

**ТОШКЕНТ-КИМЁ ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ DSc.28.03.2018.К/Т.04.02
РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ

МАДУСМАНОВА НАЗИРА КУЧКАРБАЕВНА

**ИММОБИЛЛАНГАН ЯНГИ НИТРОЗО БИРИКМАЛАР
ҲОСИЛАЛАРИ БИЛАН ТЕМИР(II) ИОНЛАРИНИ АНИҚЛАШНИНГ
СОРБЦИОН-СПЕКТРОСКОПИК УСУЛЛАРИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ**

02.00.02 -Аналитик кимё

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

Тошкент – 2019

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси автореферати мундарижаси

Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)

Contents of dissertation abstract of doctor of philosophy (PhD)

Мадусманова Назира Кучкарбаевна

Иммобилланган янги нитрозо бирикмалар ҳосилалари билан темир (II) ионларини аниқлашнинг сорбцион-спектроскопик усулларини ишлаб чиқиш..... 3

Мадусманова Назира Кучкарбаевна

Разработка сорбционно-спектроскопических методов определения ионов железа (II) новыми иммобилизованными производными нитрозосоединений..... 23

Madusmanova Nazira Kuchkarbayevna

Development of sorption spectroscopic methods for iron (II) ions by new immobilized derivatives of nitroso compounds..... 43

Эълон килинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works..... 46

**ТОШКЕНТ-КИМЁ ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ
ИЛМЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ DSc.28.03.2018.К/Т.04.02
РАҚАМЛИ ИЛМЙ КЕНГАШ**

ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ

МАДУСМАНОВА НАЗИРА КУЧКАРБАЕВНА

**ИММОБИЛЛАНГАН ЯНГИ НИТРОЗО БИРИКМАЛАР
ҲОСИЛАЛАРИ БИЛАН ТЕМИР(II) ИОНЛАРИНИ АНИҚЛАШНИНГ
СОБЦИОН-СПЕКТРОСКОПИК УСУЛЛАРИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ**

02.00.02 -Аналитик кимё

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

Тошкент – 2019

Техника фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси хузуридаги Олий аттестация комиссиясида В.2018.4.PhD/Т./850 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация Ўзбекистон Миллий университетидида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифасида www.tkti.uz манзилига ҳамда «ZiyoNET» ахборот-таълим порталида (www.ziyounet.uz) жойлаштирилган.

Илмий раҳбар:

Сманова Зулайхо Асаналиевна
кимё фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар:

Салиханова Дилноза Саидакбаровна
техника фанлари доктори, бош илмий ходим

Султонов Марат Мирзаевич
кимё фанлари номзоди, доцент

Етакчи ташкилот:

Тошкент тўқимачилик ва енгил саноат институти

Диссертация химояси Тошкент кимё-технология институти хузуридаги DSc.28.03.2018.К/Т.04.02 рақамли Илмий кенгашнинг «_____» _____ 2019 йил соат _____ даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 100011, Тошкент шаҳри, Навоий кўч.32. Тел: (99871) 244-79-20, Факс: (99871) 244-79-17. e-mail: info@tkti.uz).

Диссертация билан Тошкент кимё-технология институтининг Ахборот ресурс марказида танишиш мумкин. (№_____-рақами билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100011, Тошкент шаҳри, Навоий кўч, 32. Тел: (99871) 244-79-20.

Диссертация автореферати «_____» _____ 2019 йил да тарқатилган.
(2019 йил «_____» _____ даги №_____ рақамли реестр баённомаси).

Ш.А.Муталов

Илмий даражалар берувчи
Илмий кенгаш раиси, к.ф.д., профессор

Х.Л.Пулатов

Илмий даражалар берувчи
Илмий кенгаш котиби, т.ф.н., доцент

А.С.Сидиков

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

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурияти. Дунё микёсида саноат технологиясини ривожланиши билан улардан чиқаётган оқава сувлар таркибида оғир ва захарли металлларни миқдори ортиб бормоқда. Оғир ва захарли металлларни оқава сувлардан тозалашда сорбентларни аҳамияти каттадир. Аммо ишлаб чиқарилаётган бундай сорбентларга органик реагентларни иммобилланиши кам ўрганилган. Сорбентларга органик реагентларни иммобиллаш бир вақтнинг ўзида аниқлаш, концентрлаш ҳамда ажратиш олиш имконини беради. Экологик жиҳатдан ҳавфсизлиги, таннархининг пастлиги, қўлланилиши қулайлиги ва кўп марталик регенерация қилиш имкониятининг мавжудлиги туфайли сорбцион материалларга қизиқиш тобора ортиб бормоқда. Шунинг учун бундай органик реагентларни иммобилланган сорбентлар ёрдамида оғир металлларни аниқлаш ва ажратиш усулларини ишлаб чиқиш бугунги кунда кенг имкониятларни очиб беради.

Жаҳонда атроф-муҳитни асосий ифлослантирувчилари бўлган оғир металлларни аниқлашда ва уларнинг мониторингини олиб боришда сорбентларга иммобилланган органик реагентлардан фойдаланиш бўйича изланишлар олиб борилмоқда. Аналитиклар дастлабки концентрлаш ва физик-кимёвий усулда аниқлаш босқичларини бирлаштирган «гибрид» усулларни яратишга алоҳида эътибор қаратмоқда. Сорбентларга иммобилланган реагентларни механизми ва аналитик ҳоссаларини аниқлаш, комплекс ҳосил бўлиш ва иммобилланишни оптимал шароитларини танлаш ҳамда физик-кимёвий тавсифларини йўналтирилган равишда яхшилаш бўйича илмий тадқиқотлар олиб борилмоқда. Шу сабабли маҳаллий хомашёлар асосида янги органик реагентларни синтез қилиш ва уларни толали сорбентларга иммобилланиш хоссаларини аниқлаш муҳим аҳамият касб этади.

Республикамизда саноатнинг турли соҳаларига замонавий технологияларни киритиш, модернизация қилиш ва улар асосида янги турдаги маҳсулотларни ишлаб чиқаришга асосланган саноат корхоналарига катта эътибор қаратилмоқда. Маҳаллий чиқиндилар асосида янги ион алмашинувчи полимерларни олиш ва улар ёрдамида саноат оқава сувларни оғир металллардан тозалаш борасида илмий ва амалий натижаларга эришилмоқда. Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегиясида «юқори технологияли қайта ишлаш тармоқларини, энг аввало, маҳаллий хомашё ресурсларини чуқур қайта ишлаш асосида юқори қўшимча қийматли тайёр маҳсулот ишлаб чиқаришни жадал ривожлантиришга қаратилган сифат жиҳатидан янги босқичга ўтказиш орқали саноатни янада модернизация ва диверсификация қилиш»¹ вазифалари белгилаб берилган. Бу борада, жумладан кимё саноати

¹ Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегияси тўғрисида»ги Фармони.

чиқиндилари асосида янги иммобилланган органик реагентларни синтез қилиш орқали оқова сувларини тозалаш технологияларни яратишга йўналтирилган илмий тадқиқотлар муҳим аҳамият касб этади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармони ва 2018 йил 25 октябрдаги ПҚ-3983-сон «Ўзбекистон Республикасида кимё саноатини жадал ривожлантириш чора тадбирлари тўғрисида»ги Қарори ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишда ушбу диссертация тадқиқоти натижалари муайян даражада хизмат қилади.

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

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Адабиётларни таҳлил натижалари шуни кўрсатадики, ҳозирги кунда темир ионини аниқлашда оптик, физик ва бошқа усуллар ишлаб чиқилган. Лекин иммобилланган органик реагентларни қўллаб қаттиқ фазали спектроскопик анализ усулларини ишлаб чиқиш аналитик кимёдаги тез ва янги ривожланаётган усуллар қаторига киради. Ҳозирги кунда илмий ва техник адабиётларда ушбу мавзу бўйича темир (II) ионини иммобилланган нитрозо реагентлар билан комплекс ҳосил бўлиш реакцияси кам ўрганилган. Шунинг учун янги, замонавий темир (II) ионини аниқлаш, замон талабларига жавоб берадиган усулларни ишлаб чиқиш зарур. Сезгирлик ва ишонччиликга (валидация) қўйиладиган талаблар янги ёндашишлардан бири иммобилланган органик реагентлар ёрдамида қаттиқ фазали-спектроскопик усуллар ҳисобланиши исботланган.

Бу йўналишда кўп олимлар (Решетняк Е.А., Никифорова Т.Е., Запорожец О.А., Саввин С.Б., Жерри Ферд, Келнер Р, Мессика А., Маркелов М., Леинер М., Увоефбеис О.) томонидан электро-, термокимё соҳасига ва флуоресцент усулларни ишлаб чиқишга ва уларни ташувчи қатлами сифатида турли силикагеллар, табиий цеолитлар, полиетилен пленкалар, целлюлоза нитрати, поликапроамидли, гель мембраналар, модификацияланган кремнеземлардан фойдаланилган. Органик реагентларни турли толаларга иммобиллаб, темир (II) ионини аниқлашнинг оптик усуллари кам ўрганилган. Ҳозирги кунда хелат ҳосил қилувчи сорбентлардан кўп ишлатилмоқда, уларнинг таркибида кимёвий актив гуруҳлар, эритмадаги металл ионлари билан комплекс ҳосил қилади, лекин бундай сорбентларни синтез қилиш жуда мураккаб. Ташувчи сифатида полиакрилонитрил толани грануласимон ионитлар билан нодир ер, нодир ва оғир металлларни сорбцион-спектроскопик усуллар Ю.А.Золотов, С.Б. Савин, Г.М. Мясоедова ва бошқалар томонидан ишлаб чиқилган.

Ўзбекистонда элементларни аниқлашда кимёвий сенсор ва тест-усулларни ишлаб чиқиш билан Геворгян А.М., Абдурахманов Э., (электрокимёвий усуллар), Джиянбаева Р.Х., Кабулов Б.Д., Насимов А.М., Шестерова И.П., Турабов Н.Т. (оптик усуллар) шуғулланган. Экстракцион усуллардан фарқлироқ қаттиқ фазали спектроскопияда захарли эритувчилар талаб этилмайди ва анализнинг экологик хавфсизлигини таъминлайди. Оғир захарли металлларни аниқлашнинг замонавий ва такомиллашган усулларини ишлаб чиқиш, мавжуд аналитик операцияларни интенсивлаштириш, ҳозирги замон талабларига жавоб берадиган экспресс усулларни яратиш каби олдига қўйилган вазифалар ҳозирги кунда жуда муҳимдир, сабаби бу йўналишда илмий тадқиқот ишлари деярли олиб борилмаган.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилган олий таълим муассасасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Ўзбекистон Миллий университетининг илмий тадқиқот ишлари режасининг Ф.22-7. «Региоселектив органик реагентларни синтези» (2012-2016 йй.) мавзусидаги давлат фундаментал лойиҳаси ҳамда А.12-53. «Полимер ташувчиларга иммобилланган реагентлар билан атроф муҳит объектларидан экотоксикантларни фотометрик ва сорбцион-фотометрик аниқлаш усулларини ишлаб чиқиш» (2015-2017 йй.) мавзусидаги давлат грантлари доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади иммобилланган янги нитрозогуруҳ тутган органик реагентлар ёрдамида темир (II) ионини аниқлашнинг экспресс, юқори танлаб таъсир этувчан, сезгир сорбцион-спектроскопик усулларини ишлаб чиқишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

янги нитрозогуруҳ тутган органик реагентларни мақсадли йўналтирилган синтезини бажариш ва модификациялашни истиқболли усулларини аниқлаш;

аналитик хусусиятлари сақланган ҳолда органик реагентларни иммобиллашнинг оптимал шароитини танлаш;

иммобилланган нитрозо реагентлар (ИМНР) ни темир (II) иони билан рангли комплекс ҳосил қилиш химизмини аниқлаш;

иммобилланган нитрозо реагентлар аналитик таркиби, тузилишини аниқлаш ва уларнинг тузилиши билан аналитик хусусиятлари орасидаги боғлиқликни кўрсатиш;

ўзига хос функционал аналитик гуруҳларни (ФАГ) сақлаган ҳолда янги нитрозо реагентларни толали сорбентларга иммобиллашнинг оптимал шароитлари ва физик-кимёвий тавсифларини аниқлаш;

ишлаб чиқилган усулни турли хил табиатли модел бинар, учламчи ва янада мураккаб аралашмалар; табиий ва чиқинди сувларнинг стандарт намуналари; саноат материаллари ва бошқалар анализида қўллашнинг технологик схемасини ишлаб чиқиш.

Тадқиқотнинг объекти сифатида атроф-муҳит объектлар, саноат ишлаб чиқиш материаллари, табиий ва чиқинди сувларнинг стандарт намуналар,

қотишмалардан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг предмети Fe (II) иони ва турли атроф-муҳит объектларини ифлослантирувчи экотоксикант ҳисобланган темир бирикмалари, оғир ва заҳарли металл ионлари.

