \text{ мкМ}$ )

Комплекс	$D_a$ (средний) ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )	$D_k$ (средний) ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )
о-НФ	$1,83 \times 10^{-5}$	$2,33 \times 10^{-6}$
Co(II)–о-НФ	$9,79 \times 10^{-6}$	$5,48 \times 10^{-6}$
Ni(II)–о-НФ	$2,25 \times 10^{-6}$	$1,57 \times 10^{-6}$

Из таблицы видно, что значения коэффициента диффузии комплексов меньше, чем у лиганда, что объясняется увеличением размера частицы и снижением подвижности молекул в растворе в процессе комплексообразования. Количество электронов, участвующих в процессе образования комплексов кобальта(II) и никеля(II) с о-НФ, было определено

методом ЦВА. Расчёты по уравнениям Рэндлса–Шевчика и Лавирона показали, что в комплексах Ni(II)–о-НФ и Co(II)–о-НФ на поверхности электрода происходит двухэлектронный редокс-процесс, локализованный на металлическом центре.

**Определение ионов кобальта(II) и никеля(II) методом анодной инверсионной вольтамперометрии с использованием реагента о-нитрозофенола проводилось следующим образом:** в ацетатно-буферной (АцБ) среде без добавления о-НФ на вольтамперограмме практически не наблюдалось заметного токового сигнала, тогда как в присутствии о-НФ появился чёткий сигнал с полувольтным потенциалом  $E_{1/2} \approx 0.386$  В. Этот токовый сигнал указывает на способность молекул о-НФ адсорбироваться на поверхности электрода и впоследствии подвергаться анодному окислению.



**Рисунок 4.** Анодная инверсионная вольтамперограмма 0.1 М ацетатного буфера (pH 5.2) и о-НФ (2 µM).  $t_{\text{нак}} = 90$  с,  $E_{\text{нак}} = 50$  мВ,  $v = 20$  мВ/с

Максимальный ток сигнала составляет  $I_p = 192.5$  мкА, что подтверждает окисление молекул о-НФ на поверхности электрода. На основании экспериментальных данных полувольтной потенциал ( $E_{1/2}$ ) определяется следующим образом:

$$I_{1/2} = I_0 + \frac{I_p - I_0}{2} = 0 + \frac{192.5 - 0 \text{ мкА}}{2} = 99.5 \text{ мкА}, \quad (8)$$

Исходя из этого, полувольтной потенциал составил:

$$E_{1/2} \approx 0.386 \text{ В} \quad (9)$$

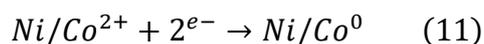
Наблюдаемый анодный пик указывает на окисление о-НФ через его редокс-активную фенольную группу.



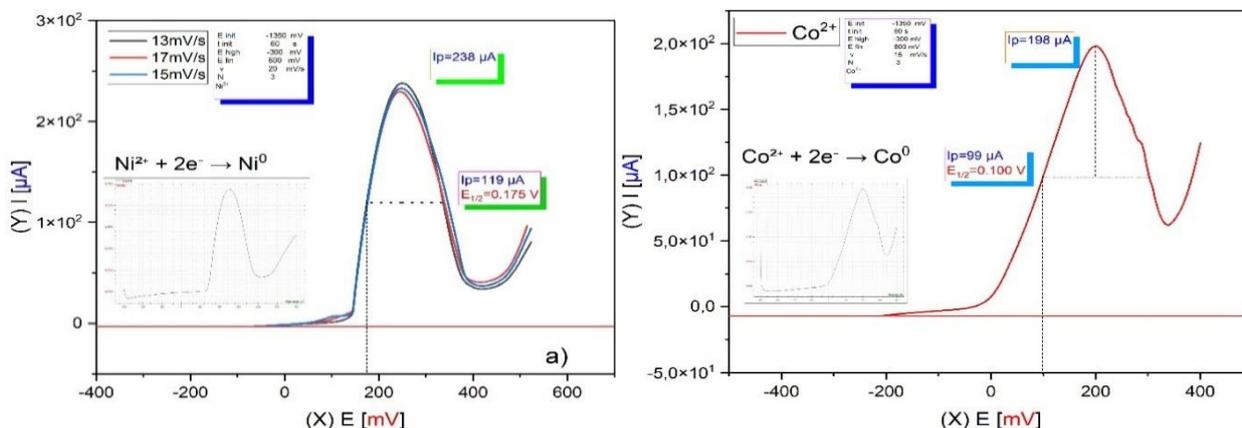
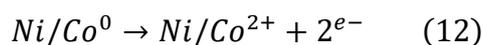
**Изучены анодно-инверсионные вольтамперометрические изменения ионов кобальта(II) и никеля(II) на поверхности модифицированного электрода Ag/HgAE:** для ионов никеля(II) анодный ток составил  $I_p \approx 119$  мкА, а полувольтной потенциал —  $E_{p1/2} \approx +0.175$  В. Для ионов кобальта(II) анодный ток равнялся  $I_p \approx 198$  мкА, а полувольтной потенциал —  $E_{p1/2} \approx +0.100$  В. Измерения проводились в диапазоне потенциалов от  $-300$  мВ до  $+600$  мВ при потенциале накопления  $-1350$  мВ и времени накопления 60 с. Скорость сканирования составляла 20 мВ/с для ионов никеля(II) и 15 мВ/с для ионов кобальта(II) (рис. 5 а, б).

