

**ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ ОЛИЙ ВА ЎРТА  
МАХСУС ТАЪЛИМ ВАЗИРЛИГИ**

**ГУЛИСТОН ДАВЛАТ УНИВЕРСИТЕТИ**

**ТАБИАТШУНОСЛИК ФАКУЛТЕТИ**

**УМУМИЙ КИМЁ ВА КИМЁВИЙ ТЕХНОЛОГИЯ КАФЕДРАСИ**

**СУЛАЙМОНОВА ФЕРУЗА АБДУКАРИМОВНА**

**5140500 – Кимё таълим йўналиши бўйича бакалавр даражасини олиш  
учун “Никел ионини госсипол билан экстракцион фотоколориметрик  
аниқлаш” мавзусидаги**

**БИТИРУВ МАЛАКАВИЙ ИШИ**

**Рахбар:**

Кимё фанлари номзоди, доц.

Абдурахманова Ў.Қ.

**Гулистон – 2015**

## МУНДАРИЖА

|                                                                                                                          |           |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Асосий белгилар ва қисқартмалар.....</b>                                                                              | <b>4</b>  |
| <b>Кириш</b>                                                                                                             | <b>5</b>  |
| <b>I боб.</b>                                                                                                            |           |
| Ni(II)ни спектрофотометрик, фотометрик ва бошқа аниқлаш методлари.(Адабиётлар шархи). . . . .                            | 7         |
| <b>II боб.</b>                                                                                                           |           |
| <b>Амалий қисм. . . . .</b>                                                                                              | <b>24</b> |
| 2.1.Керакли асбоб ва эритмалар . . . . .                                                                                 | 24        |
| 2.2.Ишлатиладиган эритмалар тайёрлаш . . . . .                                                                           | 26        |
| 2.3. Никел(II)нинг госсипол билан комплекс бирикмаси оптимал шароитларини танлаш. . .                                    | 27        |
| 2.3.1. Госсипол реагенти билан айрим метлларнинг сифат реакцияларини ўрганиш.....                                        | 28        |
| 2.3.2. Никел(II)нинг госсипол билан комплекс бирикма учун оптимал нур фильтрини танлаш. . . . .                          | 29        |
| 2.3.3. Никел(II)нинг госсипол билан комплекс бирикмаси оптик зичлиги қийматининг эритма муҳити(pH)га боғлиқлиги. . . . . | 30        |
| 2.3.4.Оптик зичликнинг буфер эритма таркибига боғлиқлиги . . . . .                                                       | 31        |
| 2.3.5. Никел(II)нинг госсипол билан берган комплексининг вақтга нисбатан барқарорлигини ўрганиш. . . . .                 | 32        |
| 2.3.6.Комплекс бирикма таркибий компонентларнинг қуйилиш тартибини ўрганиш. . . . .                                      | 33        |
| 2.3.7.Комплекс бирикма оптик зичлигининг қўшилган реагент миқдорига боғлиқлиги . . . . .                                 | 34        |

|                                                                                                                                                                           |           |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 2.3.8. Никел(II)нинг госсипол билан комплексининг элемент миқдорига боғлиқлиги (Бугер-Ламберт-Бер қонунига бўйсунishi). . . . .                                           | 36        |
| <b>III боб.</b>                                                                                                                                                           |           |
| <b>ОЛИНГАН НАТИЖАЛАР ВА УЛАРНИНГ ТАҲЛИЛИ . . . . .</b>                                                                                                                    | <b>37</b> |
| 3.1. Никел(II)нинг госсипол билан берган комплексининг спектрал тавсифи . . . . .                                                                                         | 37        |
| 3.2. Никел( II))нинг госсипол билан ҳосил қилган комплексининг таркибий моллар нисбатини аниқлаш . . .                                                                    | 39        |
| 3.2.1.Комплекс бирикма таркибини Изомоляр сериялар методи ёрдамида аниқлаш. . . . .                                                                                       | 39        |
| 3.2.2.Комплекс бирикма таркибини тўғри чизиқли Асмус методи ёрдамида аниқлаш . . . . .                                                                                    | 41        |
| 3.3.Комплекс бирикма зарядини аниқлаш . . . . .                                                                                                                           | 43        |
| 3.4. Никел(II)нинг госсипол билан ҳосил қилган комплекси ҳақиқий моляр сўндириш коэффициенти ва мувозанат константасини Толмачёвнинг график методи билан аниқлаш. . . . . | 44        |
| 3.5.Градуировкали график натижаларини кичик квадратлар усули ёрдамида математик қайта ишлаш . . . . .                                                                     | 46        |
| 3.6.Миқдорий аниқлашнинг қуйи чегараси( $Q_{\min}$ )ни аниқлаш. . . . .                                                                                                   | 49        |
| 3.7.Аниқлаш усулининг тўғрилиги ва қайта тикланувчанлигини текшириш . . . . .                                                                                             | 51        |
| <b>Хулоса . . . . .</b>                                                                                                                                                   | <b>52</b> |
| <b>Адабиётлар рўйхати. . . . .</b>                                                                                                                                        | <b>53</b> |