Тадқиқотнинг усуллари. Оптик (сорбцион-спектроскопик, нур қайтариш спектроскопия усули, атом-абсорбцион); электрохимий ва статистик ҳисоблаш усуллари. Элемент анализ, ИҚ-, ПМР-спектроскопик ва квант-химий ҳисоблашлар.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

илк бор Fe (II) ионларини аниқлаш учун янги иммобилланган нитрозореагентлар синтез қилинган;

илк бор Fe (II) ионини аниқлаш учун нитрозоафтаол асосидаги органик бирикмаларининг иммобилланиши аниқланган;

аналитик реакцияларнинг химизми Fe(II) ионлари билан реакцияга киришадиган функционал актив гуруҳларининг аналитик реакция механизми исботланган, уларнинг тузилишини ва аналитик актив гуруҳлар табиатини ҳосил қилган комплексларининг хоссаларига таъсири аниқланган;

Fe (II) ионини аниқлашда нитрозоафтаол асосидаги иммобилланган нитрозореагентлар афзаллиги ва камчиликлари эритмага нисбатан аниқланган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

нитрозобирикмалар учун полиакрилонитрил матрицали ташувчи сифатида ишлатилиши ва специфик аналитик хусусиятларини сақлаган ҳолда иммобилланишни оптимал шароитлари аниқланган;

Fe (II) иони билан полиакрилонитрил толага иммобилланган нитрозобирикмаларни комплекс ҳосил бўлиши аниқланган;

иммобилланган нитрозобирикмалар ёрдамида Fe (II) ионини аниқлашга асосланган экспресс, селектив ва сезгир сорбцион-спектроскопик усуллар ишлаб чиқилган;

турли атроф-муҳит объектлари (табiiй, оқава, ичимлик сувлар, тупроқ) анализига Fe (II) ионини аниқлашнинг сорбцион-спектроскопик усули ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги умумқабул қилинган мезонлар асосида ўтказилган қиёсий таҳлил билан асосланган ва қўшимчалар қўшиш, «киритилди-топилди» усуллари ҳамда стандарт табiiй сув ва бронза намуналари билан таққосланган. Олинган натижалар математик статистика усуллари билан қайта ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти. Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти толали материалларга нитрозобирикмалар ҳосиллари асосидаги органик реагентларни иммобиллаб, темир (II) ионини аниқлашда танлаб таъсир этувчанлигини ошириш имконияти яратилди. Иммобилланган органик реагентлар таъсирланиш механизми ва табиати ИҚ-ва электрон спектроскопия ёрдамида изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти иммобилланган

нитрозобирикмалар ҳосилалари асосидаги органик реагентларни турли атроф-муҳит объектлари (табiiй, оқава, ичимлик сувлар, тупроқ ва бошқа) қўлланилиши, Олмалиқ тоғ-металлургия комбинати (ОТМК) анализида метрологик ва аналитик тавсифлари яхшиланган сорбцион-спектроскопик усулларида Fe (II) ионини микромиқдорини аниқлашга хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. Имобилланган янги нитрозо бирикмалар ҳосилалари билан темир (II) ионларини сорбцион-спектроскопик усуллари ёрдамида аниқлашнинг олинган илмий натижалари асосида:

темир (II) ионини аналитик усулда аниқлаш усулига Ўзбекистон Республикаси Интеллектуал мулк агентлигининг ихтирога патенти олинган (№IAP 05417, 2017 й.). Натижада янги нитрозо бирикмали органик реагент ёрдамида темир (II) ионини аниқлаш имконияти яратилган;

янги мақсадли синтез қилинган 2-нитрозо-5-метокси фенол толали сорбент СМА-1 га имобиллаб темир (II) ионини аниқлаш усули «Олмалиқ кон-металлургия комбинати» акциядорлик жамиятида амалиётга жорий этилган («Олмалиқ тоғ-металлургия комбинати» АЖ нинг 2018 йил 29 июндаги ФБ-20/20054-сон маълумотномаси). Натижада ишлаб чиқилган усулда имобилланган 2-нитрозо-5-метокси фенол реагент ёрдамида темир (II) ионини чиқинди сувлар таркибидан тозалаш самарадорлигини 85-90 % гача ошириш имконини берган;

янги мақсадли синтез қилинган 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталдегид толали сорбент СМА-1 га имобиллаб темир (II) ионини аниқлаш усули «Олмалиқ кон-металлургия комбинати» акциядорлик жамиятида амалиётга жорий этилган («Олмалиқ тоғ-металлургия комбинати» АЖ нинг 2018 йил 29 июндаги ФБ-20/20054-сон маълумотномаси). Натижада имобилланган 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталдегид реагент ёрдамида темир (II) ионини чиқинди сувлар таркибидан тозалаш услуги ишлаб чиқиш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқот натижалари 5 та халқаро ва 9 та республика илмий-амалий анжуманларида муҳокамадан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилинганлиги. Диссертация мавзуси бўйича жами 19 та илмий иш чоп этилган. Шулардан, Ўзбекистон Республикаси Олий аттестация комиссияси томонидан эътироф этган илмий журналларида 5 та мақола, жумладан 3 таси Республика ва 2 таси хорижий журналларда чоп этилган ҳамда 1 та ихтирога патент олинган.

Диссертациянинг ҳажми ва тузилиши. Диссертация таркиби кириш, тўртта боб, хулоса ва фойдаланилган адабиётлар рўйхатидан иборат. Диссертациянинг ҳажми 132 бетни ташкил этади.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида ўтказилган тадқиқотларнинг долзарблиги ва зарурияти, тадқиқотнинг мақсади ва вазифалари, объект ва предметлари тавсифланган, Ўзбекистон республикаси фан ва технологияси тараққиётининг устувор

йўналишларига мослиги кўрсатилган, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари баён қилинган, олинган натижаларнинг илмий ва амалий аҳамияти очиб берилган, тадқиқот натижаларининг амалиётга жорий қилиниши, нашр этилган илмий мақолалар ва тезислар, диссертациянинг тузилиши бўйича маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг «**Темир ионларини аниқлашда оптик анализ усуллари кўлланилиши**» деб номланган биринчи бобида темир (II) ионини фотометрик ва спектрофотометрик усуллар бўйича аниқлаш ҳақидаги нашр қилинган ишлар таҳлили амалга оширилган, ҳамда реагентларни иммобиллаш усуллари, уларни сорбцион-спектроскопик ва визуал-тест усулларда, оптик кимёвий сенсорларда кўлланилиши келтирилган. Темир (II-III) ионини турли объектларда иммобилланган реагентлар ёрдамида аниқлаш натижалари системалаштирилган. Органик реагентларни толали сорбентларда оғир захарли бўлган темир (II) металлларни аниқлаш учун иммобиллаш етарлича ўрганилмаганлиги таъкидланган. Бу эса тадқиқот объектини белгилаб беришга амалий ёрдам берди.

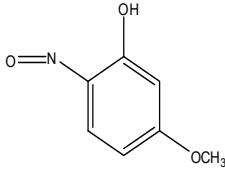
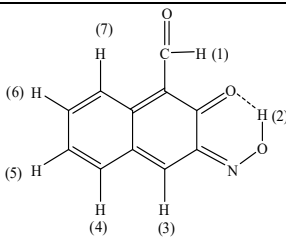
Диссертациянинг «**Тадқиқот ўтказишда ишлатилган асбоб-ускуналар ва материаллар**» иккинчи бобида материаллар, асбоблар ва тадқиқот ўтказиш усуллари келтирилган. кўлланиладиган қурилма ва материаллар тўғрисидаги маълумотлар келтирилган, иммобилланган реагентларни олиш шароити ёритилган ҳамда тажриба усуллари келтирилган. Қаттиқ жисмлардан нур қайтарилиш спектрини олиш, нур қайтарилиш коэффицентини (R), унинг функциясини $f(R)$ турли омилларга боғлиқлигини ўрганиш учун автоматик тарзда қайд этувчи спектрофотоколориметр «Пульсар» ва иккинурли регистрловчи спектрофотометр UV-ViS SPECORD M-40дан фойдаланилди. Биринчи асбобнинг ишлаш принципи қайтарилиш коэффицентини 24 та белгиланган тўлқин узунликларида (380-720нм) ўлчанди. Олинган натижалар математик ҳисоблар билан аниқланди. Спектрларнинг нурланиш манбаи сифатида МФК-150 ва ИСК-25 импульс лампалардан фойдаланилди.

UV-ViS SPECORD M-40 асбобни техник қисмларига оптик система: УФ соҳадаги дифракцион панжарали иккиталик монохроматор, 1302 штр/ммга тенг; филтрлар $31000-25000\text{ см}^{-1}$, рангли шишалар WK 36 $25000-195000\text{ см}^{-1}$, GA 48 $195000-14000\text{ см}^{-1}$ ва RA 67 $14000-11000\text{ см}^{-1}$ киради. Нур манбаи сифатида реагент ва комплексларнинг спектрларини олишда УФ-соҳаси учун дейтерийли лампа Д₂Е, кучланиши 6 В ва қувати 20 ВТ спектрнинг ҳамда кўринувчан соҳаси учун галогенли лампа ишлатилган.

ИМОРлар олишда турли синфларга мансуб, таркибида фаол функционал гуруҳ тутган органик нитрозогуруҳли бирикмалардан ҳамда ЎзМУ органик кимё кафедраларида синтез қилинган бирикмалардан фойдаланилди (1-жадвал). Таркибида электронодонор (-СНО) ва электроноакцептор (-ОСН₃) ўриндошлар тутган ушбу нитрозоазобўёқларнинг сезгирлиги ва танлаб таъсир этувчанлиги бўйича истиқболга эгадир.

1-жадвал

Иммобилланиш учун қўлланилган асосий органик реагентлар

№ т/р	Реагентнинг номи	Техник номи (қисқартирил.) Брутто формуласи	Тузилиш формуласи
1.	2-Нитрозо-5-метоксифенол	(НН) C ₇ H ₇ NO ₃ Mr=153	
2.	2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталъдегид	(ГННА) C ₁₁ H ₇ NO ₃ Mr=201	

Нитрозо реагентларга (НР) нисбатан «иммобилизация» тушунчаси ушбу бирикмаларнинг полимер материаллари функционал гуруҳлари орқали реакциялари ҳисобига бирикмалар молекулаларини хақаракатчанлигини камайиши тушунилади, тор маънода эса уларни кимёвий боғланиш усуллариدير. Арзон ва маҳалий хомашёдан тайёрланган ПАН асосидаги ташувчиларга иммобилланган НРларни кимёвий аналитик хусусиятлари ўрганилди (2-жадвал).

2-жадвал

Ишлатилган органик реагентларни физик-кимёвий тавсифлари

Қисқартирилган реагентнинг номи	Ранги	Чиқиш, %	Rf	Таркиби С, Н, N (%)					
				Ҳисоблаб топилган			Аниқланган		
				С	Н	N	С	Н	N
НМФ	Сариқ	62,4	0,69	54,90	4,61	9,15	54,28	4,95	9,95
ГННА	Оч сариқ	67,8	0,67	65,67	3,48	6,96	65,03	3,12	6,74

ПАН-толаларга иммобилланган нитрозореагентлар, ўзини аналитик хусусиятларини сақлаб қолиши аниқланди. Темир (II) ионларининг комплексларини толали сорбентда ҳосил бўлиш шароити, эритмадаги комплексни хусусиятларига ўхшаш, шунинг учун эритмадаги реакцияларни ва унда ишлатиладиган аналитик реагентларни ПАН ташувчи асосида янги оптик сенсорларнинг сезгир қатламини яратиш учун ишлатиш мумкин. Қаттиқ ташувчи сифатида полимерлар кимёси кафедрасида синтез қилинган толалардан (СМА-1, СМА-2, СМА-3, МХ-1, ПП-АН-ГМДА ва бошқалар)

фойдаланилди. Баъзи полимерли ташувчиларни тавсифлари 3-жадвалда келтирилган.

3-жадвал

Полимерли ташувчиларни баъзи хусусиятлари

Толани номи	Иммобиллаш учун ишлатилган – реагент	Толани модификацияланган гурухлари	Толани ранги	Иммобилланишдан кейинги толани ранги
СМА 1	НМФ ГННА	Гексаметилендиамин (ГМДА)	Оч сариқ	Жигарранг Тўқ сариқ
СМА 2	НМФ ГННА	Гидроксиламин сернокислый (ГА)	Сариқ	Оч жигарранг Тўқ сариқ
СМА-3	НМФ	Этилендиамин	Сариқ	Оч жигар ранг

Толали сорбентлар яхши кинетик ва ионалмашувчанлик хусусиятига эга. Улар ингичка толалардан иборат бўлиб, агрессив муҳитга ва механик таъсирларга барқарор, бўкишга мойиллиги юқорилигини намаён қилади. Ташувчиларни компонентларни концентрлаш учун ишлатиб кейин инструментал усулларда аниқлаш мақсадида ёки халақит берувчи катион ва аниондан ажратиш учун қўлланилади.

Синтез қилинган толасимон материалларнинг асосий афзалликлари солиштирма сирт юзаси юқорилиги, у грануласимон полимерга нисбатан 2 тартибга юқори, аморф структурали полимерларга нисбатан 5-6 марта каттадир. Толали сорбент заррачаларининг диаметри гранулаланган сорбентларнинг диаметридан 1-2 тартиб паст.

Диссертациянинг учинчи «Иммобилланган нитрозо бирикмалари ҳосилаларининг аналитик тавсифлари» деб номланган бобида мақсадли синтез қилинган, ПАН- ташувчиларга иммобилланган нитрозо бирикмаларнинг аналитик хоссаларини ва иммобиллашни муқобил шароитини танлаш тадқиқот натижалари келтирилган ва таҳлил қилинган.

Иммобиллашнинг оптимал шароитларини аниқлаш мақсадида ҳар бир «ОН-ташувчи» системада иммобиллаш шароитини нур ютилиш ва нур қайтариш коэффиценти интенсивлигини таъсир этиш вақтига, температурага, муҳитга, реагент концентрациясига ва бошқа омилларга боғлиқлиги ўрганилди. Турли ташувчиларга нитрозореагентларни иммобилланишнинг оптимал шароитлари 4-жадвалда келтирилган.

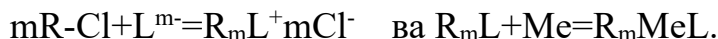
4-жадвал

Турли табиатли ташувчиларга органик реагентларни иммобилланишнинг оптимал шароитлари

Система реагент-ташувчи	Эритмада реагентни концентрацияси, М	Иммобиллаш вақти, мин.	рН	Иммобилланган реагент концентрацияси, М
СМА-1 : НМФ	$1,0 \cdot 10^{-4}$	6	5-6	$1,0 \cdot 10^{-4}$
СМА-2: ГННА	$1,0 \cdot 10^{-4}$	6	5-6	$1,0 \cdot 10^{-4}$

4-жадвалдан кўришиб турибдики, нитрозобирикмалар ташувчига 5-10 минутда иммобилланади, сорбентга шимилган реагентнинг максимал концентрацияси $1,0 \cdot 10^{-5}$ дан $1,0 \cdot 10^{-3}$ молгача, бу уларнинг статик алмашув сифими ва динамик алмашув сифимига тўғри келади.

Толали ташувчининг юзасида аналитик сигнални ўлчаш усулини танлашда, нитрозо нафтол асосидаги ОРни олдиндан концентрлаш ва кейин аниқланаётган темир (II) билан комплекс ҳосил қилишига асосланган усул қўлланилди:



Қаттиқ ташувчиларда органик реагентларни иммобилланиши функционал гуруҳлар ва полимерларнинг кимёвий таъсирлашуви ҳисобига содир бўлади. Иммобиллаш механизмини ўрганиш вақтида реагентларни ташувчиларга боғланиши НР ва сорбентнинг функционал гуруҳлари ўртасидаги таъсирланиш ҳисобига рўй беради. Бошланғич ва иммобилланган нитрозобирикмаларнинг спектрларини солиштириш натижасида иммобилланган ва бошланғич реагентлардаги комплекс ҳосил бўлишига жавоб берадиган функционал-аналитик гуруҳлар бир-бирига ўхшаш эканлиги аниқланди.

Иммобилланиш механизми ўрганилганда НМФ реагентидаги метокси ва ГННА таркибидаги альдегид гуруҳлар ҳисобига иммобилланиш содир бўлади деб тахмин қилинди. Квант-кимёвий ҳисоблаш усуллари ёрдамида темир (II) ионларини иммобилланган органик реагентлар билан комплекс ҳосил бўлишини тахминий координациясини топиш имкониятлари ўрганилди. Ярим эмперик усуллар MNDO, PM3, PM7 ва AM1 билан реагентларни электрон зичлиги ҳисоблаш натижалари НМФ реагентида метокси гуруҳдаги кислород электроманфийлиги юқори ва альдегид гуруҳдаги кислородни электроманфийлиги юқорилиги ушбу гуруҳлар орқали толага водород ёки донор-акцептор боғ орқали бирикишини тахмин қилиш мумкин.