Данный процесс протекает на основе следующих редокс-уравнений:

1-й этап. Катодный процесс – концентрирование (предварительное накопление):

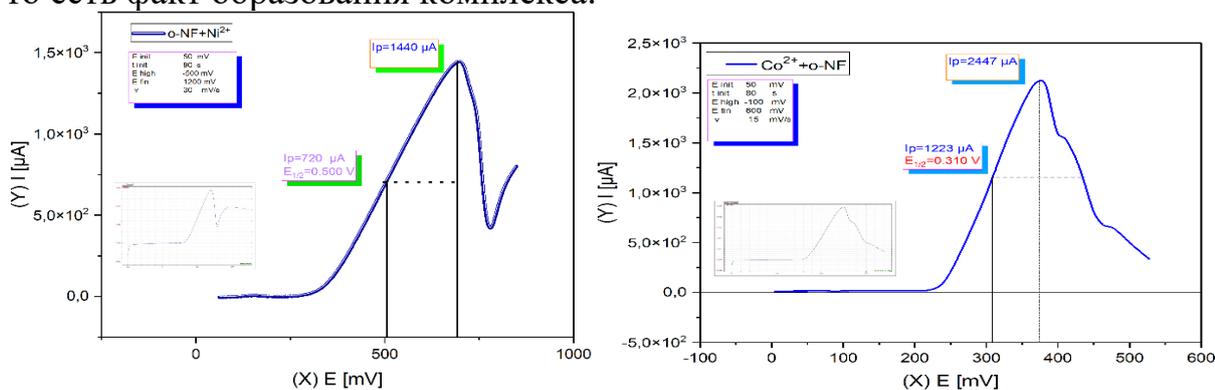


2-й этап. Анодный процесс – окисление (инверсия):



**Рисунок 5.** а) Инверсионные вольтамперограммы ионов никеля(II) и б) ионов кобальта(II) в 0.1 М ацетатном буферном растворе.

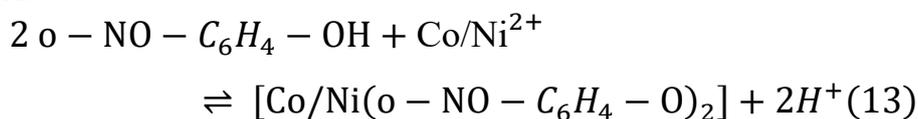
На модифицированной поверхности электрода Ag/HgAE были исследованы анодно-инверсионные вольтамперометрические изменения, происходящие при комплексообразовании ионов кобальта(II) и никеля(II) с о-нитрозфенолом. В вольтамперограммах смесей о-НФ и ионов Ni(II)/Co(II) в буферной среде наблюдались новые анодные пики или заметное смещение существующих пиков (рис. 6 а и б). Смещение потенциала пика (E<sub>p</sub>) в анодную сторону и увеличение интенсивности тока (I<sub>p</sub>) указывают на формирование редокс-активного комплекса. Это подтверждает возникновение координационной связи между ионом и лигандом на поверхности электрода, то есть факт образования комплекса.



**Рисунок 6.** а) Анодно-инверсионные вольтамперограммы комплекса Ni(II)–о-НФ и б) Co(II)–о-НФ.

Для обоих металлов E<sub>нак</sub> = 50 мВ; для комплекса Ni(II)–о-НФ t<sub>нак</sub> = 90 с, v = 30 мВ/с; для комплекса Co(II)–о-НФ t<sub>нак</sub> = 80 с, v = 15 мВ/с.

Данный процесс выражается следующим координационным уравнением:



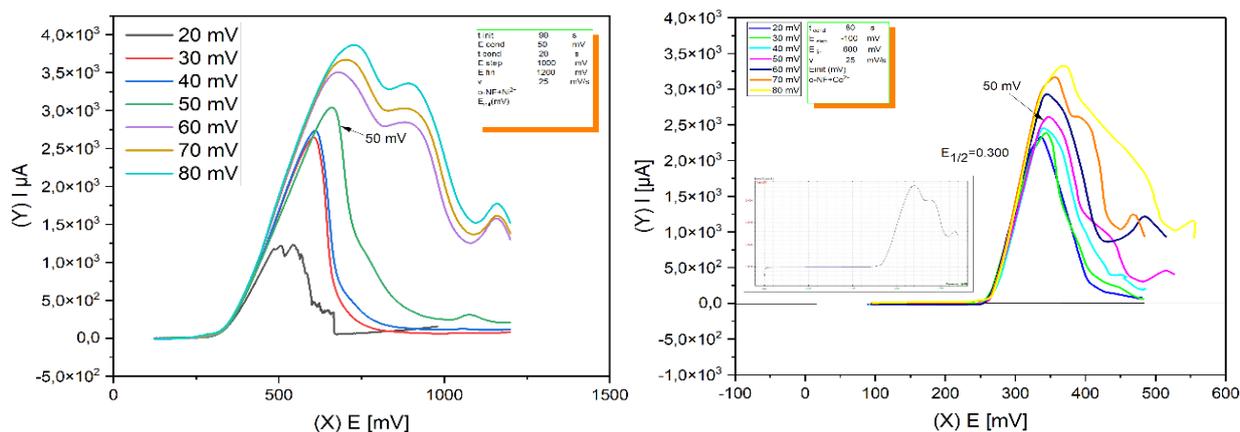
Ниже в таблице 4 приведены сравнительные вольтамперометрические параметры для четырёх случаев: фонового электролита, лиганда, ионов без лиганда и комплекса с лигандом.

**Таблица 4**

Вольтамперометрические характеристики о-нитрозофенола, ионов кобальта(II), никеля(II) и их комплексов

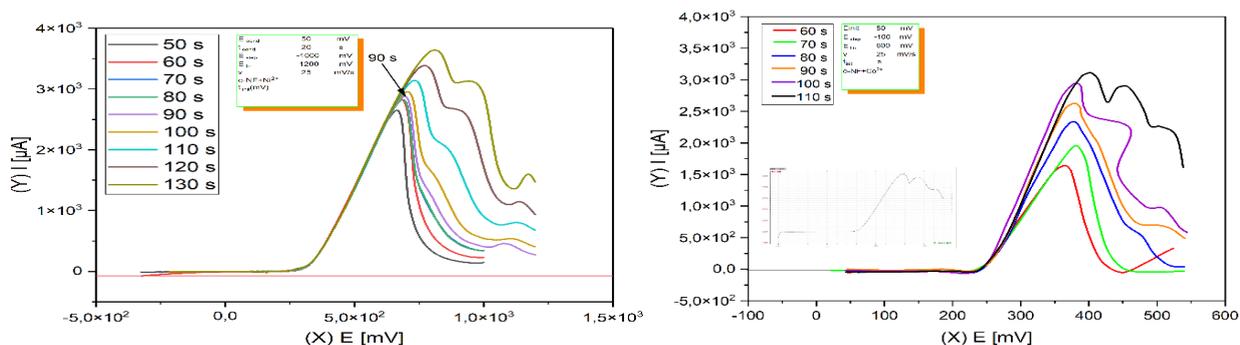
№	Состав раствора	$I_p$ (мкА)	$E_{1/2}$ (В)	$t_{нак}$ (с)	$E_{нак}$ (мВ)	$v$ (мВ/с)	Едиап (мВ)
1	0.1 М ацетатный буфер	40–50	—	90	50	25	-1000 ÷ +1000
2	о-Нитрозофенол	195	≈+0.386	90	50	25	-1000 ÷ +1000
3	Ион Ni(II)	119	≈+0.175	60	-1350	20	-300 ÷ +600
4	Ион Co(II)	198	≈+0.100	60	-1350	15	-300 ÷ +600
5	Комплекс о-НФ + Ni(II)	1440	≈+0.502	90	50	30	-500 ÷ +1200
6	Комплекс о-НФ + Co(II)	2447	≈+0.310	80	50	15	-100 ÷ +600