## КИРИШ.

**Ишнинг долзарблиги:** Одамнинг яшаш муҳитига Никел ва бошқа оғир ҳамда заҳарли металлларнинг кириб келиш йўллари саноат корхоналарининг газ чиқиндилари, автомобил транспортларидан чиқадиган газлар, маиший-кимёвий маҳсулотлар(косметика ва гигиена перепаратлари) кабилар ҳисобланади. Никелнинг организмдаги таркиби 100гр тирик тўқиманинг бир неча мкг ни ташкил этади. Баъзи маълумотларга кўра никел жигар ва бош миянинг баъзи қисмларида кўпроқ бўлади. Организмга у асосан овқат билан киради. Организмда  $Ni_2O_3$  нинг руҳсат этилган концентрация; 0.5мг/кг. [1] Бундан ташқари, Никел саноатда, техникада, машинасозликда ҳамда тиббиётда кенг қўлланилади. Шундай қилиб, фан ва техниканинг замонавий босқичда жадал ривожланиши кимёгар аналитиклар олдига ўрганилаётган металлнинг турли табиий саноат ва биологик матеериаллардан кенг концентрация интервалида аниқлашнинг имконини берувчи яхшиланган метрологик характеристикаларга эга бўлган методлар яратиш ва мавжуд методларни такомиллаштириш каби аналитик кимёнинг долзарб муоммосини кўяди.

**Никелнинг физиологик хоссалари:** Ni биоэлемент сифатида бир қатор ферментларни фаоллаштиради(аргиназа, карбоксилаза ва б.). Агар никелнинг организмдаги концентрация; 0,0035мг/кг дан ошса, мия фаолияти ўзгаради, бош оғриши, бош айланиши, оғир ҳолатларда: қайт қилиш, кўнгил айниши, нафас етишмай қолиши, баъзан температура кўтарилиши. Никелнинг тузлари ва оксидлари чанг ҳолатида шиллиқ қаватни кўзғатади. Никел ва унинг тузлари терининг сезгирлигини ошириб юборади. Никел металл кўринишида маълум бир ҳолатда узоқ вақт контактда бўлганда рак келтириб чиқаради. Шу нарса тажриба билан исбот қилинганки,  $NiSO_4$ нинг 0,54 мг/кг суткалик дозада организмга узоқ вақт кириши жигар, буйрак, юрак мушаклари ва талокда дигратив ўзгаришларни келтириб чиқаради. Бундан ташқари, никелни электролиз йўл билан ишлаб чиқаришда никел тузлари билан

контакт натижасида Ni ли экзема, Ni ли қичима кузатилади. Бундай ҳолат асосан  $\text{NiSO}_4$  тегиши натижасида кузатилади. Никелнинг организмда рухсат этилган юқори концентрациядан ошиб кетиши, қонда қанд даражаси ва қон босимининг ўзгаришига олиб келиши ҳақида маълумотлар бор. Шундай қилиб, никел ионлари таркибини назорат қилиш, уни атроф-муҳитда конценртациясини аниқлайдиган янги физик-кимёвий ва бошқа методларни ишлаб чиқиш долзарб муаммо ҳисобланади.