ИҚ-спектрларининг келтирилган қийматларидан кўришиб турибдики, синтез қилинган бирикмаларда координацияланган гуруҳлар НМФ ва ГННА молекулаларидаги -NO боғининг валент тебранишлари частотаси мос равишда 105-200 гипсохром ва -ОН гуруҳнинг валент тебранишлари частотаси 40-100 га батохром силжиган. Бу эса НМФ ва ГННА реагентларининг темир (II) иони билан нитрозо ва гидроксо гуруҳлар орқали координацияланишини кўрсатади. Тахминий иммобилланиш схемасини ИҚ ва электрон спектроскопия натижалари ёрдамида исботлаб берди. Реагентнинг таркибидаги -NO гуруҳига тегишли нур ютилиш спектри 1600 см^{-1} да -ОН гуруҳи учун $3000-3600 \text{ см}^{-1}$ да кузатилади. Гидроксо-, нитрозо-, альдегидли гуруҳлар учун характерли бўлган спектр ютилиш чизиқларини силжишидан ($\Delta\lambda \approx 60-200 \text{ см}^{-1}$), ион боғдан ташқари, реагент ва ташувчи ўртасида кучли молекулалараро водород боғлар ҳам пайдо бўлади, деган хулоса қилиш мумкин.

Адабиётларга асосланиб, интенсив бўлган комплекс бирикма таркиби 1:1 ва 1:2 олиш учун ФАГ орасидаги масофа ва ориентацияси оптимал бўлиб ташувчига барқарор боғланиши керак. Нитрозофенол асосида олинган реагентларни комплекс ҳосил қилиш гуруҳларни оптимал геометрияга эга ишлатиш имконини беради.

Ўрганилган реагентлар таркибидаги метокси ва альдегидли гуруҳлар сорбентларни ионланган аминогуруҳ билан қуйидаги схема бўйича реакцияга киришади:



Бундай схема бўйича реакциянинг кетишини иммобилланган системада топилган ютилиш ИК-спектроскопик ва кимёвий тадқиқот натижалари ва ҳисоблаб топилган натижалар бир хил эканлиги аниқланди. Комплекслар ва нитрозо реагентларнинг ИК-спектрларини солиштириш шуни кўрсатдики, комплекслар спектрларида –O-Me га тегишли бўлган 650-480 см⁻¹ диапазонда чизиқлар пайдо бўлганини кўриш мумкин, бу чизиқлар реагентларнинг спектрларида намоён бўлмайди.

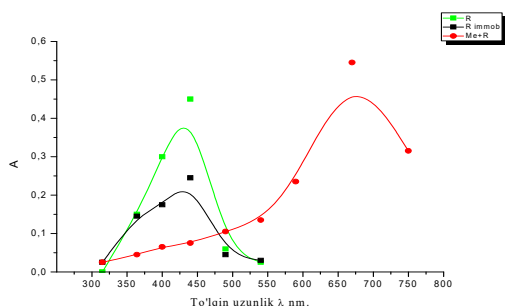
ИМНРни темир (II) ионлари билан комплекс ҳосил бўлишига температура, муҳитнинг ва бошқа омилларнинг таъсирланиш шароитлари топилди(5-жадвал).

5-жадвал

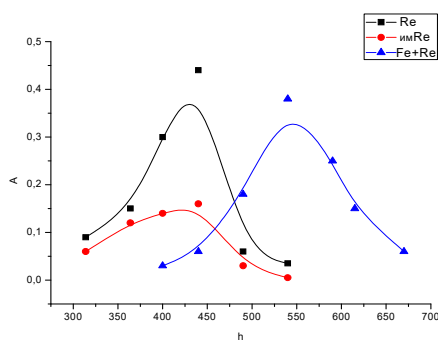
Комплекс ҳосил бўлишни оптимал шароитлари натижалари

Комплексни табиати	λ _{max} MeR, нм	λ _{max} HR, нм	Δλ	Оптимал Ph
Fe+ИМНМФ	670	440	230	5,0-6,0
Fe+ИМГННА	540	440	100	5,0-6,0

Металл ионларини ИМНРлар билан комплексларини нур қайтариш спектрининг аналитик сигнали катталигини ўрганилаётган эритмани табиатига вақтга боғлиқлиги 1-6 расмларда келтирилган. Эритмада ва қаттиқ ташувчиларда комплекс ҳосил бўлишнинг аналитик ва метрологик тавсифлари солиштирилди (5-жадвал). Олинган тажриба натижаларига кўра, комплекс ҳосил бўлиш реакциялари етарлича контрастликка (Δλ100-230) эга.

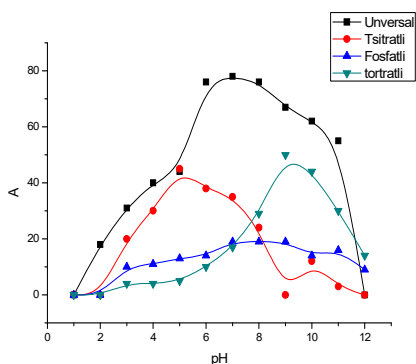


1-расм. НМФ реагентни толага иммобиллашдан олдинги (1) ва кейинги (2) нур ютилиш спектри, комплексни нур ютилиш спектри (3)



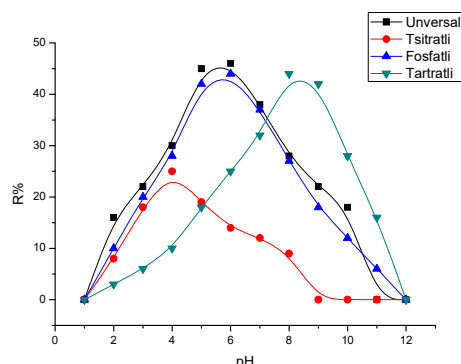
2-расм. ГННА реагентни толага иммобиллашдан олдинги (1) ва кейинги (2) нур ютилиш спектри, комплексни нур ютилиш спектри (3)

Иммобилланган нитрозо бирикмалар иштирокида борган усулларнинг метрологик параметрлари ва аналитик характеристикалари, оддий фотометрик вариантда борадиган усулларга қараганда афзалликга эга эканлиги аниқланди. 5-жадваллардан кўриниб турибдики, мухитнинг оптимал рНни кислоталилик томонга 1-3 бирликка силжиган, бу металлларни аниқлашда танлаб таъсир этувчанликни ортишига олиб келади.

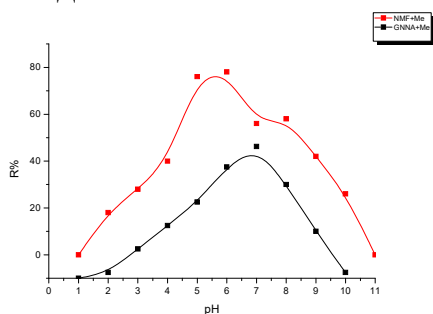


3-расм. НМФ реагентининг толага иммобиллашнинг буфер табиатига боғлиқлиги

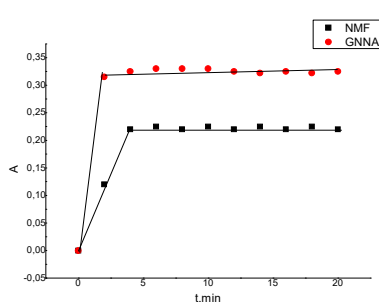
Иммобилланган органик реагентларнинг танлаб таъсир этувчанлигини ортиши, қаттиқ фазада комплекс ҳосил бўлган вақтда, конфигурация ва турли ионлар билан ҳосил бўлган комплексларнинг барқарорлигига қўйиладиган талаб юқорилиги билан тушунтирилади. Темир (II) ионларини ИМНР билан аниқлашда оддий фотометрик усулга қараганда ҳосил бўлаётган комплексларнинг барқарорлигининг ошгани аниқланди, аниқланаётган концентрацияларнинг қийматларининг интервали бир тартибга камайганлиги топилди.



4-расм. ГННА реагентининг толага иммобиллашнинг буфер табиатига боғлиқлиги



5-расм. Иммобиллашга рН нинг таъсири



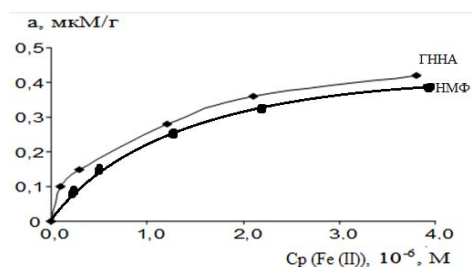
6-расм. Иммобиллашга вақтнинг таъсири

Динамик шароитларда темир (II) иони турли ҳажм ва табиатли эритмалардан аниқлаш мумкинлиги тажриба орқали топилди (жадвал 6). Жадвалдан кўриниб турибдики, темир (II) ионларини турли ҳажмлардан аниқлаганда олинган аналитик сигналлар етарли даражада ишончли ва аниқ.

Бир хил сирт юзасига иммобилланишнинг Ленгмюр адсорбция тенгламаси (1) билан ифодалаш мумкин, ҳар хил сирт юзасига иммобилланиш эса Фрейндлих тенгламаси (2) орқали ҳисобланади.

$$\frac{[C]}{a} = \frac{1}{a_m K} + \frac{1}{a_m} [C] \quad (1)$$

$$\lg a = b + n \lg [C] \quad (2)$$



7-расм. Ленгмюр ва Фрейндлих тенгламалари асосида темир (II) ионини ИМОР сорбцияланиш натижалари ва уларни қайта ишлаш

Бу ерда, $[C]$ - темир ионининг мувозанат концентрацияси, моль/л; a - полимерга иммобилланган темир ионининг миқдори, моль/г; a_m - иммобилланиш чегаравий миқдори, моль/г; K - иммобилланиш константаси; n, b - коэффициентлар.

7-расмда Fe (II) ионини иммобилланган НМФ ва ГННА реагентлар билан ПАН-ташувчидаги сорбция изотермаси келтирилган ва Ленгмюр Фрейндлих тенгламаси орқали математик ҳисобланган. Концентрациянинг оптик зичликка нисбатан ўзгариши темир ионининг иммобилланган толага сорбцияланиши билан тавсифланади. Фрейндлих тенгламаси билан темирни аниқланиши ифодалангани учун концентрациянинг оптик зичликка боғлиқ графигини логарифмик координатада ($\lg \Delta A_{490} - \lg C_{Fe(II)}$) чизиш мумкин. Турли ҳажимлардан темир (II) ионини аниқлаш бўйича экспериментлар ўтказилди.

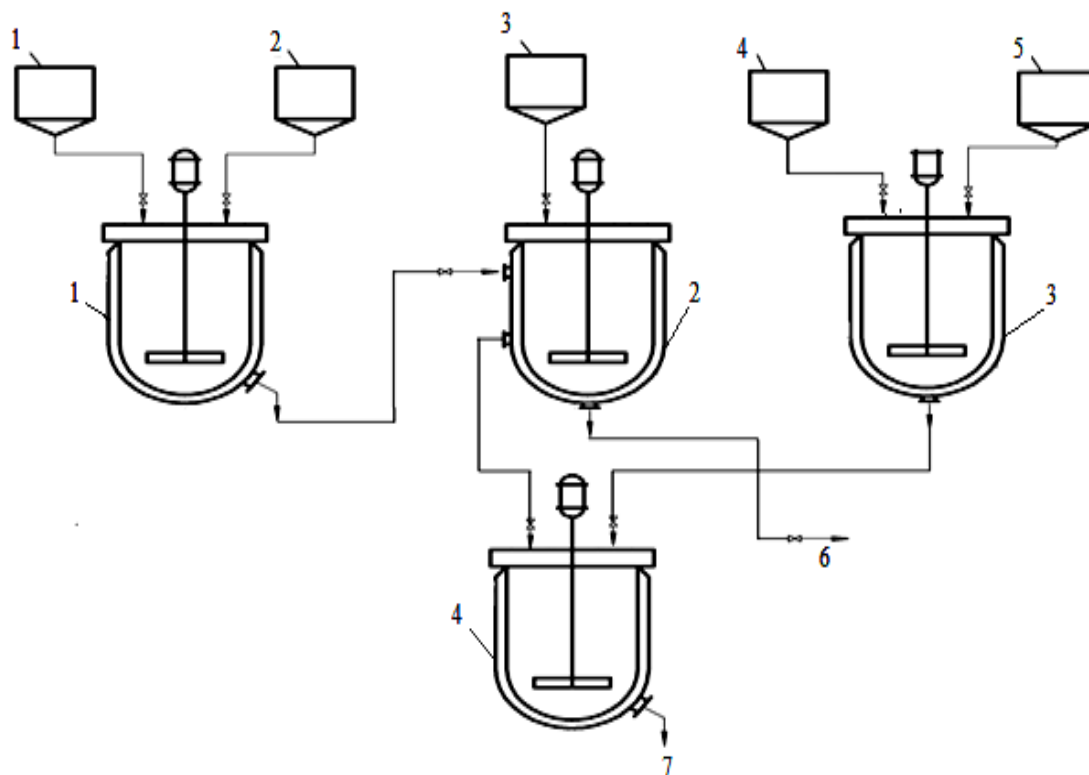
6-жадвал

Иммобилланган органик реагентлар билан металларни турли ҳажмларда аниқлаш ($C_{Me}=10,0$ мкг)

$V_1, \text{см}^3$	ИМНМФ – Fe			ИМГННА- Fe		
	F(ΔR)	Аниқланган, мкг	концен. коэф.	F(ΔR)	Аниқланган, мкг	концен. коэф.
25	5,704	10,05	100,5	15,120	9,98	99,8
50	5,700	10,25	102,5	15,125	9,95	99,5
100	5,794	10,02	100,2	15,405	9,97	99,7
200	5,794	10,22	102,2	15,405	9,97	99,7
250	5,886	9,95	99,5	15,681	9,75	97,5
500	6,187	9,55	95,5	18,321	9,25	92,5

Олинган натижалар асосида хулоса қилиш мумкинки, темир (II) ионларини турли ҳажмлардан концентрлаш мумкин ва унинг концентрлаш коэффиценти 90%дан катта бўлади. Натижалар асосида статик ва динамик шароитларда темир (II) ионларини миқдорини аниқлаш усуллари ишлаб чиқилди.

Сорбция-десорбция жараёни ўрганилганда 1М хлорид кислота ишлатилганда ҳам реагент толада иммобилланганча қолаверади. 1М нитрат кислотаси ишлатилганда темир иони билан бирга толадан реагент ҳам десорбланади.