Было изучено влияние потенциала накопления при анодно-инверсионном вольтамперометрическом определении ионов кобальта(II) и никеля(II) с использованием о-нитрозофенола. Для комплексов Ni(II)–о-НФ и Co(II)–о-НФ в диапазоне потенциала накопления от 20 до 80 мВ были исследованы вольтамперометрические изменения (рис. 7 а, б).



**Рисунок 7.** а) Влияние потенциала накопления на анодно-инверсионные вольтамперограммы комплексов Ni(II)–о-НФ и б) Co(II)–о-НФ.

Для комплексов Ni(II)–о-НФ и Co(II)–о-НФ при  $E_{нак} = 50$  мВ наблюдались наиболее стабильные и чёткие вольтамперометрические пики. В этих условиях комплекс адсорбируется на поверхности электрода в достаточной степени, и редокс-процесс протекает полностью.



**Рисунок 8.** Влияние времени накопления ( $t_{\text{нак}}$ ) на сигнал анодно-инверсионной вольтамперометрии: а) комплекс Ni(II)–о-НФ; б) комплекс Co(II)–о-НФ.

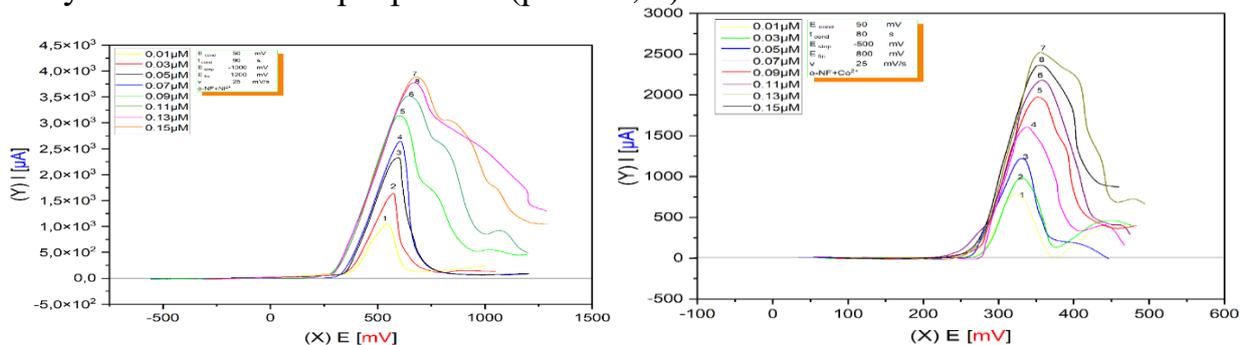
Было также изучено влияние времени накопления при анодно-инверсионном вольтамперометрическом определении ионов Co(II) и Ni(II) с использованием о-НФ: для комплекса Ni(II)–о-НФ оптимальным оказалось  $t_{\text{нак}} = 90$  с, а для Co(II)–о-НФ —  $t_{\text{нак}} = 80$  с. В этих условиях наблюдалась максимальная интенсивность сигнала и чёткая форма пика (рис. 8 а, б, табл.5).

**Таблица 5**

Анодно-инверсионные вольтамперометрические параметры комплексов Ni(II)–о-НФ и Co(II)–о-НФ, зарегистрированные в оптимальных условиях.

№	Параметр	Ni(II)–о-НФ	Co(II)–о-НФ
1	Потенциал накопления ( $E_{\text{нак}}$ ), мВ	+50	+50
2	Время накопления ( $t_{\text{нак}}$ ), с	90	80
3	Скорость сканирования ( $v$ ), мВ/с	25	25
4	Диапазон потенциалов, мВ	-500 ÷ +1200	-100 ÷ +600
5	Полуволновой потенциал ( $E_{1/2}$ ), В	+0.500	+0.300
6	Максимальный анодный ток ( $I_p$ ), мкА	2878	2447
7	Форма сигнала	Сигмоидальный	Сигмоидальный

Была оценена точность разработанного анодно-инверсионного метода определения ионов кобальта(II) и никеля(II): при изменении концентрации никеля(II) и кобальта(II) в диапазоне 0.010–0.150 мкМ были получены вольтамперограммы (рис.9 а, б).



**Рисунок 9.** а) Влияние концентрации ионов никеля(II) и б) кобальта(II) на интенсивность сигнала на инверсионной вольтамперограмме

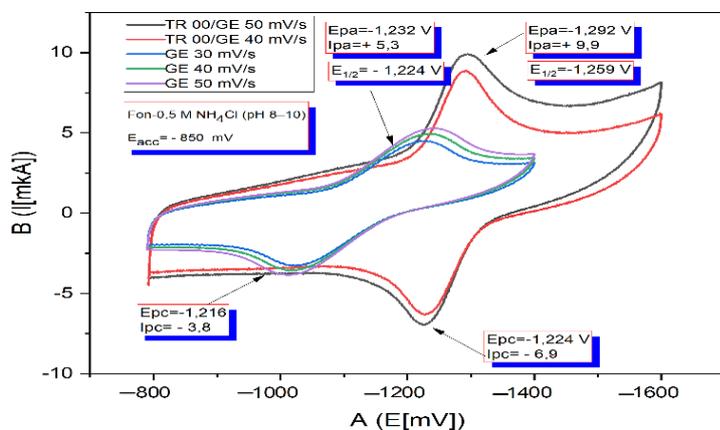
На рисунке 9 показана зависимость аналитического сигнала от концентрации ионов никеля(II) и кобальта(II) в диапазоне 0,01–0,130 мкМ. Коэффициенты корреляции составили соответственно  $R^2 = 0,9891$  и  $R^2 = 0,9928$ . Для никеля(II) предел обнаружения (LOD) равен  $1,43 \times 10^{-8}$  М, предел количественного определения (LOQ) —  $4,33 \times 10^{-8}$  М, тогда как для кобальта(II) значения LOD и LOQ составили соответственно  $4,19 \times 10^{-8}$  М и  $1,27 \times 10^{-7}$  М.