**Ишнинг мақсади:** Ni(II) ионини госсипол регаенти билан комплекс ҳосил қилиш реакциясининг оптимал шароитларини ўрганиш ва унинг асосида тезкор, юқори сезгир, танлаб таъсир этувчан фотометрик аниқлаш методикасини ишлаб чиқиш.

**Ишнинг вазифалари:** Нур фильтри танлаш, комплекс ҳосил бўлишини муҳитнинг кислоталилигига боғлиқлиги, компонентларнинг қуйилиш тартиби, реагент миқдорида боғлиқлиги, Бер қонунига бўйсунити соҳаси, спектрал тавсифлари, Сендел бўйича сезгирлиги, никелни қуйи аниқланиш чегараси, тўғри чизиқли тенгламаси, моляр сўндириш коэффиценти, мувозанат константаси, комплекснинг таркибий моллар нисбатини аниқлаш.

**Ишнинг илмий янгилиги:** Ni(II) нинг госсипол ёрдамида комплекс ҳосил қилиш реакцияси ўрганилди, унинг эритмаси оптик зичлигининг  $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ га боғлиқлиги, ўзаро таъсир этувчи компонентлар концентрацияси, буфер эритмалар табиати ва концентрацияси, комплекс бирикманинг таркиби, нур ютилишининг моляр сўндириш коэффиценти ва бошқа физик-кимёвий тавсифлари ўрганилди. Никел(II)ни госсипол билан реакциясининг оптимал шароитлари ва физик кимёвий хоссалари атрофлича ўрганилди ва унинг асосида Никел(II)ни аниқлашнинг янги методикаси ишлаб чиқилди.

**Ni(II)ни аниқлашнинг физик кимёвий методлари**

Бизнинг давримизда, бутун дунёда моддани миқдорий аниқлаш учун спектрофотометрик, фотометрик ва бошқа физик кимёвий методлар қўлланилади.

Фотометрик метод қатор афзалликларга эга: қурилма(аппарат)нинг соддалиги, экспресслик (тез натижа олиш), металлarning, шу жумладан, никелнинг миқдорини аниқлашда ҳам анализнинг қиммат эмаслиги. Никел ионларининг органик реагентлар билан қўлланилишига асосланган методлар кўпроқ тарқалган. Одатда реакция учун ДМГ, ПАН ва бошқа реагентларнинг эритмалардаги никел катионлари билан комплекс ҳосил қилиш ёки туз ҳосил қилиш реакцияларига киришадиган, рангли бирикмалари қўлланилади[1].

Муаллифлар томонидан никелга фотометрик реагент сифатида 4-(2-пиридилазо)-тимол ва 4-(2-хинолилазо)-2-метиланабазин-1-азотимол таклиф қилинган. Реагент  $Ni^{2+}$ —билан кислотали  $pH=3.8-6.0$  муҳитда ўзаро таъсирлашади ва барқарор комплекс ҳосил қилади. Комплекс таркибининг мол нисбатини топиш учун изомольяр сериялар методи қўлланилган. Бунда нисбат:  $Me:P=1:2$ . МСК  $1,0 \cdot 10^4$  га тенг.  $Ni^{2+}$  ни аниқлашда қуйидаги ионлар ҳалал беради:  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ .  $F^-$  ва  $Cl^-$  ионлари эса аниқлашда ҳалал бермайди [2].

Муаллифлар томонидан никел (II) ни 4-(2-пиридилазо)-резорцин билан спектрофотометрик аниқлаш методикаси қайта ишлаб чиқилган. Бунда  $Me:P=1:2$  нисбатда, МСК  $5,2 \cdot 10^4$ га тенг бўлганда  $0.10-0.90$  мкг\мл ( $pH=4.30$ ) ораликда Бер қонунига бўйсуниб кузатилади. Олинган маълумотлар ишончли ҳисобланади, бу юқори аниқликда анализ ўтказишга имкон беради[3].