8-Расм. Нитрон толага реагент иммобиллаш технологик схемаси

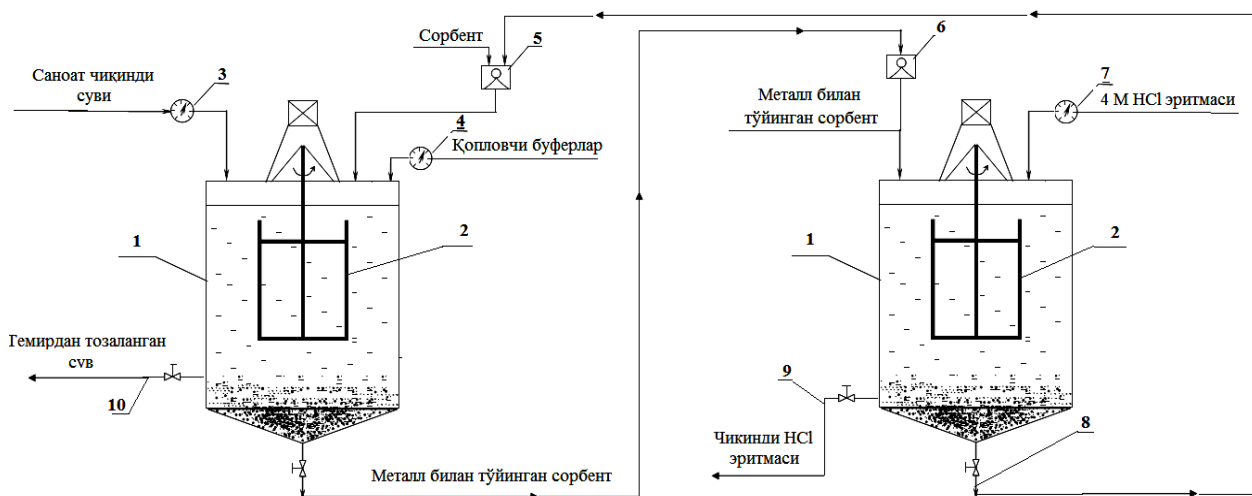
- 1- СМА-1 толаси сиғими; 2- 0,1 М хлорид кислота эритма сиғими;
 3-дистилланган сув сиғими; 4- 2-нитрозо-5-метокси фенол эритма сиғими;
 5- 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафтальдегид; 6- дистилланган сув сиғими; 7- чиқинди сув;
 8- тайёр маҳсулот

1. СМА -1 толасидан 2,0 г тола ташувчи 500 мл 0,1М ли HCl билан ювилди ва анион алмашувчи-СГшаклга ўтказилди, кейин дистилланган сув билан ювилади (2-3 марта такрорланади) ва нейтрал муҳитга текширилади. Иммобиллаш учун тайёр тола нам ҳолатда Петри идишида сақланди.

2. 0,01% ли 2-нитрозо-5-метокси фенол ва 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафтальдегид ишчи эритмаларни тайёрлаш учун 0,01 граммдан 2-нитрозо-5-метокси фенол ва 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафтальдегид реагентларидан аналитик тарозида тортиб олиб, уларни 100 мл ўлчов колбаларига солиб, белгисигача сув билан келтирилди. Тайёр бўлган эритмаларни суюлтирилиб, кейинги ишларга қўлланилди.

3. Имобиллаш методикаси: 50,0 мл ўлчов стаканларга 10 мл 0,1% ли 2-нитрозо-5-метокси фенол реагенти қўйилди 0,2000 г тола солинди ва 5-8 минут давомида шиша таёқча ёрдамида аралаштирилди. Кейин тола дистилланган сув билан ювилди ва толага ўтирган реагент миқдори ўлчанди, натижалар 8-расмда келтирилди.

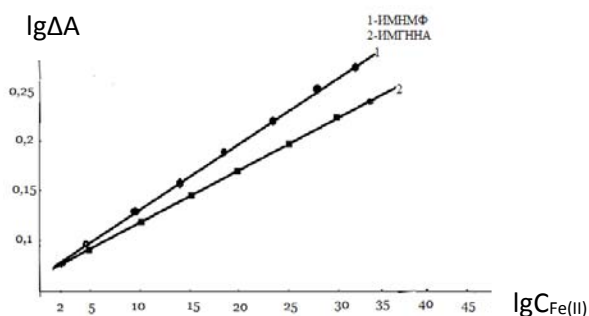
4. 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафтальдегидни имобилланиш методикаси: 50,0 мл ўлчов стаканларга 10 мл 0,1 % ли учун 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафтальдегид реагентдан қўйилди 0,2000 г тола солинди ва 5-8 дақиқа шиша таёқча ёрдамида аралаштирилди. Кейин тола дистилланган сув билан нейтрал шароитгача ювилди ва толага ўтирган реагентнинг миқдори ўлчанди. Олинган натижалар 8-расмда келтирилди.



**9-расм. Саноат оқава сувларини Fe^{2+} ионларидан тозалашнинг
принципиал технологик схемаси:**

- 1- реактор; 2- аралаштиргич; 3- сув миқдорини ўлчовчи расходомер; 4- қопловчи буферлар миқдорини ўлчовчи расходомер; 5- сорбентни миқдорини аниқловчи тарози; 6- металл билан тўйинган сорбентни миқдорини аниқловчи тарози; 7- 4 М HCl миқдорини ўлчовчи расходомер; 8- десорбция қилинган сорбент; 9- чиқинди HCl эритмаси
10- темирдан тозаланган сув

Тўртинчи «Имобилланган нитрозо-нафтол ҳосилаларининг аналитик қўлланилиши» номли бобда темир (II) ионларини ИМНР билан қаттиқ фазада комплекс ҳосил қилиш натижалари келтирилган, уларни оптимал шароити топилган, танланган ИМОР нинг эритмада ва имобилланган ҳолатдаги хоссалари таққосланган. Турли атроф-муҳит объектларида имобилланган органик нитрозо-нафтолларни темир иони билан аниқлашнинг аналитик қўлланилиши келтирилган. Табиий сувларни стандарт намуналари асосида танлаб таъсир этувчанлиги ва аниқлиги баҳоланган.



10-расм. Темир (II) ионини ИМНМФ ва ИМГННА ёрдамида аниқлашнинг даражаланган графиги

Металларни миқдорий аниқлаш бўйича олинган натижаларни қайта ишлаш шуни кўрсатдики, олиб борилган ўлчашлар ва таклиф қилинган усуллар, статик шароитда олинган натижаларга қараганда динамик шароитларда олинганлари катта сезгирликка ва қайта такрорланувчанликка эга. Темир(II) иони билан ҳалақит қилувчи бегона ионларнинг бинар, учламчи ва кўпкомпонентли мураккаб модел аралашмалари тайёрланди, уларнинг жоиз концентрациялари аниқланаётган металларга ҳалақит бермайди (7-,8-жадваллар).

7-жадвал

Мураккаб модел аралашма таркибидан темир ионини ИМНМФ билан сорбцион-фотометрик аниқлаш (P=0,95; n=5)

Аралашмани таркиби, мкг	Топилган Fe, мкг ($\bar{x} \pm \Delta X$)	S	S _r
Fe(10,0)+ Co(10,0);	10,01±0,35	0,01	0,03
Fe(1,0)+Zn(15,0);	0,94±0,09	0,08	0,08
Fe(1,0)+Pb(2,0)	0,94±0,09	0,08	0,08
Fe(2,0)+Pb(1,0)+Cu(1,0);	1,96±0,18	0,16	0,08
Fe (2,0)+Pb(1,0)+ Cu(10,0);	2,03±0,21	0,19	0,09
Fe(2,0)+Cu(2,0)+Pb(10,0);	1,96±0,18	0,16	0,08
Fe(1,0)+Pb(1,0)+Cr(1,0);	1,06±0,21	0,19	0,10
Fe(13,0)+Cu(1,0)+Pb(1,0)+ Cr(10,0);	1,04±0,12	0,11	0,11
Fe(15,0)+Cu(5,0)+Pb(3,0)+ Mn(10,0);	4,88±0,68	0,59	0,12
Fe(10,0)+Cu(5,0)+Zn(15,0)+Co(2,0)+ Al (10,0)+ Ni (10,0).	9,82±0,13	0,25	0,14
Fe ³⁺ (100) +K ⁺ ,Na ⁺ (1000)+Co ²⁺ (50)+ Ni ²⁺ (50)+Al ³⁺ (10)+Cd ²⁺ (5)+Mn ²⁺ (1)	49,78	0,026	2,05

Темир (II) иони темир (III) ионига қараганда экотоксикантлар ичида юқорироқ персистентлигига ҳамда тупроқ ва ўсимликларда тўпланиб туриш хусусиятига эга. Темир ионларни индивидуал эритмаларда сорбцион-спектроскопик усул билан ўрганиш натижалари, ҳамда бегона ҳалақит

бераётган катионларнинг таъсирини ўрганиш натижалари асосида хулоса қилиш мумкинки, модел аралашмаларда ўрганилаётган металлни аниқлаш мумкин ва уларни келгусида реал табиий объектларни таҳлил қилишда қўллаш мумкин.

8-жадвал

Мураккаб аралашмалар таркибидан сувли муҳитда темир (II) ионларни ИМНМФ аниқлаш усулининг текшириш натижалари (P=0,95, n=5)

Киритилди, мг/л	Топилди, мг/л	S	Sr
0,02	0,019±0,003	0,0012	0,064
0,04	0,041±0,004	0,0014	0,035
0,06	0,058±0,006	0,0021	0,035
0,08	0,080±0,002	0,0013	0,016

Ишлаб чиқилган сорбцион-спектроскопик усулларни турли атроф-муҳит объектларидан темир (II) ионларини иммобилланган нитрозо реагентлар ёрдамида аниқлашнинг аналитик қўлланилиши 9-,10-жадвалларда келтирилган.

9-жадвал

Сув намуналарида темирни сорбцион-фотометрик аниқлаш (V=100 см³; P=0,95; n=5; λ=670нм, рН=5,6)

№	Киритилди Fe ²⁺ , мкг	ΔR	F(ΔR)	Топилди Fe ²⁺ , мкг	X	S	Sr
1	10,00	0,073 0,074 0,074 0,073	5,886 5,794 5,794 5,886	9,63 10,00 10,00 9,63	9,82	0,250	0,026
2	10,00	0,074 0,075 0,074 0,073	5,794 5,704 5,794 5,886	10,00 10,40 10,00 9,63	10,23	0,186	0,018

Ишлаб чиқилган усул ёрдамида олинган натижаларни аниқлиги ва қайта такрорланувчанлиги, табиий сувлар намуналарида қўшимчалар қўшиш усули, “киритилди-топилди” атом абсорбцион ва атом эмиссион усуллари билан тасдиқланди. Олинган натижалар 9- ва 10-жадвалларда келтирилган. 9-,10- жадваллардан, кўриниб турибдики Ишлаб чиқилган усул Fe(II) ионини иммобилланган нитрозореагент ёрдамида аниқлашга асосланган. ишлаб чиқилган усуллар ёрдамида аниқ ва қайта такрорланувчан натижалар олинди

ва нисбий стандарт четланиш 0,092 дан ошмаслиги ва тавсия этилаётган усулни сувлар анализига қўллаш мумкин.

10-жадвал

Темирни ИМНМФ ва ИМГНА сув намуналарида текшириш (P=0,95;n=5)

Сув намунаси	Топилган Fe, мкг/дм ³ ($\bar{x} \pm \Delta X$)	N	S	S _r
Чирчик д.	10,21±0,09	5	0,11	0,090
Ангрен д.	10,47±0,19	4	0,12	0,082
Анхор д.	9,73±0,14	4	0,09	0,092

Ишлаб чиқилган сорбцион-спектроскопик усуллари рақобатбардошлигини аниқлаш учун баъзи бир метрологик тавсифлари ва аналитик параметрлари, шу кунгача қўлланиладиган аналитик усуллар ёрдамида топилган натижалар билан солиштирилди. Сорбцион-спектроскопик усуллар кўпгина эксплуатацион, аналитик параметрларга: экспресслиги, қайта такрорланувчанлиги, танлаб таъсир этувчанликка эга эканлиги аниқланди.

ҲУЛОСАЛАР

1. Илк бор маҳаллий арзон хомашё асосида иммобилланган органик нитрозореагентлар олинди ва янги реагентларни хусусий аналитик хоссаларини сақлаган ҳолда полимер ташувчиларга иммобиллашнинг муқобил шароити аниқланди ва аналитик реагент сифатида тавсия этилди.

2. Толали полимер ташувчиларга иммобилланган нитрозо реагентлар ва уларнинг темир (II) ионлари билан комплекслари ИҚ- ва электрон спектроскопия усулида натижалари изохланади.

3. MNDO, PM7, PM3 ва AM1 квант-кимёвий ҳисоблаш усуларини қўллаш орқали айрим керакли аналитик тавсифларга (сезгирлик, танлаб таъсир этувчанлиги, реакция контрастлиги ва ўтказиш шароити) эга турли реагентлар тузилишини олдиндан айтиш имконияти кўрсатиб, комплексларнинг спектрал хоссаларини металл ионининг реагент функционал гуруҳи билан координация ҳосил қилишга боғлиқлиги, реагентларни иммобиллаш йўллари аниқлаш, аналитик фаол гуруҳларни ўзгартириш орқали спектрал тавсифларни ўзгариш ҳолати квант-кимёвий баҳоланади.

4. Иммобиллашни муқобил шароитини, сорбцияни, темир (II) ионларини ажратиб олиш даражаси, тақсимланиш коэффициенти, толали сорбентларнинг сорбциялаш ҳажми, темир (II) ионларига нисбатан йўлдош элементлар иштирокида танлаб таъсир этиш натижалари топилди. Уларни солиштириш асосида кам ҳажмдаги минерал кислоталарни микдорий десорбциялаш имконияти ва синтез учун бошланғич моддаларнинг топилиши

осонлиги синтез қилинган органик реагентлар ва толали сорбентларнинг келгусида амалий қўлланилиши тавсия қилинади.

5. Табиий объектларда темир (II) ионини микроикдорларини иммобилланган нитрозо бирикмалар ёрдамида аниқлашнинг янги эффе́ктив сорбцион-спектроскопик усули ишлаб чиқилиб, усулнинг тўғрилиги реал объектларда «киритилди-топилди» ва «қўшимчалар қўшиш» услублари ёрдамида тасдиқланди.

6. Fe (II) ионини оқова сув таркибидан аниқлашнинг технологик схемаси келтирилди. Тавсия этилган усул реал объектларда синаб кўрилди ва «Олмалиқ тоғ-металлургия камбинати» АЖ марказий аналитик лабораторияларида амалиётга тавсия этилди.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.28.03.2018.К/Т.04.02 ПО ПРИСУЖДЕНИЮ
УЧЕНЫХ СТЕПЕНЕЙ ПРИ ТАШКЕНТСКОМ
ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМ ИНСТИТУТЕ**

НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ УЗБЕКИСТАНА

МАДУСМАНОВА НАЗИРА КУЧКАРБАЕВНА

**РАЗРАБОТКА СОРБЦИОННО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИХ МЕТОДОВ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ ЖЕЛЕЗА (II) НОВЫМИ
ИММОБИЛИЗОВАННЫМИ ПРОИЗВОДНЫМИ НИТРОЗО
СОЕДИНЕНИЙ**

02.00.02 – Аналитическая химия

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

Ташкент – 2019

Тема диссертации доктора философии (PhD) зарегистрирована в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан за номером В.2018.4.PhD/Т./850

Диссертация выполнена в Национальном университете Узбекистана.