Было изучено влияние посторонних ионов на анодно-инверсионное вольтамперометрическое определение ионов кобальта(II) и никеля(II): В раствор общим объёмом 25 мл добавляли 2 мл 0,1 М ацетатного буферного

раствора (рН = 5,2), 2,0 мкМ раствора о-нитрозофенола, определяемые ионы металлов (никель(II) или кобальт(II)) и посторонние ионы металлов в заданных соотношениях. При сигнале 7,0 мкМ для ионов металлов погрешность составила  $\leq 5$  %. Установлено, что ионы  $Mn^{2+}$ ,  $V^{3+}$  и  $Cd^{2+}$  не мешают определению до соотношения 1:70, тогда как при наличии ионов  $Fe^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$  и  $Pb^{2+}$  наблюдалось заметное влияние при определённых соотношениях. Для устранения мешающего действия этих ионов и достижения пределов обнаружения применяли блокирующие реагенты — ЭДТА (0,1–0,5 мМ), аскорбиновую кислоту (0,5–2,0 мМ), тиогликолевую кислоту (ТГА, 0,1–1,0 мМ), а также щавелевую и тиосерную кислоты (0,5–3,0 мМ).

**Разработанный анодно-инверсионный вольтамперометрический метод был применён для определения ионов никеля(II) и кобальта(II) в составе искусственной смеси:** Измерения проводились методом АИВ в растворе общим объёмом 25,0 мл, содержащем 0,1 М ацетатный буфер (рН 5,2), 2,0 мкМ о-нитрозофенола, при потенциале накопления 50 мВ и времени накопления 80 с для кобальта(II) и 90 с для никеля(II). Согласно полученным результатам, среднее значение для никеля(II) составило 4,92 мкМ, для кобальта(II) — 4,94 мкМ; погрешность для обоих ионов не превышала  $\Delta X \leq 0,31$  мкМ, а относительное стандартное отклонение  $Sr < 0,055$ . Это свидетельствует о высокой точности, воспроизводимости и селективности разработанного метода.

**Ион кобальта(II) был определён вольтамперометрическим методом с использованием графитового электрода, модифицированного тропеолином 00 (TR 00):** Разработан метод анодно-инверсионного вольтамперометрического определения ионов кобальта(II) в водных растворах с применением графитового электрода, модифицированного тропеолином 00. Электрохимические свойства модифицированного электрода были изучены методом циклической вольтамперометрии (ЦВ) в диапазоне потенциалов от –800 до –1600 мВ (10-rasm).



**Рисунок 10.** Циклические вольтамперограммы модифицированного TR 00 и немодифицированного графитовых электродов при определении ионов кобальта(II)

Графитовый электрод, модифицированный TR 00, проявил высокую эффективность в редокс-процессах: полуволновой потенциал составил  $E_{1/2} = -1,259$  В, анодный пиковый ток  $I_{pa} = 9,9$  мкА и катодный пиковый ток  $I_{pc} = -$

6,9 мкА. Обычный графитовый электрод показал более низкие значения ( $E_{1/2} = -1,224$  В,  $I_{pa} = 5,3$  мкА,  $I_{rc} = -3,8$  мкА). Оптимальные условия составили: скорость сканирования  $v = 20-50$  мВ/с, потенциал накопления  $E_{нак} = -850$  мВ, время накопления  $t_{acc} = 300$  с, полувольтной потенциал  $E_{1/2} = -1,25$  В. В диапазоне концентраций 0,06–0,18 мкМ наблюдалась линейная зависимость ( $R^2 = 0,9813$ ). Предел обнаружения (LOD) составил  $5,03 \times 10^{-7}$  М, а предел количественного определения (LOQ) —  $1,77 \times 10^{-6}$  М. Полученные результаты подтвердили высокую чувствительность и воспроизводимость модифицированного электрода.

**В четвёртой главе диссертации под названием «Применение разработанных вольтамперометрических методов определения ионов кобальта(II) и никеля(II) для анализа природных объектов и промышленных материалов»** приведены результаты научного исследования, в результате установлено, что значения относительного стандартного отклонения составляют 0,048 и 0,043, что доказало чувствительность и избирательность разработанного вольтамперометрического метода и подтвердило его эффективность для быстрого и высокоточного определения и выделения ионов металлов из состава технологических отходов.

**Оценена конкурентоспособность разработанного вольтамперометрического метода определения ионов кобальта (II) и никеля (II):** статистический анализ, проведённый по критериям Стьюдента и Фишера, подтвердил достоверность методов АИВ и ИСП-АЭС. Результаты по критерию Стьюдента оказались значимыми при уровне доверия 95 %. По критерию Фишера значение  $F_{вычис} = 1,176$ , которое меньше  $F_{крит} = 6,39$ , свидетельствует об отсутствии различий между дисперсиями двух методов. Точность метода АИВ сопоставима с ИСП-АЭС, что полностью подтверждает его пригодность для практического применения. Методы АИВ и СВ на основе реагента о-НФ по скорости, точности и низкому пределу обнаружения не уступают существующим методикам и по ряду метрологических характеристик даже превосходят их.