$Ni^{2+}$  ионларини аниқлашнинг ушбу таркиби ва методи юқори сезгирлиги, миқдорий аниқлай олиш билан характерланади, аммо махсус лаборатория шароитини талаб қилади. Бундан ташқари, миқдорий аниқлаш жараёнининг

узоқ бориши ва анализ қилинаётган эритмалар индивидуал бўлишини талаб қилиши ундан фойдаланишни қийинлаштиради.  $\text{Ni}^{2+}$  ионларини аниқлаш учун таблетка шаклидаги реактивлар маълум бўлиб, улар пепополиуретан асосида пластификаторлар иштирокида диметилглиоксим билан модификациялаб олинади. Метод аммиакли буфер эритмада ( $\text{pH}=9$ )  $\text{Ni}^{2+}$ нинг сорбциясига асосланган бўлиб, идишларга 15 мл дан анализ намунаси солинади ва 10 мл аммиакли буфер эритма қуйилади. Ҳар бир идишга таблетка солиниб, ҳаво пуфаклари шиша таёқча билан сиқиб чиқариб юборилгач, 30 минут ишқаланади. Эритма тўкиб юборилади, таблеткалар эса иккита фильтр қоғозлар орасида қуритилди.  $\text{Ni}^{2+}$  ионлари борлигини таблетка рангини оқдан пуштига ўтишига қараб шкала бўйича аниқланади [4].

Маълум таркиб  $\text{Ni}^{2+}$  нинг ярим миқдорий анализини сувли эритмага концентрациянинг тор диапозонида – 0,2-0,4 мг/мл,  $\text{pH}$  нинг нуқтали қийматларида олиб боришга мўлжалланган бўлиб, кўп вақт талаб қилади. Такдим этилаётган таркибга қуйидаги реактив яқин келади: 4-(2-пиридилазо)-2-нафтолнинг  $\text{Zn(II)[Zn(ПАН)}_2]$  билан комплекс бирикмаси ва матрица сифатида Selpear/УВ-254 (СП) силикагели. Никел(II) ионларини аниқлаш қуйидагича амалга оширилади. 10 см<sup>3</sup> ҳажмли 0,06мг/дм<sup>3</sup> таркибли  $\text{Ni(II)}$  сувли эритмаси 50см<sup>3</sup> ҳажмли стаканга солинади. 0,1 мол/дм<sup>3</sup>  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  эритмасидан 0,1см<sup>3</sup> ва 0,1мол/дм<sup>3</sup>  $\text{HNO}_3$  эритмаси билан  $\text{pH}$  3,8 гача олиб борилади. Эритма 0,05 гр  $\text{Zn(ПАН)}_2$ - СП билан 10 минут давомида аралаштирилади.  $\text{Ni}$  ионлари концентрация; 0,15-6,0 мкг диапозонда рангини стандарт ранг шкаласи билан таққослаб аниқланади. Тайёрланган 0,1 гр индикатор 50 мл ли анализ қилинаётган модел эритмага  $\text{pH}=4,0-6,0$  да  $\text{Ni(II)}$  ионларининг берилган концентрация; билан қуйилади.  $\text{Ni(II)}$  ионларининг 30-300 мкг/мл концентрацияли эритмаларида ранг ўзгаришини кўриш мумкин. Анализ қилинаётган эритма сорбцияси натижасида эритма қизилдан ( $\lambda_{\text{max}}=395$  нм) кўкка ўтади ( $\lambda_{\text{max}}=605$  нм;  $\lambda_{\text{max}}=210$  нм). Индикатор рангининг ўзгариш фарқи катта бўлгани учун эритмада  $\text{Ni(II)}$  ионлари бор ёки йўқлигини осонгина