Автореферат диссертации на трёх языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице Научного совета (www.tkti.uz) и Информационно-образовательном портале «Ziyonet» (www.ziyonet.uz).

Научный руководитель: **Сманова Зулайхо Асаналиевна,**
доктор химических наук, профессор

Официальные оппоненты: **Салиханова Дилноза Саидакбаровна,**
доктор технических наук, старший научный сотрудник

Султанов Марат Мирзаевич,
кандидат химический наук, доцент

Ведущая организация: **Ташкентский институт текстильной и легкой промышленности**

Защита диссертации состоится «__» _____ 2019 г. в «__» часов на заседании научного совета DSC.28.03.2018.K/Т.04.02 при Ташкентском химико-технологическом институте по адресу: 100011, г.Ташкент, Шайхантохурский район, ул. А. Навои, 32. Тел.: (99871)244-79-20 факс: (+99871)-244-79-17; e-mail: info@tkti.uz).

Диссертация зарегистрирована в Информационно-ресурсном центре Ташкентского химико-технологического института за № __, с которой можно ознакомиться в ИРЦ (100011, г.Ташкент, Шайхантохурский район, ул. А.Навои, 32. Тел.: (99871)244-79-20).

Автореферат диссертации разослан «__» _____ 2019 года
(Реестр за № __ от «_____» 2019 г.).

Муталов Ш.А.
Председатель научного совета по
присуждению учёных степеней, д.х.н., профессор

Пулатов Х.Л.
Ученый секретарь научного совета по
присуждению учёных степеней, к.т.н., доцент

Сидиков А.С.
Председатель научного семинара при
Научном совете по присуждению учёных
степеней, д.х.н., профессор

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. В мире с развитием промышленных технологий количество тяжелых и токсичных металлов в сточных водах все возрастает. Роль сорбентов для очистки сточных вод от тяжелых и токсичных металлов большая. Но иммобилизация органических реагентов на выпускаемых сорбентах мало изучена. Иммобилизация органических реагентов на сорбенты даёт возможность одновременно определять, концентрировать и отделять. Благодаря экологической безопасности, низкой себестоимости, удобствам в использовании и возможности многократной регенерации интерес к данным сорбционным материалам растет. Поэтому такие сорбенты с иммобилизованными органическими реагентами для определения и отделения тяжелых металлов на сегодняшний день открывают большие возможности.

Во всем мире тяжелые металлы (ТМ) относятся к основным приоритетным загрязнителям окружающей среды и при исследованиях по их определению и мониторингу используются сорбенты с иммобилизованными органическими реагентами. Аналитики отдельное внимание уделяют «гибридным» методам, которые сочетают в себе концентрирование и физико-химическое определение. На сегодняшний день ведутся научные исследования по выявлению механизма иммобилизации реагентов на сорбенты и определению аналитических свойств, выбору оптимальных условий комплексообразования и иммобилизации, а также по направленному улучшению физико-химических характеристик сорбентов. Поэтому синтез органических реагентов из местного сырья и определение их свойств иммобилизацией на волокнистые сорбенты имеет важное значение.

В Республике большое внимание уделяется вводимых в строй промышленных предприятий, использующих современные технологии, проводится модернизация производства ряда новой продукции для различных отраслей промышленности. Достигнуты научные и практические результаты по получению новых ионообменных полимерных материалов из местного сырья и их использовании для очистки промышленных вод от ионов тяжелых металлов. В Стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан определены важные задачи по «дальнейшей модернизации и диверсификации промышленности путем перевода его на качественно новый уровень, направленного на опережающее развитие высокотехнологичных обрабатывающих отраслей, прежде всего по производству готовой продукции с высокой добавленной стоимостью на базе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов»¹. В связи с этим, синтез новых иммобилизованных органических реагентов из отходов химической промышленности для научных исследований по разработке технологии

¹ Указ Президента Республики Узбекистан за №УП-4947 «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан в 2017-2021 годах» от 7 февраля 2017 года.

очистки сточных вод имеет важное значение.

Данное диссертационное исследование в определенной степени служит выполнению задач, изложенных в Указах Президента Республики Узбекистан №УП-4947 «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан в 2017-2018 годах» от 7 февраля 2017 года и в Постановлении от 25 октября 2018 года № ПП-3983 «О мерах по ускоренному развитию химической промышленности Республики Узбекистан», а также в других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

Соответствие исследования с приоритетными направлениям развития в республике науки и технологий. Данное диссертационное исследование выполнено в соответствии с приоритетными направлениями развития науки и технологий VII. Химические технологии и нанотехнологии

Степень изученности проблемы. Анализ литературы показывает, что в настоящее время для определения ионов Fe (II) разработаны оптические, физические и др. методики его определения. Но твердофазно-спектроскопические методы с использованием иммобилизованных органических реагентов (ИМОП) стали развиваться сравнительно недавно и быстро. В настоящее время в научной и технической литературе по данной тематике мало достаточного материала по иммобилизованным реагентам и их реакциям комплексообразования с железом (II). Поэтому необходимость в разработке новых, более совершенных и современных методов определения железа весьма актуальна и важна. Доказано, что требования предъявляемые к чувствительности и воспроизводимости (валидация) считаются одним из новых направлений твердофазно-спектроскопических методов с применением органических реагентов.

В этом направлении многие ученые (Решетняк Е.А., Никифорова Т.Е., Запорожец О.А., Саввин С.Б., Жерри Ферд, Келнер Р, Мессика А., Маркелов М., Леинер М., Увоефбеис О.) в области разработки электро-, термохимических, флуоресцентных методов в качестве носителей использовали различные силикагели, природные цеолиты, ПЭ пленки, нитрат целлюлозы, поликапроамид, гелевые мембраны, модифицированные кремнеземы. Методы определения ионов железа (II) оптическими методами с использованием иммобилизованных органических реагентов на различные волокна мало изучены. В настоящее время много данных по использованию хелатообразующих сорбентов, имеющих в своем составе химически активные группы, образующие комплексы с ионами металлов, но синтез таких сорбентов очень сложен. Методы сорбционно-спектроскопического определения редких, редкоземельных и тяжелых металлов разработаны Ю.А.Золотовым, С.Б. Саввинным, Г.М. Мясоедовой и др. учеными, которые в качестве носителя использовали полиакрилонитрильное волокно, наполненное гранулированными ионитами.

В Узбекистане определением элементов с помощью химических сенсоров и разработкой тест-методов занимаются Геворгян А.М.,

Абдурахманов Э.(электрохимически метода), Джиянбаева Р.Х., Кабулов Б.Д., Насимов М.А., Шестерова И.П., Турабов Н.Т.(оптические методы) и др. Твердофазная спектроскопия в отличие от экстракционных методов не требует применения вредных растворителей, что обеспечивает экологическую безопасность анализа. Разработка современных и усовершенствованных методов определения тяжелых токсичных металлов, с улучшенными аналитическими параметрами, экспрессностью, в соответствии с требованиями современности на сегодняшний день важна и необходима из-за малоизученности научно исследовательских работ в этом направлении.

Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ высшего учебного заведения. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ фундаментальных и прикладных проектов Национального университета Узбекистана: Ф.22-7 «Региоселективный синтез органических реагентов» и А-12-53 «Иммобилизованные реагенты на полимерных носителях в разработке фотометрических и сорбционно-фотометрических методов определения экотоксикантов в объектах окружающей среды».

Целью исследования является разработка экспрессных, высокоизбирательных и высокочувствительных сорбционно-спектроскопических методик определения железа (II) с использованием новых иммобилизованных нитрозосодержащих органических реагентов.

Задачи исследования:

целенаправленный синтез новых нитрозосодержащих реагентов и нахождение перспективных методик их модификации;

оптимизация условий иммобилизации органических реагентов с сохранением аналитических свойств;

определение химизма цветных реакций комплексообразования иммобилизованных нитрозоафтаолов (ИМНР) с ионами железа (II);

исследование строения, структуры аналитических форм иммобилизованных нитрозореагентов и показать связь между строением и аналитическими свойствами;

установление влияния физико-химических параметров и оптимальных условий иммобилизации нитрозореагентов, имеющих специфичные аналитические группы на волокнистые сорбенты;

применение разработанных методик в анализе различных по природе модельных бинарных, тройных и более сложных смесей, стандартных образцов природных и сточных вод, промышленных материалов и разработка их технологических схем.

Объектами исследования послужили различные объекты окружающей среды, промышленные материалы, а также стандартные образцы природных и сточных вод, сплавы и др.

Предметом исследования был выбран ион железа (II), а также его соединения, являющиеся экотоксикантами и загрязнителями окружающей

среды, тяжелые и токсичные металлы.

Методы исследований. В качестве методов исследования были выбраны оптические (сорбционно-спектроскопические, метод отражательной спектроскопии (МОС), атомно-абсорбционный); статистические методы вычисления полученных данных. Используются также элементный, ИК-, ПМР – спектроскопические методы анализа и квантово-химический расчет.

Научная новизна состоит в следующем:

впервые синтезированы новые иммобилизованные реагенты для определения Fe (II);

впервые установлена иммобилизация органических реагентов на основе нитрозоафта на волокнистые носители для определения ионов железа (II);

доказан химизм и строение аналитических реакций с функционально-аналитическими группами реагента, взаимодействующего с ионами железа (II) и установлено влияние природы аналитико-активных групп на комплексообразование;

определены преимущества и недостатки иммобилизованных реагентов нитрозореагентов (НР), используемых в качестве новых нитрозо соединений на ионы железа (II) по сравнению с аналогичными соединениями, используемыми в растворах.

Практическая значимость состоит в следующем:

использовании полиакрилонитрильной матрицы в качестве носителя для иммобилизации нитрозосоединений и подбор их оптимальных условий с сохранением специфичных аналитических свойств иммобилизованных реагентов;

определены результаты комплексообразования ионов железа (II) с нитрозосоединениями, иммобилизованными на полиакрилонитрильное волокно;

разработана экспрессная, селективная и чувствительная сорбционно-спектроскопическая методика определения Fe (II) иммобилизованными нитрозосоединениями;

применение методики твердофазно-спектроскопического определения железа к анализу различных природных объектов (образцов природных, сточных, питьевых вод и почв).

Достоверность полученных результатов обоснован проведением математического исследования полученных результатов на основе общепринятых критериев, подтвержденных методами добавок, «введено-найдено» и др. на реальных образцах объектов окружающей среды и сравнением со стандартными образцами природных вод и бронз. Обработка полученных результатов проведена с использованием методов математической статистики.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования состоит в иммобилизации органических реагентов на основе производных нитрозосоединений на волокнистые носители для увеличения селективности

определения ионов железа. Механизм и природа взаимодействия иммобилизованных реагентов доказаны ИК- и электронной спектроскопией.

Практическая значимость результатов исследования заключается в применении иммобилизованных органических реагентов на основе нитрозопроизводных к анализу объектов окружающей среды (природные, сточные, питьевые воды, почвы и др), опробировании в практике анализа лабораторий Алмалыкского горно-металлургического комбината при определении микросодержаний ионов железа с улучшенными метрологическими и аналитическими характеристиками.

Внедрение результатов исследования. На основе научных исследований по определению ионов железа новыми иммобилизованными производными нитрозосоединений сорбционно-спектроскопическим методом, предложенными в данной работе, результаты внедрены в:

на аналитический метод определения ионов железа получен патент на изобретение Агентства интеллектуальной собственности Республики Узбекистан (№ IAP 05417, 2017г.). В результате разработанный метод даёт возможность определения ионов железа новыми аналитическими реагентами на основе нитрозосоединений;

целенаправленно синтезированный 2-нитрозо-5-метоксифенол иммобилизованный на волокнистый сорбент СМА-1 применен для определения ионов железа в лаборатории Алмалыкского горно-металлургического комбината (справка ФБ-20/20054 от 29.06.2018 г. АО «Алмалыкского горно-металлургического комбината») при выборе методов извлечения ионов железа (II). В результате разработанных методик с использованием иммобилизованного 2-нитрозо-5-метокси фенола при сорбировании ионов железа эффективность процесса очистки повысилась на 85–90%.

целенаправленно синтезированный 2-гидрокси-5-нитрозо-1-нафталальдегид, иммобилизованный на волокнистый сорбент СМА-1 применен для определения ионов железа в лаборатории Алмалыкского горно-металлургического комбината (справка ФБ-20/20054 от 29.06.2018 г. АО «Алмалыкского горно-металлургического комбината») при выборе методов извлечения ионов железа (II). В результате разработана методика определения ионов железа с использованием иммобилизованного 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталальдегид при очистке сточных вод.

Апробация результатов исследования. Результаты исследования доложены и обсуждены на 14 научно-практических конференциях, в том числе 5 международных и 9 республиканских

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации получен патент РУз и опубликовано 19 научных работ, из них 5 научных статей, в том числе 3 в республиканских и 2 в международных журналах, рекомендованных для публикации основных научных результатов диссертации доктора философии (PhD) Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, выводов, списка цитированной литературы и приложения. Объем диссертации составляет 132 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность и необходимость проведенных исследований, цель и задачи исследования, а также определены объект и предмет исследования, показано соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики, изложена научная новизна и практические результаты исследования, раскрыто теоретическое и практическое значение полученных результатов, приведены данные по опубликованным работам и структуре диссертации.

Первая глава **«Оптические методы анализа для определения ионов железа»** содержит литературный обзор, посвященный анализу работ, опубликованных по сорбционно-спектроскопическим методам определения тяжелых металлов, а также представлен обзор литературы, характеризующий способы иммобилизации реагентов, их применение в сорбционно-спектроскопических и визуально-тестовых методах, оптических химических сенсорах. Систематизированы данные об определении железа в различных объектах с использованием иммобилизованных реагентов. Отмечено, что работы по иммобилизации органических реагентов на волокнистых сорбентах для определения железа изучены не полно, что и предопределило выбор объектов исследования.

Во второй главе диссертации **«Приборы оборудование и материалы, используемые при проведении экспериментов»** представлены сведения об используемом оборудовании, материалах и методике проведения исследований, описаны условия получения иммобилизованных реагентов, представлены методики эксперимента. Для снятия спектров отражения с твердой поверхности и изучения зависимости коэффициента отражения (R), функции коэффициента отражения $F(R)$ от различных факторов использовали автоматический регистрирующий спектрофотокориметр “Пульсар” и двухлучевой регистрирующий спектрофотометр UV–ViS SPECORD M-40. Принцип действия первого прибора основан на одновременном измерении коэффициента отражения или пропускания на 24 фиксированных длинах волн в видимой области спектра (380-720 нм) за одну вспышку импульсной лампы с последующей математической обработкой результатов измерений с помощью встроенной микро-ЭВМ. В качестве источника излучения спектров использовали импульсные лампы МФК-150 и ИСК-25.