## ВЫВОДЫ

1. Электрохимические превращения реагента о-нитрозофенола были исследованы методом циклической вольтамперометрии на электроде Ag/HgA в среде ацетатного буфера ( $pH = 5,2$ ). Установлено, что потенциал полувольты равен  $E_{1/2} = 0,374$  В, анодный ток  $I_{pa} = 192,0$  мкА, катодный ток  $I_{rc} = -55,0$  мкА. Реагент рекомендован в качестве электроактивного компонента для образования комплексов при определении ионов Co(II) и Ni(II).
2. Методом циклической вольтамперометрии изучено образование комплексов ионов Co(II) и Ni(II) с о-нитрозофенолом. При скорости сканирования  $v = 11$  мВ/с и времени накопления  $t_{acc} = 10$  с для комплекса  $[Co(o-НФ)_2]$  определены значения  $E_{1/2} = 0,337$  В,  $D_a = 9,79 \times 10^{-6}$  см<sup>2</sup>/с и  $D_k = 5,48 \times 10^{-5}$  см<sup>2</sup>/с. При  $v = 45$  мВ/с и  $t_{acc} = 10$  с для комплекса  $[Ni(o-НФ)_2]$  получены  $E_{1/2} = 0,525$  В,  $D_a = 2,25 \times 10^{-6}$  см<sup>2</sup>/с,  $D_k = 1,57 \times 10^{-6}$  см<sup>2</sup>/с. Анализ

результатов по уравнениям Рэндлса–Шевчика и Лавирона показал, что число электронов для обоих ионов равно  $n = 2$ . Значения коэффициентов диффузии свидетельствуют о большей стабильности комплекса  $\text{Co(II)}$  по сравнению с комплексом  $\text{Ni(II)}$ .

3. Методом анодной инверсионной вольтамперометрии (АИВ) с использованием электрода  $\text{Ag/HgA}$  площадью  $0,277 \text{ см}^2$  определены оптимальные условия образования комплексов ионов  $\text{Co(II)}$  и  $\text{Ni(II)}$  с о-нитрозофенолом: потенциал накопления для обоих металлов  $E_{\text{acc}} = +50 \text{ мВ}$ , время накопления для  $\text{Co(II)}$ -о-НФ  $t_{\text{acc}} = 80 \text{ с}$ , для  $\text{Ni(II)}$ -о-НФ  $t_{\text{acc}} = 90 \text{ с}$ . Увеличение интенсивности тока и формальные полуволновые потенциалы ( $E_{1/2} \approx +0,310 \text{ В}$  для  $\text{Co(II)}$ -о-НФ и  $E_{1/2} \approx +0,502 \text{ В}$  для  $\text{Ni(II)}$ -о-НФ) подтверждают образование комплексов металл–лиганд.

4. В методе АИВ на электроде  $\text{Ag/HgA}$  стабильные константы комплексов кобальта и никеля были рассчитаны по методу Бенеси–Хильдебранда. Установлено, что с увеличением радиуса иона стабильность уменьшается: для  $\text{Co(II)}$ -о-НФ  $K_f = 4,64$ , для  $\text{Ni(II)}$ -о-НФ  $K_f = 3,51$ . Эти результаты подтверждаются ИК-спектрами: колебания группы  $-\text{NO}$  ( $\Delta\nu = 1047$ ) смещаются в область  $\nu = 1033\text{--}1039 \text{ см}^{-1}$ , а полосы колебаний связей  $\text{Co-O}$  и  $\text{Ni-O}$  проявляются соответственно при  $\nu = 577 \text{ см}^{-1}$  и  $\nu = 578 \text{ см}^{-1}$ .

5. С использованием разработанного метода АИВ на электроде  $\text{Ag/HgA}$  в присутствии о-нитрозофенола для ионов  $\text{Ni(II)}$  получены следующие аналитические параметры: коэффициент корреляции  $R^2 = 0,9891$ , предел обнаружения (LOD) =  $1,43 \times 10^{-8} \text{ М}$  (0,84 мкг/л), предел количественного определения (LOQ) =  $4,33 \times 10^{-8} \text{ М}$  (2,56 мкг/л). Для ионов  $\text{Co(II)}$  значения составили  $R^2 = 0,9928$ , LOD =  $4,19 \times 10^{-8} \text{ М}$  (2,48 мкг/л), LOQ =  $1,27 \times 10^{-7} \text{ М}$  (7,48 мкг/л). Подтверждены высокая чувствительность, точность и воспроизводимость метода.

6. Разработан метод определения ионов  $\text{Co(II)}$  с использованием графитового электрода, модифицированного тропеолином 00 (TR00/GE), по методу АИВ. При оптимальных условиях ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{pH} = 8\text{--}10$ ,  $E_{\text{acc}} = 0,85 \text{ мВ}$ ,  $t_{\text{acc}} = 300 \text{ с}$ ,  $\nu = 50 \text{ мВ/с}$ ,  $E_{1/2} = -1,25 \pm 0,01 \text{ В}$ ) предел обнаружения составил LOD =  $5,03 \times 10^{-7} \text{ М}$  (3,67 мкг/л), а предел количественного определения — LOQ =  $1,77 \times 10^{-6} \text{ М}$  (9,54 мкг/л). Установлено, что по сравнению с методом АИВ на электроде  $\text{Ag/HgA}$  чувствительность и селективность данного метода ниже в 35,3 раза.

7. Разработанные новые вольтамперометрические методы определения ионов  $\text{Co(II)}$  и  $\text{Ni(II)}$  с использованием реагентов о-нитрозофенола и тропеолина 00 были апробированы в аналитических лабораториях АО «Навоийский горно-металлургический комбинат» и АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат» и рекомендованы для анализа объектов, содержащих ионы кобальта(II) и никеля(II).

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

---

**JIZZAKH STATE PEDAGOGICAL UNIVERSITY**

**KARABAYEVA GULNORA BEGMUROTOVNA**

**“DEVELOPMENT OF VOLTAMPEROMETRIC METHODS FOR THE  
DETERMINATION OF Co(II) AND Ni(II) IONS USING  
NITROSOPHENOL AND TROPAEOLIN 00”**

**02.00.02 – Analytical chemistry**

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

**Tashkent – 2025**

**The title of the dissertation of Doctor of Philosophy (PhD) has been registered by the Supreme Attestation Commission at the Ministry of Higher Education, Science and Innovation of the Republic of Uzbekistan with registration number of B2025.3.PhD/K628**

The dissertation has been carried out at the Jizzakh state pedagogical university

The abstract of dissertation in three languages (Uzbek, Russian, English (resume)) is available on the website at [www.ik-kimyو.nuu.uz](http://www.ik-kimyو.nuu.uz) and on the website of «Ziyonet» information-educational portal [www.ziyonet.uz](http://www.ziyonet.uz).