Технические данные прибора UV–ViS SPECORD M-40. Оптическая система: двойной монохроматор в УФ области с дифракционной решеткой, равной 1302 штр/мм; фильтры 31000-25000 см^{-1} , цветное стекло WK 36 25000-195000 см^{-1} , цветное стекло GA 48 195000-14000 см^{-1} и RA67 14000-11000 см^{-1} , источником излучения служила дейтериевая лампа Δ_2E , а для УФ-

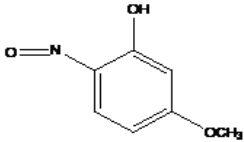
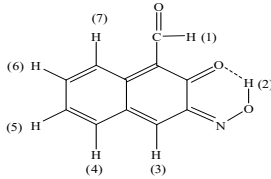
области спектра галогенная лампа с напряжением 6 В и мощностью 20 Вт для видимой области спектра.

При получении ИМОП использовали органические соединения, синтезированные на кафедре органической химии НУУз, содержащие различные нитрозоокси группировки (табл.1.). Данные реагенты содержат в своих молекулах электронодонорные (ЭД) и электроноакцепторные заместители, поэтому они перспективны по чувствительности и избирательности.

«Иммобилизация» при применении к нитрозо реагентам в широком плане включает ограничение подвижности молекул соединений за счет их реакций с функциональными группами полимерных материалов, а в узком смысле-химические методы их закрепления. Исследованы химико-аналитические

Таблица 1

Органические реагенты, применяемые для иммобилизации

№ п/п	Наименование реагента	Техническое (сокращенное) название Брутто формула	Структурная формула
1.	2-Нитрозо-5-метоксифенол	(НМФ) $C_7H_7O_3N$ Mr=153,14	
2.	2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталдегид	(ГННА) $C_{11}H_7N_1O_3$ Mr=201	

свойства нитрозосоединений, иммобилизованных на носителях на основе полиакрилонитрила, изготовленного из местного, доступного и дешевого сырья (табл.2.). Установлено, что ОР на основе нитрозосоединений после иммобилизации на ПАН волокнах, сохраняют свои химико-аналитические свойства. Условия образования комплексов железа на матрице адекватны образованию комплексов, полученных в растворе, поэтому их можно использовать в качестве чувствительных слоев оптических сенсоров.

Таблица 2

Физико-химические характеристики использованных реагентов

Краткое название	Цвет	Выход, %	Rf	C, H, N состав %					
				Расчитанное			Найденное		
				C	H	N	C	H	N
НМФ	Желтый	62,4	0,69	54,90	4,61	9,15	54,28	4,15	9,95
ГННА	Светло желтый	58,8	0,67	65,67	3,48	6,96	65,03	3,12	6,74

В качестве твердого носителя использовали полимерные сорбенты, выпускаемые в промышленности и синтезированные на кафедре химии полимеров хим.фака НУУз (СМА-1, СМА-2, СМА-3, МХ-1, ППА и ППМ). Некоторые характеристики полимерных носителей приведены в табл.3.

Волокнистые сорбенты обладают хорошими кинетическими и ионообменными характеристиками. Они представляют собой тонкие материалы, устойчивые к агрессивным средам и механическим воздействиям, проявляют лучшую способность к набуханию. Носители также используются при концентрировании компонентов с целью последующего их определения инструментальными методами или отделения мешающих катионов и анионов.

Таблица 3

Некоторые характеристические данные полимерных носителей

Название волокна	Иммобилизованный реагент	Модифицированные группы	Цвет волокна	Цвет волокна после иммобилизации
СМА 1	НМФ	Гексаметилендиамин (ГМДА)	Бежевый	Коричневый
СМА 2	НМФ ГННА	Гидроксиламин серноокислый (ГА)	Бежевый	Светло-коричневый
СМА-3	НМФ	Этилендиамин	Оранжевый	Светло-коричневый

Основные преимущества синтезированных волокнистых материалов – их высокая удельная поверхность, которая примерно на 2 порядка выше, чем у гранульных сорбентов и в 5-6 раз, чем у полимеров пористой структуры. Диаметр частиц сорбентов на 1-2 порядка меньше среднего размера частиц гранульных сорбентов.

В третьей главе «**Аналитические характеристики иммобилизованных органических производных нитрозоафтолов**» подробно обсуждаются и приведены основные результаты исследования аналитических свойств НР группы нитрозоафтола; результаты экспериментальных исследований по выбору оптимальных условий их иммобилизации.

С целью установления оптимальных условий иммобилизации в каждой системе НР-носитель иммобилизацию изучали методом построения кривых зависимости интенсивности коэффициента отражения от времени контакта, температуры, кислотности среды, концентрации реагента и др. факторов. Обобщенные данные по оптимизации условий иммобилизации приведены в табл. 4.

Из таблице 4 видно, что реагенты группы нитрозофенолов иммобилизуются на носитель в течение от 5 до 10 минут, максимальная концентрация реагентов на сорбенте составляет от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до $1,0 \cdot 10^{-3}$ моль, что соответствует их сорбционной и динамической обменной ёмкостям.

Результаты оптимизации условий иммобилизации органических реагентов на различных по природе носителях

Система реагент-носитель	Концентрация реагента в растворе, М	Время иммобилизации, мин.	рН среды	Содержание иммобилизованного реагента, М
СМА-1 : НМФ	$1,0 \cdot 10^{-4}$	4	5-6	$1,0 \cdot 10^{-4}$
СМА-2: ГННА	$1,0 \cdot 10^{-4}$	6	5-6	$1,0 \cdot 10^{-4}$

При выборе способа получения аналитического сигнала на поверхности носителя пользовались способом, предполагающим предварительное концентрирование органического нитрозореагента и последующего комплексообразующего его взаимодействия с ионами определяемого железа.



При этом иммобилизация органических реагентов на твердые волокнистые сорбенты происходит за счет химического взаимодействия функциональных групп органических реагентов и полимеров. Исследование механизма иммобилизации реагентов на носители происходит за счет взаимодействия функциональных групп НР и сорбента. Сравнение спектров нативного и иммобилизованного реагентов и их комплексов показало, что функционально-аналитические группировки сходны между собой.

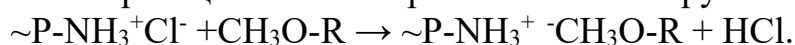
При изучении механизма иммобилизации исходили из предположения, что закрепление реагентов на носителях происходит за счет взаимодействия функциональных групп у НМФ – метокси и у ГННА – альдегидной группами между ОР и ионизированной NH_2 - группой сорбента. Квантово-химическими методами изучена возможность предполагаемой координации образуемых комплексов ионов железа (II) с иммобилизованными органическими реагентами. Полуэмпирическими методами MNDO, PM3, AM1 рассчитаны электронные плотности реагентов и электроотрицательности (ЭО) атомов у реагентов и найдено, что у НМФ наибольшая ЭО наблюдается у атома кислорода ОСН₃- метокси группы и кислорода альдегидной группы у ГННА. Так, вероятно наличие в молекулах НМФ метоксигруппы и у ГННА альдегидной группы обуславливает возможность иммобилизации данных реагентов на носителе за счет донорно-акцепторной и ионной связей. На иммобилизацию ОР по предполагаемой схеме указывают и данные ИК-спектроскопии.

Данные ИК-спектроскопических исследований показывают, что в молекулах НМФ и ГННА координированные группы –NO связи валентные колебания частот гипсохромно сдвинуты на $105-200 \text{ см}^{-1}$ для связей, –ОН-группы валентные колебания сдвинуты батохромно на $40-100 \text{ см}^{-1}$. Это указывает на то, что координация происходит за счет нитрозо- и гидроксо- групп молекулы реагентов. Характеристическая частота колебания наблюдается в области 1600 см^{-1} –NO группы и для –ОН группы наблюдается

в области 3000-3600 см⁻¹. Смещение полос на сорбентах характерных для нитрозо- и окси- групп ($\Delta\nu$ колеблется от 60-200 см⁻¹) позволяет сделать вывод, что происходит смешанный тип взаимодействия, кроме ионной связи, также происходит образование сильных межмолекулярных водородных связей между реагентом и носителем.

Согласно литературным данным, для образования прочных и интенсивно окрашенных комплексов состава 1:1 и 1:2 необходимо такое закрепление реагента в матрице, которое позволило бы получить оптимальные межмолекулярные расстояния между функциональными группами и их ориентацию. Использование в качестве реагента нитрозофенола позволило получить сорбент с оптимальной геометрией комплексообразующих групп.

Найдено, что метокси- и альдегидная группы изученных реагентов вступают в реакцию с ионизированной аминогруппой сорбентов по схеме:



На протекание реакции по предполагаемым схемам указывают обнаруженные значения смещения полос поглощения в ИК-спектрах иммобилизованных систем, соответствующих ФАГ сорбентов и иммобилизованных реагентов, участвующих в этих реакциях и результаты расчетных данных. Сопоставление ИК-спектров комплексов и органических реагентов показало, что в спектре комплексов появляются полосы в диапазоне 650-480 см⁻¹, отсутствующие в ИК-спектрах реагентов, отнесенные к колебаниям, ответственным за валентные связи -O-Me.

Изучено влияние кислотности, температуры, и др. факторов на комплексообразование органических реагентов группы нитрозофенолов с ионами железа (II) (табл.5.).

На рис.1-6 показана зависимость величины аналитического сигнала спектров отражения природы буфера и времени от кислотности анализируемого раствора для ионов железа с ИМНР. Сравнены аналитические характеристики и метрологические параметры комплексообразования в растворе и на твердом носителе СМА-1 иммобилизованным НФ, сравнены их аналитические характеристики в растворе и на носителе (табл.5.). Полученные экспериментальные данные показывают, что реакции комплексообразования отличаются достаточной контрастностью ($\Delta\lambda=100-230$).

Таблица 5

Оптимальные значения pH комплексообразования

Природа комплекса	λ_{max} MeR, нм	λ_{max} HR, нм	$\Delta\lambda$	Оптимальное значение pH среды
Fe-ИМНМФ	670	440	230	5,0-6,0
Fe-ИМГННА	540	440	100	5,0-6,0

Отмечено улучшение метрологических параметров и аналитических характеристик методик с использованием ИМНР по сравнению с аналогичными реакциями, проводимыми в обычном фотометрическом

варианте. Увеличение избирательности при использовании иммобилизованных органических реагентов объясняется тем, что при комплексообразовании на твердой фазе более высоки требования к конфигурации и устойчивости полученных комплексов, образуемых различными ионами.

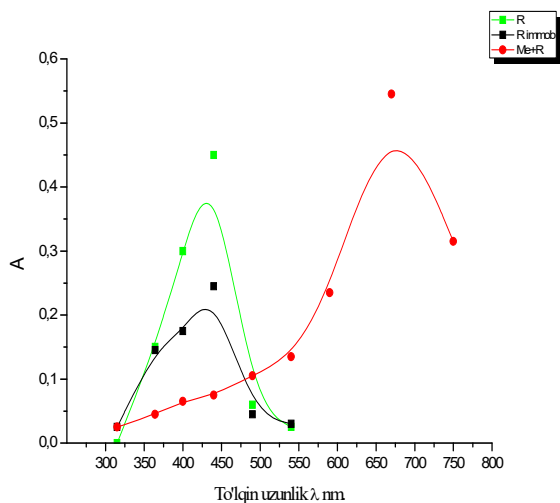


Рис.1 Спектры поглощения раствора реагента НМФ до (1) и после (2) пропускания через носитель, (3) – спектры поглощения комплекса.

При использовании нитрозосоединений по сравнению с обычным фотометрическим вариантом при определении железа наблюдается увеличение прочности образуемых комплексов (сдвиг рН в более кислую область), смещение интервала определяемых концентраций на порядок для исследованных ИМОР.

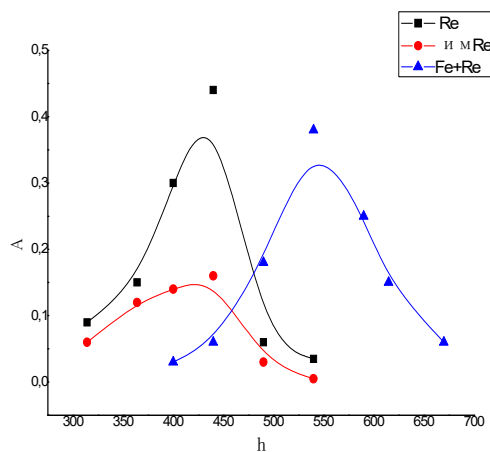


Рис.2 Спектры поглощения раствора реагента ГНА до (1) и после (2) пропускания через носитель, (3) – спектры поглощения комплекса

Были проведены эксперименты по установлению возможности определения ионов металлов из различных объемов и природы растворов в динамических условиях (табл.6.). Из таблицы видно, что полученные результаты достаточно приемлены и надежны.

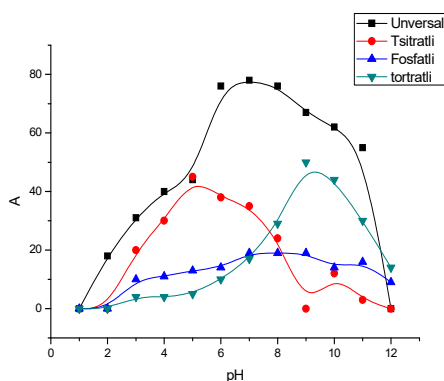


Рис. 3 Влияние природы буферных растворов реагента НМФ

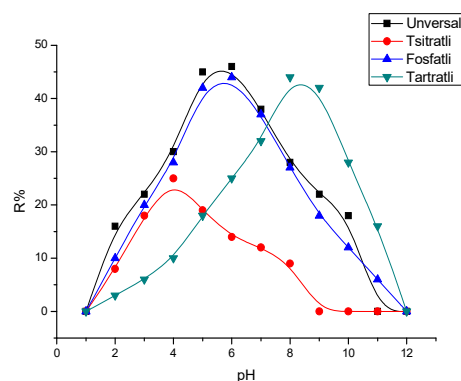


Рис. 4 Влияние природы буферных растворов реагента ГННА

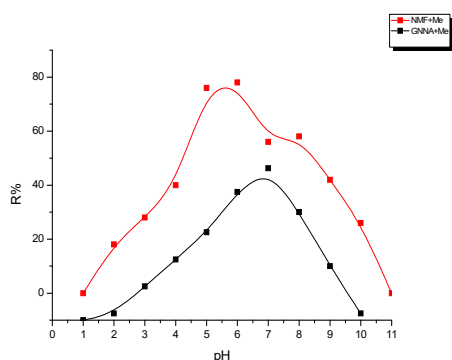


Рис.5. Влияние рН на иммобилизацию

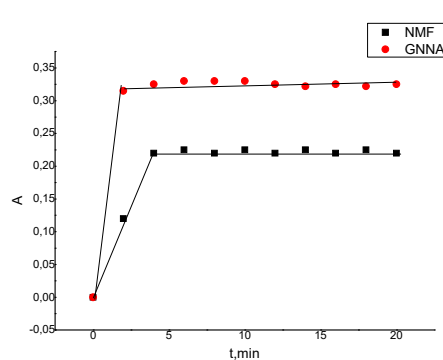


Рис.6 Зависимость степени извлечения железа от времени контакта фаз

Для описания сорбции на твердой поверхности различных веществ из растворов используют уравнения адсорбции Ленгмюра (1) в случае однородной поверхности или Фрейндлиха (2) в случае неоднородной поверхности.

$$\frac{[C]}{a} = \frac{1}{a_m K} + \frac{1}{a_m} [C] \quad (1) \quad \lg a = b + n \lg [C] \quad (2)$$

где $[C]$ - равновесная концентрация иона железа(II) моль/л; a – содержание железа(II) в полимерной матрице, моль/г; a_m - величина предельной сорбции, моль/г; K – константа сорбции; n , b – коэффициенты.