**Scientific supervisor:** **Yaxshiyeva Zuxra Ziyatovna**  
Doctor of chemical science, professor

**Official opponents:** **Abdurakhmanov Ergashboy**  
Doctor of chemical sciences, professor

**Ziyayev Dilshod Abdullayevich**  
Doctor of chemical sciences, dotsent

**Leading organization:** **Tashkent institute of chemical technology**

The defense of the dissertation will take place on «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2025 at «\_\_\_» o'clock at a meeting of Scientific council DSc. 03/30.12.2019.K.01.03 at the National university of Uzbekistan (Address: 100174, Tashkent, University str. 4. Tel.: (+99871) 227-12-24, faks: (+99824) 246-02-24; E-mail: [ilmiy\\_kengash@nuu.uz](mailto:ilmiy_kengash@nuu.uz) ).

The dissertation can be reviewed at the Informational Resource Centre of the National University of Uzbekistan (registration number \_\_\_\_\_) (Address: 100174, Tashkent, University str., 4. Ph.: (99871)227-12-24; fax: (99871)246-02-24.

The abstract of the dissertation has been distributed on «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2025

Protocol at the register № \_\_\_\_\_ dated «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2025

**Z.A. Smanova,**  
Chairman of Scientific Council for  
awarding of scientific degrees,  
Doctor of Chemical Sciences, Professor

**N.Kh. Qutlimurotova,**  
Scientific Secretary of Scientific Council  
on award of scientific degrees,  
Doctor of Chemical Sciences, Professor

**B.N Babaev,**  
Chairman of Scientific Seminar under Scientific  
Council for awarding the scientific degrees,  
Doctor of Chemical Sciences, Professor

## DEVELOPMENT OF VOLTAMPEROMETRIC METHODS FOR THE DETERMINATION OF Co(II) AND Ni(II) IONS USING NITROSOPHENOL AND TROPAEOLIN 00

**The aim of the study.** The aim of the study is to develop voltammetric methods for the determination of cobalt(II) and nickel(II) ions using nitrosophenol and tropaeolin 00.

**The objectives of the research are as follows:**

-to determine the electrochemical properties of the reagents o-nitrosophenol (o-NF) and tropaeolin 00 (TR 00), including half-wave potential, the number of electrons involved in the redox process, diffusion coefficient, the type of electrochemical reaction (reversible, irreversible, or quasi-reversible), and the influence of the supporting electrolyte;

-to select the optimal conditions for the electrochemical determination of cobalt(II) and nickel(II) ions using o-NF and TR 00 reagents;

-to identify the mechanism and type of the process occurring on the electrode surface;

-to evaluate the accuracy of the developed methods for determining cobalt(II) and nickel(II) ions by cyclic voltammetry (CV) and anodic stripping voltammetry (ASV);

-to determine the selectivity of the developed methods for cobalt(II) and nickel(II) ion determination and to mask interfering ions;

-to determine cobalt(II) ions by anodic stripping voltammetry (ASV) using a graphite electrode modified with TR 00 (TR 00/GE) and compare the results with those obtained using a silver–mercury amalgam electrode (Ag/HgAE);

-to apply the developed methods for the analysis of technological and natural samples and to evaluate their competitiveness with other analytical techniques.

**Object of the study.** Solutions containing cobalt(II) and nickel(II) ions, as well as technological wastewater and natural water samples generated from industrial production processes.

**Subject of the study.** The complex formation of cobalt(II) and nickel(II) ions with o-nitrosophenol (o-NF) and Tropaeolin 00 (TR 00) reagents, and the investigation of this process using electrochemical methods, particularly cyclic voltammetry (CV) and anodic stripping voltammetry (ASV).

**Research methods.** Anodic stripping voltammetry (ASV) and cyclic voltammetry (CV) methods were employed for the electrochemical analysis of cobalt(II) and nickel(II) ions. In addition, infrared (IR) spectroscopy and quantum-chemical calculation methods were used to determine the structure and study the properties of the complexes.

**The scientific novelty of the research is as follows:**

-for the first time, the electrochemical behavior of o-nitrosophenol on a silver–mercury amalgam electrode (Ag/HgAE) was studied by cyclic voltammetry in

acetate buffer medium (pH 5.2). The half-wave potential was determined as  $E_{1/2} = 0.374$  V, with anodic and cathodic diffusion coefficients of  $1.83 \times 10^{-5}$  cm<sup>2</sup>/s and  $2.33 \times 10^{-6}$  cm<sup>2</sup>/s, respectively. These results demonstrate that the oxidation process occurs at a high rate;

-using cyclic voltammetry, the half-wave potentials for the complex formation of o-nitrosophenol with cobalt(II) and nickel(II) ions were determined to be  $E_{1/2} = 0.337$  V and  $0.525$  V, respectively. Based on the Randles–Shevchik and Laviron equations, it was established that two electrons ( $n = 2$ ) participate in the redox processes of both complexes on the Ag/HgA electrode surface;

-the diffusion coefficients of the anodic and cathodic processes for Co(II)–o-NF and Ni(II)–o-NF complexes were found to decrease relative to that of free o-nitrosophenol ( $D_a$ : Co –46%, Ni –87.7%;  $D_k$ : Co +135%, Ni –32.6%). The appearance of O–Me vibrational bands at  $\nu = 577$ – $578$  cm<sup>-1</sup> in the IR spectra confirmed the formation of coordination bonds and complexation on the electrode surface;

-by anodic stripping voltammetry (ASV) using an Ag/HgA electrode, the stability constants ( $K_f$ ) of cobalt(II) and nickel(II) complexes were calculated using the Benesi–Hildebrand method, yielding  $K_f = 4.64$  for Co(II)–o-NF and  $K_f = 3.51$  for Ni(II)–o-NF. The observed decrease in stability constants correlated with the increase in ionic radius, confirming that both complexes are sufficiently stable and suitable for voltammetric analysis;