Экспериментальные данные сорбции железа (II) ИМНМФ и результаты их обработки в линейных координатах по уравнениям Ленгмюра и Фрейндлиха использованы для построения изотерм сорбции. Как видно из полученных результатов, изотерма сорбции железа (II) матрицей хорошо описывается уравнением (2). Изменение оптической плотности от концентрации в растворе определяется характером сорбции железа (II) полиакрилонитрильной матрицей, иммобилизованной реагентом НМФ. Поскольку сорбция железа (II) матрицей описывается уравнением Фрейндлиха, то изменение оптической плотности от концентрации железа

(II) в растворе можно линеаризовать в логарифмических координатах ($\lg \Delta A_{490} - \lg C_{Fe(II)}$)(рис.7).

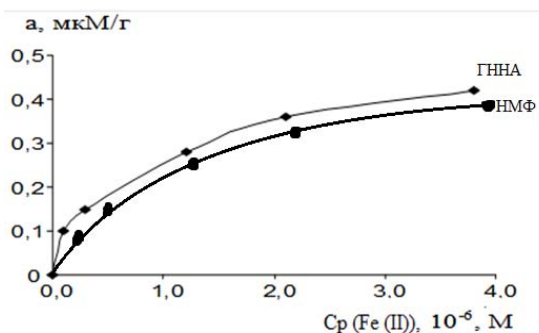


Рис. 7. Экспериментальные данные сорбции железа ИМФ и результаты их обработки в линейных координатах по уравнениям Ленгмюра и Фрейндлиха.

Проведены эксперименты по определению железа (II) из различных объемов (табл. 6.).

Таблица 6

Результаты определения металлов с помощью иммобилизованных органических реагентов из различных объемов ($C_{Me} = 10,0$ мкг)

$V_1, \text{см}^3$	ИМНМФ – Fe			ИМГННА- Fe		
	F(ΔR)	Найдено, мкг	Коэф. концен.	F(ΔR)	Найдено, мкг	Коэф. концен.
25	5,704	10,05	100,5	15,120	9,98	99,8
50	5,700	10,25	102,5	15,125	9,95	99,5
100	5,794	10,02	100,2	15,405	9,97	99,7
200	5,794	10,22	102,2	15,405	9,97	99,7
250	5,886	9,95	99,5	15,681	9,75	97,5
500	6,187	9,55	95,5	18,321	9,25	92,5

На основе полученных результатов, можно сделать вывод, что возможно концентрирование из различных объемов и при этом его коэффициент концентрирования составляет более 90 %.

При использовании 1М раствора азотной кислоты вместе с ионами железа с поверхности носителя десорбируется и реагент. При исследовании процесса сорбция – десорбция было найдено, что молекулы реагента остаются закрепленными на носителе и при действии 4М раствора хлористоводородной кислоты не удаляются с его поверхности. Поэтому возможно многократное использование сорбента. Иммобилизованный реагент не теряет своих сорбционных характеристик по отношению к иону железа при проведении 10 циклов: иммобилизованный на полимерный носитель реагент – сорбция ионов железа в динамическом режиме – десорбция 1М раствором азотной кислоты – промывка сорбента дистиллированной водой (рис. 8.). После десорбции реагента поверхность носителя может быть иммобилизована другими производными нитрозоафтолов.

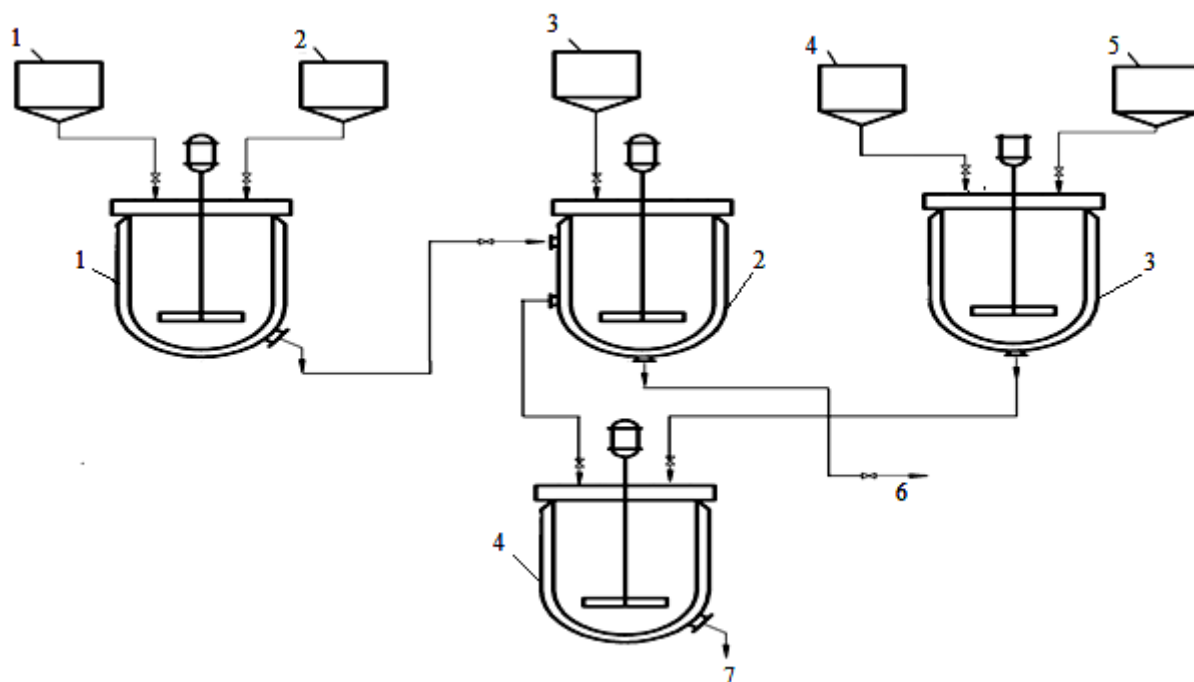


Рис.8. Технологическая схема иммобилизации реагента на волокнистый носитель

1- емкость для волокна СМА-1; 2-емкость для раствора 0,1 М НСІ ;
 3-емкость для дистиллированной воды; 4-емкость для раствора 2-нитрозо-5-метокси
 фенола; 5-емкость для 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталъдегида; 6-емкость для
 дистиллированной воды; 7-емкость для слива вод; 8-готовый продукт.

1. Волокнистый сорбент СМА -1 взвешивают по 2,0 г и промывают 500 мл 0,1М раствора НСІ переводя волокно в ионизированную СІ форму, затем промывают несколько раз дистиллированной водой (2-3 раза) и проверяют на нейтральность Готовые иммобилизованные носители хранят в чашках Петри.

2. 0,1%ные растворы 2-нитрозо 5-метокси фенола и 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталъдегида готовят взвешиванием 0,100 гр. реагентов на аналитических весах и разбавляют водой до метки в мерной колбе на 100 мл. Готовые растворы хранят для последующего применения.

3. Методика иммобилизации: в мерные стаканы на 50 мл наливают по 10 мл 0,1%-ного раствора 2-нитрозо 5-метокси фенола опускают туда на 0,2000 гр волокна и перемешивают стеклянной палочкой в течение 5-8 минут. Затем волокна промывают дистиллированной водой и измеряют количество реагента, иммобилизованного на волокнистый носитель. (рис.8.)

4. Методика иммобилизации: в мерные стаканы на 50 мл наливают по 10 мл 0,100%-ного раствора 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталъдегида опускают туда 0,2000 гр волокна и перемешивают стеклянной палочкой в течение 5-8 минут. Затем волокна промывают дистиллированной водой и измеряют количество реагента, иммобилизованного на волокнистый носитель (рис.8.).

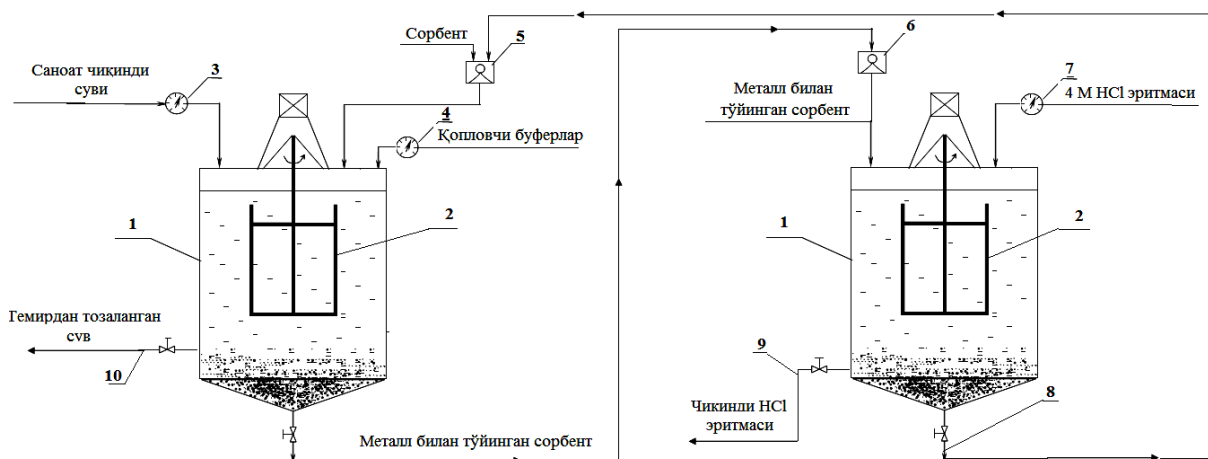


Рис. 9. Принципиальная технологическая схема очистки промышленных вод от ионов Fe(II).

1-реактор; 2-мешалка; 3-расходомер для измерения объема воды; 4-расходомер для измерения объема буфера; 5-весы для взвешивания сорбента; 6-весы, измеряющие сорбент, насыщенный ионами металла; 7-расходомер, измеряющий количество 4 М HCl; 8- десорбированный сорбент; 9- использованный раствор HCl; 10- вода, очищенная от железа.

При изучении возможности многократного использования носителей для прогнозирования применимости сорбентов в процессе сорбция – десорбция проведена регенерация НР с носителем. Значения коэффициентов отражения и разностей оптических плотностей до и после регенерации с носителями для различных циклов хорошо воспроизводятся.

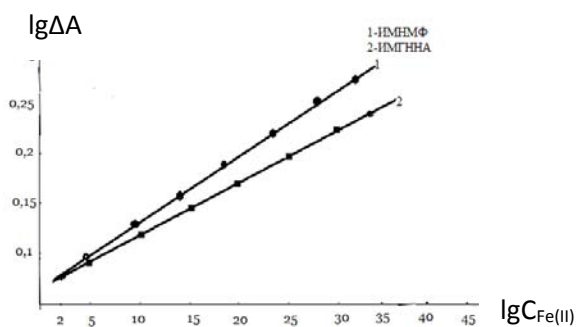


Рис. 10. Градировочный график определения железа с ИМНМФ

Установлено, что волокнистые носители с иммобилизованными НМФ и ГННА повторно после регенерации можно использовать до 6-8 раз.

Для изучения селективности сорбционно-спектроскопической методики определения ионов железа были приготовлены смеси растворов, содержащие 0,05 мкг/мл железа и от 0,05 до 100 мкг/мл других ионов металлов и анионов.

В четвертой главе «**Аналитическое применение иммобилизованных производных нитрозоафтолов**» приводится обсуждение результатов комплексообразования ионов железа (II) с ИМНР производных нитрозоафтолов в твердой фазе, найдены их оптимальные условия, сравнены свойства выбранных ИМНР в растворе и в иммобилизованном

состоянии. Также приводятся данные по аналитическому применению разработанных методик определения железа (II) с помощью иммобилизованных органических производных нитрозоафтолов в различных объектах окружающей среды. Проведена оценка правильности и воспроизводимости результатов по стандартным образцам.

Для количественного определения железа (II) в реальных объектах водах, почвах, рудах, промышленных материалах и природных объектах, прежде всего, необходимо установить какие посторонние компоненты будут оказывать мешающее влияние на аналитический сигнал железа (II) и соответственно, точность его определения. Для этого были составлены модельные бинарные, тройные и более сложные смеси железа (II) с посторонними мешающими металлами, предельно допустимые концентрации которых не оказывают существенного мешающего влияния на определяемые металлы (табл.7-,8-)

Таблица 7

Результаты сорбционно-фотометрического определения железа с ИМНМФ в бинарных, тройных и более сложных модельных смесях (P=0,95; n=5)

Состав анализируемой смеси, мкг	Найдено Cu, мкг ($\bar{x} \pm \Delta X$)	S	S _r
Fe(10,0)+ Co(10,0);	10,01±0,35	0,01	0,03
Fe(1,0)+Zn(15,0);	0,94±0,09	0,08	0,08
Fe(1,0)+Pb(2,0)	0,94±0,09	0,08	0,084
Fe(2,0)+Pb(1,0)+Cu(1,0);	1,96±0,18	0,16	0,081
Fe (2,0)+Pb(1,0)+ Cu(10,0);	2,03±0,21	0,19	0,096
Fe(2,0)+Cu(2,0)+Pb(10,0);	1,96±0,18	0,16	0,08
Fe(1,0)+Pb(1,0)+Cr(1,0);	1,06±0,21	0,19	0,10
Cu(1,0)+Pb(1,0)+ Fe(13,0)+Cr(10,0);	1,04±0,12	0,11	0,11
Cu(5,0)+Pb(3,0)+Fe(15,0)+Mn(10,0);	4,88±0,68	0,59	0,12
Fe (10,0)+ Cu (5,0)+Zn(15,0)+Co(2,0)+ Al (10,0)+ Ni (10,0).	9,82±0,13	0,25	0,14
K ⁺ ,Na ⁺ (1000)+Co ²⁺ (50)+Ni ²⁺ (50)+ Al ³⁺ (10)+Cd ²⁺ (5)+Mn ²⁺ (1)+Fe ³⁺ (100)	49,78	0,026	2,05

В связи с тем, что железо относится к наиболее опасным представителям экотоксикантов и характеризуются высокой персистентностью (длительной сохранностью в неизменном виде) и способностью хорошо накапливаться в растениях и почве, то контроль за его содержанием становится необходимым и актуальным. Полученные результаты по сорбционно-спектрометрическому определению железа (II) в индивидуальных растворах, а также результатов, полученных при изучении влияния посторонних мешающих катионов, можно заключить, что определение ионов железа (II) в модельных смесях вполне возможно с целью последующего их применения в анализе реальных природных объектов и промышленных материалов.