-the developed anodic stripping voltammetric method for determining Co(II) and Ni(II) ions in the presence of o-nitrosophenol on the Ag/HgA electrode showed high accuracy and sensitivity, with correlation coefficients close to 1. The limits of detection (LOD) and quantification (LOQ) were found to be: for Ni(II): LOD =  $1.43 \times 10^{-8}$  M (0.84 mkg/L) and LOQ =  $4.33 \times 10^{-8}$  M (2.56 mkg/L), for Co(II): LOD =  $4.19 \times 10^{-8}$  M (2.48 mkg/L) and LOQ =  $1.27 \times 10^{-7}$  M (7.48 mkg/L);

-comparison of the ASV and CV results with data obtained by atomic absorption spectroscopy (AAS) and ICP-AES showed, according to Student's t-test and Fisher's criterion, that the calculated values were below the critical ones ( $t_{cal} < t_{krit}$ ;  $F_{cal} = 1.176 < F_{krit} = 6.39$ ), confirming the absence of systematic errors and the reliability of the developed methods;

-the optimal conditions for determining Co(II) ions by ASV using a tropaeolin 00-modified graphite electrode (TR 00/GE) were established as follows: in ammonium chloride medium (pH 8–10), potential range  $-0.80 \div -1.40$  V, scan rate 50 mV/s, and half-wave potential  $E_{1/2} = -1.25 \pm 0.01$  V. The developed method achieved an LOD =  $5.03 \times 10^{-7}$  M (3.67 mkg/L) and LOQ =  $1.77 \times 10^{-6}$  M (9.54 mkg/L), which is 35.3 times lower than that obtained with the Ag/HgA electrode, demonstrating its superior sensitivity.

**Scientific and practical significance of the research results.** The scientific significance of the research lies in establishing the optimal conditions for determining cobalt(II) and nickel(II) ions using o-nitrosophenol (o-NF) and tropaeolin 00 (TR-00) reagents by cyclic voltammetry (CV) and anodic stripping

voltammetry (ASV) methods. Half-wave potential values, the number of electrons involved in the redox process, diffusion coefficients, and the linear relationship between the anodic current ( $I_{pa}$ ) and the square root of the potential scan rate ( $\sqrt{v}$ ) were determined. Based on these data, the electrochemical reactions were shown to possess a quasi-reversible nature. Moreover, the influence of foreign ions was effectively minimized, significantly improving the analytical and metrological parameters of the proposed methods.

The **practical significance** of the research is that the developed CV and ASV methods enable fast, inexpensive, and highly accurate determination of cobalt(II) and nickel(II) ions in natural and industrial samples. The proposed approach has practical importance for detecting trace amounts of heavy metals in the technogenic environments of the Almalyk mining and metallurgical complex, the Navoi mining and metallurgical and the Aydar–Arnasay lake system.

**Implementation of the research results.** Based on the research conducted to develop voltammetric methods for the determination of Co(II) and Ni(II) ions using nitrosophenol and tropaeolin 00:

The anodic stripping voltammetric method for determining cobalt(II) and nickel(II) ions using o-nitrosophenol has been implemented in the laboratory practice of the Zinc plant of the “Almalyk mining and metallurgical complex” JSC (according to Reference №. SL-823, dated September 24, 2025). As a result, the microquantities of Co(II) and Ni(II) ions were determined in technological water samples.

The voltammetric methods for determining Co(II) and Ni(II) ions using o-nitrosophenol and tropaeolin 00 reagents have been tested and implemented in the central research laboratory of the “Navoi mining and metallurgical complex” JSC (according to Reference №. 02-07/02/10523, dated October 10, 2025). As a result, the methods demonstrated high selectivity, rapidity, simplicity, and reliable results with correlation coefficients close to 1 even at low concentrations of Co(II) and Ni(II) ions in technological waters.

**Approbation of the research results.** The research findings were presented and discussed at 11 scientific-practical conferences, including 6 international and 5 national conferences.

**Publications of the research results.** A total of 17 scientific papers have been published on the dissertation topic. Six of them were published in journals recommended by the Higher Attestation Commission (HAC) of the Republic of Uzbekistan for the publication of main scientific results of doctoral dissertations, including 3 in national and 2 in international journals. In addition, a patent for a utility model (FAP 01771) was obtained from the Intellectual Property Agency under the Ministry of Justice of the Republic of Uzbekistan.

**Structure and volume of the dissertation.** The dissertation consists of an introduction, four chapters, a conclusion, and a list of references. The total volume of the dissertation is 117 pages.

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

**I bo'lim (I часть; part I)**

1. Qutlimurotova N.H., Yaxshiyeva Z.Z., Karabayeva G.B., Qutlimurotova R.H. Suvli eritmalarda kobaltni voltamperometriya usulida aniqlash // O'zbekiston Respublikasi Adliya vazirligi. – Foydali model PATENTI № FAP 2630. – Toshkent: 27.12.2024. – URL: <https://im.adliya.uz/>
2. Karabayeva G., Yaxshiyeva Z., Qutlimurotova N. Co(II) ionlarini tropeolin bilan modifikatsiyalangan elektrod yordamida inversion-voltamprometrik aniqlash usulini ishlab chiqish // O'zMU Xabarlar. – 2023. – № 3/2. – B. 273–277. – ISSN 2181-7324. – URL: [https://journals.nuu.uz\(02.00.00. №12\)](https://journals.nuu.uz(02.00.00. №12)
3. Karabayeva G.B., Yaxshiyeva Z.Z., Qutlimurotova N.H., Xo'jaqulov D.A. Инверсионно-вольтамперометрическое обнаружение иона кобальта (II) модифицированным графитовым электродом // O'zbekiston Kimyo Jurnal. – 2025. – № 1. – B. 111–124. – ISSN 0042-1707. – URL: [https://uzchemj.uz/uz\(02.00.00. № 6\)](https://uzchemj.uz/uz(02.00.00. № 6))
4. Karabayeva G.B., Qutlimurotova N.H., Yaxshiyeva Z.Z. Nikel (II) ionini o-nitrozofenol yordamida inversion voltamperometrik aniqlash // O'zMU Xabarlar. – 2023. – № 3/2. – 10 b. 47–50. ISSN 2181-7324. – URL: [https://journals.nuu.uz\(02.00.00. № 12\)](https://journals.nuu.uz(02.00.00. № 12))
5. Karabayeva G.B., Qutlimurotova N.H., Yaxshiyeva Z.Z., Mahmudoliev S.B. Определение ионов Ni(II) методом циклической вольтамперометрии с использованием о-нитрозофенола // Universum: химия и биология. – 2025. – № 8/134. – B. 23–33. — ISSN 2311–5459 – DOI:<https://doi.org/10.32743/UniChem.2025.134.8.20636>(02.00.00 № 1)
6. Karabayeva G.B., Qutlimurotova N.X., Yaxshiyeva Z.Z., Qutlimurotova R.X., Atakulova Nargiza., Tursunqulov J. Development of a cyclic voltammetric method for the determination of cobalt(II) ions using o-nitrosophenol // International Journal of Analytical Chemistry –2025, 6675527, 19 pages, 2025. <https://doi.org/10.1155/ianc/6675527> (SCOPUS Q3)