Таблица 8

**Результаты проверки методики определения железа с помощью
ИМНМФ в водной среде в модельных растворах (n=5, P=0,95)**

Введено железа, мг/л	Найдено железа, мг/л	S	Sr
0,02	0,019±0,003	0,0012	0,064
0,04	0,041±0,004	0,0014	0,035
0,06	0,058±0,006	0,0021	0,035
0,08	0,080±0,002	0,0013	0,016

Разработанные методики сорбционно-спектроскопического определения ионов железа (II) применены к анализу реальных объектов, которые приведены в таблицах 9- и 10-.

Таблица 9

**Результаты определения железа в образцах вод
(V=100 см³; P=0,95; n=5, λ=670нм, рН=5,6)**

№	Введено Fe ²⁺ , мкг	ΔR	F(ΔR)	Найдено Fe ²⁺ , мкг	X	S	Sr
1	10,00	0,073	5,886	9,63	9,82	0,250	0,026
		0,074	5,794	10,00			
		0,074	5,794	10,00			
		0,073	5,886	9,63			
2	10,00	0,074	5,794	10,00	10,23	0,186	0,018
		0,075	5,704	10,40			
		0,074	5,794	10,00			
		0,073	5,886	9,63			

Таблица 10

**Результаты проверки методики определения железа ИМНМФ и
ИМГННА на образцах вод (n=5, P=0,95)**

Проба	Топилган Fe, мкг/дм ³ ($\bar{x} \pm \Delta X$)	N	S	Sr
р. Чирчик	10,21±0,09	5	0,11	0,090
р. Ангрэн	10,47±0,19	4	0,12	0,082
р. Анхор	9,73±0,14	4	0,09	0,092

Правильность результатов определения железа в реальных образцах вод подтверждена методом «введено-найденно», методом добавок, атомно-абсорбционным и атомно-эмиссионным методами. Из табл. 9-,10- видно, что разработанные методики определения железа (II) с помощью ИМНР позволяют получить правильные и воспроизводимые результаты с Sr не превышающим 0,092, что указывает на метрологически обоснованную рекомендацию предлагаемых методик для анализа вод.

Показано, что по метрологическим характеристикам и аналитическим параметрам разработанные методики сорбционно-спектроскопического определения железа (II) превосходят известные, применяемые в химических

лабораториях методики определения с использованием нативных органических реагентов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Впервые получены иммобилизованные нитрозореагенты на основе местного, дешёвого сырья и определены оптимальные условия иммобилизации новых реагентов на полимерные носители с сохранением их аналитических свойств, предложены как аналитические реагенты.

2. Иммобилизованные на полимерные волокнистые носители нитрозо реагенты и их комплексы ионами Fe (II) исследованы ИК- и электронной спектроскопией.

3. Применение квантово-химических методов (MNDO, PM-7, PM-3 AM-1) позволило предсказать структуры нитрозо реагентов и их комплексов, имеющих необходимые аналитические характеристики (чувствительность, избирательность, контрастность). Найдена зависимость спектральных характеристик комплекса от координации ФАГ органического реагента, участвующего в комплексообразовании с ионом железа (II), проведена кванто-химическая оценка изменения спектральных характеристик от введения аналитически активных группировок.

4. Найдены оптимальные условия иммобилизации, сорбции, степени извлечения ионов железа (II), коэффициент распределения, сорбционная емкость сорбентов, а также данные по избирательности ионов железа (II) в присутствии сопутствующих компонентов и на основе сопоставления полученных данных десорбции малыми объёмами минеральных кислот и доступность исходных продуктов синтеза, было предложено практическое применение органических реагентов и волокнистых сорбентов.

5. На основании проведенных исследований по определению микроколичеств ионов железа (II) иммобилизованными нитрозо соединениями, разработаны новые эффективные сорбционно-спектрофотометрические методы определения железа (II). Правильность разработанных методик проверена методом «введено-найдено», «методом добавок».

6. Приведена технологическая схема определения ионов железа (II) из состава сточных вод. Предлагаемый способ был опробован на реальных объектах и внедрен в практику центральной аналитической лаборатории АО «Алмалыкского горно-металлургического комбината».

**SCIENTIFIC COUNCIL AWARDING SCIENTIFIC DEGREES
DSC.28.03.2018.K/T.04.02 AT TASHKENT CHEMICAL-
TECHNOLOGICAL INSTITUTE**

NATIONAL UNIVERSITY OF UZBEKISTAN

MADUSMANOVA NAZIRA KUCHKARBAYEVNA

**DEVELOPMENT OF SORPTION SPECTROSCOPIC METHODS FOR
IRON(II) IONS BY NEW IMMOBILIZED DERIVATIVES OF NITROSO
COMPOUNDS**

02.00.02 – Analytical chemistry

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

Tashkent – 2019

The theme of dissertation doctor of philosophy (PhD) was registered in the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under number B.2018.4.PhD/T./850

The dissertation has been carried out at the national university of Uzbekistan

The abstract of dissertation in three languages (Uzbek, Russian, English (resume)) is available online www.tkti.uz and on the website of «Ziyonet» information-educational portal www.ziyonet.uz.

Research supervisors:

Smanova Zulaykho Asanaliyevna
doctor of chemical sciences, professor

Official opponents:

Salikhanova Dilnoza Saidakbarovna
doctor of technical sciences, professor

Sultanov Marat Mirzayevich
candidate of chemical sciences, docent

Leading organization:

Tashkent institute of textile and light industry

The defense of the dissertation will take place on «__» _____ 2019 in «__» at the meeting of Scientific council DSc.28.03.2018.K/T.04.02 at the Tashkent chemical-technological institute (Address: 100011, Tashkent, A.Navoi street, 32. Phone.: (99871)-244-79-20, fax: (99871)244-79-17. e-mail: info@tkti.uz).

The dissertation has been registred at the Informational Resource Centre of Tashkent chemical-technological institute under №____ (Address: 100011, Uzbekistan, Tashkent, A. Navoi street, 32. Phone.: (99871) 244-79-20.

The abstract of the dissertation has been distributed on «__» _____ 2019 y.
(Protocol at the register № _____ dated «__» _____ 2019 y.)

Mutalov Sh.A.

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

Pulatov Kh.L.

Scientific Secretary of the Scientific Council
For awarding the scientific degrees,
Candidate of Technical Sciences, Docent

Sidikov A.S.

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

INTRODUCTION (abstract of PhD dissertation)

The aim of research work: Elaboration of express, high selective and high-precision sorption-spectrometrical methods of determination of ions Fe (II) with using of new immobilized nitrocontaining organical reagents.

The objects of the research work: Objects of investigation were different objects of environment, industrial materials and also standart samples of natural waters and other.

The scientific novelty of the study is as follows:

for the first time perspectivity of using immobilized organical reagents on the base of nitrozonaphtol for determination of ions Fe(II) has been shown;

chemism of analytical reactions was determined and functionally analytical groups interacting with ions Fe(II), their structure and also influence of analytical – active groups on complexo-formation with ions Fe(II) ware determined;

for the first time purposeful synthesis of new immobilized reagents has been carried out;

method of sorption-spectrometrical determination of different microquantities of ions Fe(II) has been laborotored;

advantages and shortcomings of used immobilized reagents on the base of nitrozanaphtol applicating as new reagents on ions Fe (II) have been shown in comparasion with analogical known reagents at carring out of analyses in solutions.

Implementation of the research results. On the base of scientific investigations by determination of microconcentrations of ions Fe (II) sorption-spectrometrically using in this work obtained results have been introduced in:

on analytical method of determination of ions Fe (II) patent on invention of Agentive of intellectual properts of Respublic of Uzbekistan (№IAP 05417, 2017 year) has analytical reagents on the baso of nitrozocompaunds was elalozated;

synthesized 2-nitrozo-5-methoxyphenol immobilized sorbent SMA-1 was used for determination of ions Fe (II) in laboratory of Almalyk mining-metallurgical combinate (reference FB-20/20054 of Almalyk mining-metallurgical combinate dated June 29,2018). In result of elaborated method with using immobilized 2-nitrozo-5-methoxyphenol at sorbtion of ions Fe (II) effectivity of purification proruss has increased on 85-90%;

synthesized 2-hydroxy-3-nitrozo-1-naphtaldehygd immobilized on fifrons sorbent SMA-1 was used for determination of ions Fe (II) in laboratory of Almalyk mining-metallurgical combinat (reference FB-20/20054 of Almalyk mining-metallurgical combinate dated June 29,2018) at choesing methods for extraction ions Fe (II).

The structure and volume of dissertation. The structure of dissertation consists of an introduction, four chapters, conclusion, the list of references and appendixes. The volume of the dissertation is 132 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть; I part)

1. Сманова З.А., Мадусмонова Н.К. Темир (II) ионини янги органик реагент ёрдамида фотометрик аниқлаш.// Композицион материаллар. 2018. -№2.-106-107 б. (02.00.02; №4)

2. Мадусманова Н.К., Сманова З.А. 2-нитрозо-5-метоксифенол новый аналитический реагент для определения ионов железа (II)// ЎзМУ хабарлари. 2018. -№3.-510-513 б. (02.00.02; №12)

3. Сманова З.А., Мадусмонова Н.К., Таджимухаммедов Х.С., Салихова О.А. Синтез и свойства нового аналитического реагента 2-нитрозо-5-метоксифенола.// UNIVERSUM: Химия и биология: электрон науч. журн. -2018. -№ 8(50). (02.00.02; №2)

4. Сманова З.А., Мадусмонова Н.К. Сорбционно – спектроскопическое определение железа (II) иммобилизованными нитрозосоединениями.// UNIVERSUM: Химия и биология: электрон науч. журн. -2018. -№ 9(51) (02.00.02; №2)

5. Мадусманова Н.К., Сманова З.А., Таджимухаммедов Х.С. Свойство нового синтезированного аналитического реагента 2-нитрозо-5-метоксифенола.// Ўзбекистон кимё журнали. 2018.- № 4.-58-63 б.(02.00.02; №6)

6. Тоджимухаммедов Х.С., Сманова З.А., Собиров С.К., Мадусманова (Имомова) Н.К., Яхшиева З.З. Темир (II) ионини аналитик усулда аниқлаш. Ихтирога патент № IAP 05417, 19.05.2017й.

II бўлим (II часть; II part)

7. Сманова З.А., Мадусманова Н.К., Собиров С.К., Дехканова Р.Х. Определение содержания ионов железа иммобилизованным реагентом 3-метокси 5-нитрозофенолом в различных железосодержащих лекарственных препаратах и продуктах питания// Материалы научно-практической конференции «Интеграция образования, науки и производства в фармации». Ташкент, 2012. -С.386-389.

8. Сманова З.А., Мадусманова Н.К., Арипов А.О, Таджимухаммедов Х.С, Темир (II) ионини янги реагент 2-нитрозо-5-метоксифенол ёрдамида фотометрик аниқлаш// Кимё муаммолари ёш олимлар нигоҳида. Тошкент, 2012. –Б.118-119.

9. Сманова З.А., Мадусманова Н.К., Инатова М.С. Атроф-мухит объектларидан темир ионини аниқлашнинг янги аналитик методи//«Ишлаб чиқариш корхоналарининг долзарб муаммоларини ечишда инновацион

технологияларининг ахамияти» Республика илмий техника анжумани маколалари туплами. Карши, 2013. -Б. 281-282.

10. Сманова З.А., Гажапова Г.О., Тожибоев Б.Х., Мадусманова Н.К. Темир(II) ионини органик реагент ёрдамида сорбцион-фотометрик аниқлаш.// Кимё фанининг долзарб муаммолари. Тошкент, 2013. –Б. 31-33.

11. Сманова З.А., Инатова М.С., Мадусманова Н.К., Досчанова Ш.Т., Гофурова Д.А. Темирни 2-нитрозо -5-метоксифенол реагенти билан сорбцион-фотометрик аниқлаш.// Научно-практическая конференция «Назарий ва амалий кимё ёшлар нигоҳида». Ташкент, 2015. -С.43.

12. Сманова З.А., Тожимухамедов Ҳ.С., Мадусманова Н.К. Темир (II) ионини янги иммобилланган реагент 2-нитрозо-5-метокси фенол ёрдамида сорбцион-фотометрик аниқлаш.// Материалы Международной научно-практической конференции «Актуальные проблемы отраслей химической технологии», Бухара, 2015. -С. 203-208.

13. Сманова З.А., Усмонова Х.У., Мадусманова Н.К. Иммобилизованные люминесцентные реагенты для определения токсичных металлов в объектах окружающей среды.// Третий съезд аналитиков России. Москва, 2017.-С.13.

14. Мадусманова Н.К., Сманова З.А., Гуфурова Д. Использование иммобилизованных органических реагентов и для очистки нефтепродуктов от ионов некоторых металлов.// «Ўзбекистонда аналитик кимёнинг ривожланиш истиқболлари». Тошкент, 2018. –Б.138-140.

15. Мадусманова Н.К. Сорбцион-фотометрик усулда темир ионини аниқлаш.// «Ўзбекистоннинг иқтисодий ривожланишида кимёнинг ўрни». Самарқанд, 2018.-Б. 52-53.

16. Мадусманова К.Н., Инатова М.С., Мухаммадалиев С. Сманова З.А. Сорбционно-фотометрическое определение ионов некоторых металлов иммобилизованными реагентами. «Табиий бирикмалардан қишлоқ хўжалигида фойдаланиш истиқболлари» (хорижий мутахасислар иштирокида) Республика илмий-анжумани материаллари. Гулистон, 2018. – Б.228.

17. Мадусманова Н.К. Ўсимлик органларидан индикатор сифатида фойдаланиш.// «Табиий бирикмалардан қишлоқ хўжалигида фойдаланиш истиқболлари» (хорижий мутахасислар иштирокида) Республика илмий-анжумани материаллари. Гулистон, 2018. –Б. 147-148

18. Рахимова С.Б., Мадусманова Н.К., Янгибоев А.Э., Сагдуллаева Л.Б. Нефть таркибидаги оғир материалларни аниқлаш.// «Нефть ва газ комплексида бурғулаш, қазиб олиш жараёнларининг замонавий технологиялари». Қашқадарё, 2018.- Б.263-266.

19. Сманова З.А., Инатова М.С., Мадусманова Н.К., Усмонова Х.У. Новые производные нитрозонафтолов и их комплексообразование с ионами меди, кобальта и железа.// «Новые функциональные материалы и высокие технологии» Международная научная конференция. Тиват, г Черногория, 2018.-С.170-171.

Автореферат “Кимё ва кимёвий технология” журнали таҳририятида тахрирдан ўтказилиб, ўзбек, рус ва инглиз тилларидаги матнлари ўзаро мувофиқлаштирилди.

Бичими: 84x60 ¹/₁₆. «Times New Roman» гарнитура рақамли босма усулида босилди.
Шартли босма табағи: 3. Адади 100. Буюртма №1.

«Тошкент кимё-технология институти» босмахонасида чоп этилди.
100011, Тошкент, Навоий кўчаси, 32-уй.