**II bo'lim(II часть; part II)**

7. Karabayeva G.B., Qutlimurotova N.X., Yaxshiyeva Z.Z. Oqava suvlar tarkibidagi Co(II) va Ni(II) ionlarini voltamperometrik aniqlashda organik azo birikmalardan foydalanish // Respublika ilmiy-amaliy anjumani “Suv resurslari va gidrotexnika inshootlaridagi muammolar va ularning yechimlari”. – Qarshi, 15–16 mart, 2023. – B. 638–639.
8. Karabayeva G.B., Yaxshiyeva Z.Z., Qutlimurotova N.X., Jo'rayev X.B. Kobalt (II) ionini elektrokimyoviy aniqlash usullarining ahamiyati // Respublika ilmiy-amaliy konferensiyasi 'Nodir va noyob metallar kimyosi va texnologiyasi: bugungi holati, muammolari va istiqbollari'. – Termiz, 28–29 aprel, 2023. – B. 200–201.

9. Karabayeva G.B., Yaxshiyeva Z.Z., Qutlimurotova N.H. Разработка метода вольтамперометрического определения иона Co(II) с модифицированным углеродным электродом из метил-4-амино-2-метокси-5-нитробензоата // International Scientific Conference of Students and Young Scientists 'Farabi Alemi – 2024'. – Almaty, Kazakhstan, 4–6 aprel, 2024. – B. 223.
10. Karabayeva G.B., Yaxshiyeva Z.Z., Qutlimurotova N.X., Jo‘rayev X.B. Co(II) ionini metil 4-amino 2-metoksi-5-nitrobenzoatning modifikatsiyalangan uglerod elektrodi bilan voltamperometrik aniqlash usulini ishlab chiqish // International Scientific and Practical Conference 'Current Problems and Innovative Technologies in the Field of Natural Sciences'. – Toshkent, 4–5 aprel, 2024. – B. 405.
11. Karabayeva G.B., Yaxshiyeva Z.Z. Ni(II) ionini organik birikmalar bilan modifikatsiyalangan uglerod elektrodi yordamida inversion voltamperometriya usulida aniqlash // Respublika ilmiy-amaliy konferensiyasi “Kompozitsion, korroziyaga qarshi va qurilish materiallarini innovatsion texnologiyalari”. – Jizzax, 26 aprel, 2024. – B. 235–237.
12. Karabayeva G.B., Yaxshiyeva Z.Z., Qutlimurotova N.X. Kobalt(II) ionini inversion-voltamperometrik aniqlash // Respublika ilmiy-amaliy anjumani “Barqaror rivojlanishda kimyo fanining roli”. – Toshkent, 21–22 may, 2024. – B. 167–169.
13. Karabayeva G.B., Yaxshiyeva Z.Z., Qutlimurotova N.X. Co(II) ionini o-nitrozafenol bilan siklik-voltamperometrik o‘rganishda fon elektrolitning optimal pH ko‘rsatkichini aniqlash // I xalqaro ilmiy-texnik konferensiya 'Роль коллоидной химии в нефтегазопереработке и экологии'. – Toshkent, 10–11 oktyabr, 2024.
14. Karabayeva G.B., Yaxshiyeva Z.Z., Qutlimurotova N.X. Инверсионно-вольтамперометрическое определение ионов Co(II): влияние нитрозофенола // International Scientific Conference 'Farabi Alemi'. – Almaty, Kazakhstan, 3–5 aprel, 2025. – B. 380–381.
15. Karabayeva G.B., Qutlimurotova N.H., Yaxshiyeva Z.Z. Nikel (II) ionini siklik-voltamperometrik aniqlashda fon elektrolitlarning ta’siri // Xalqaro konferensiya “Kimyo fanining muammolari, sanoat sohalariga tatbiqi va yashil texnologiyalar”. – Namangan, 18–19 aprel, 2024. – B. 737–740.
16. Karabayeva G.B., Qutlimurotova N.X., Yaxshiyeva Z.Z. The influence of foreign ions on the determination of Co(II) ions using stripping voltammetry // Scientific Conference 'Advanced Science and Technology'. – Toshkent, 22–23 aprel, 2025. – B. 86–87.
17. Karabayeva G.B., Yaxshiyeva Z.Z., Qutlimurotova N.X., Atakulova N. Влияние нитрозофенола на циклическо-вольтамперометрическое определение ионов Ni(II) // Международная научно-техническая конференция “Достижения молодых ученых: химические науки”. – Ufa, Rossiya, 22–23 may, 2025. – B. 177–178.



№ 10-3279

Bosishga ruxsat etildi: 02.12.2025.  
Bichimi: 60x84 <sup>1/16</sup> «Times New Roman»  
garniturada raqamli bosma usulda bosildi.  
Shartli bosma tabog‘i 3. Adadi 100. Buyurtma: № 196  
Tel: (99) 832 99 79; (77) 300 99 09  
Guvohnoma reestr № 10-3279  
“IMPRESS MEDIA” MChJ bosmaxonasida chop etildi.  
Manzil: Toshkent sh., Yakkasaroy tumani, Qushbegi ko‘chasi, 6-uy.