аниқлаш мумкин, ҳамда таққослаш шкаласи бўйича ярим миқдорий анализ қилиш мумкин. Индикатор ранги ўзгариши Спекорд М-40 спектрофотометри билан ўлчанади.  $\text{Ni}^{2+}$  ионининг концентрация; 30 мкг/мл дан кам бўлган эритмаларда ранг ўзгаришини визуал аниқлашнинг иложи йўқ, бу ускунали методлардан фойдаланишни талаб қилади.  $\text{Ni}^{2+}$  ионлари концентрасияси 300 мкг/мл дан катта бўлган эритмаларда индикатор Никел билан тўйиниб қолганлиги сабабли ранг ўзгаришини визуал аниқлаб бўлмайди. Бундан ташқари,  $\text{Ni}^{2+}$  бир вақтнинг ўзида 5 марта кўп бўлган  $\text{Co}^{2+}$  ионлари иштирокида ҳам олиб борилди, ҳамда ишқорий ва ишқорий-ер металлари иштирокида ҳам бу ишлар олиб борилди. Натижалар шуни кўрсатадики, бошқа метал ионлари  $\text{Ni}^{2+}$  ни аниқлаш натижалари аниқлигига таъсир этмайди[5].

Никел(II) ва кобальт(II) ионларини биргаликда аниқлашни 8-оксихинолин ёрдамида амалга ошириш мумкин. Бу фақат Кобальт(II) 8-оксихинолинат ютадиган спектр соҳасидан фойдаланишга асосланган. Кобальт 8-оксихинолинатли комплекс бир жинсли хлорид кислота ва ацетон аралашмасида 365 ва 700 нм тўлқин узулигидаги нурни максимал ютади, шу вақтнинг ўзида никел 8-оксихинолинатли комплекс фақат 365 нм да максимал нур ютади. Ишда  $\text{Ni}^{2+}$  ва  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$  ва  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$  ва  $\text{Fe}^{3+}$  ионларини бинар аралашмаларда ПАР дан фойдаланиб танлаб аниқлаш учун хосилали спектрофотометрияни ишлатишнинг имкониятлари кўрсатилган. Биргаликда қолган ионларни бир вақтда аниқлашнинг ишлаб чиқилган методикаси никелнинг ПАР билан комплекси экстримуми 510 нм да ва Кобальт(II) ва никел(II) комплекслари умумий ютилиши 540 нм, никел ва мис 530 нм эканлигига асосланган. Кобальт(II) ва темир(III) ионларини бир вақтда аниқлаш учун иккинчи хосила ишлатилган. У 515 нм (Кобальт) ва 485 нм (темир) да компонентларнинг умумий ютилишига мос келувчи экстримумларга эга. Кобальт(II) ва никел(II) ионларини ПАР билан биргаликда фотометрик аниқлашнинг методикаси маълум. Кобальт, никел ишлаб-чиқариш маҳсулотларида  $\text{Co}(\text{II})$  ионларининг фотометрик аниқлаш методикаси

кўрсатилган.  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  ларни 8-оксихинолин билан комплекс ҳосил қилиши ва барқарорлигини рН соҳасини аниқлаш учун реагентларнинг ўзгармас миқдори билан рН нинг ҳар хил қийматлари нисбатлари оптик зичлигига боғлиқлиги ўрганилган[6].

Спектрофотометрик ва потенциометрик метод билан ЭДТА сувли эритмасида ва  $\text{Ni}^{2+}$ -ЭДТА системасида мувозанатга ион кучининг таъсири (муҳит - калий хлорид) ўрганилди. Ион кучлари 0,1дан 1,0 мол/мл гача. Диссоциация константасининг рақамли қийматлари Шварцинбах ва Беррум методлари билан ҳисобланган[7].

Мақолада  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  ни аммиакли эритмада чўктириш жараёни изланишлари натижалари келтирилган.  $\text{Ni}^{2+}$  тўлиқ чўкиши учун тесқари қуйиш методидан ( $\text{Ni}^{2+} \rightarrow \text{OH}^-$ ) фойдаланиб, рН қиймати юқори бўлиши кераклиги аниқланди.  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  ҳосил бўлиши реакциянинг ички диффузион характерга эга эканлигини кўрсатувчи жараённинг асосий кинетик параметрлари аниқланган [8].

Методика [9] никел изларининг рН=8.0 буфер эритмасида  $\text{H}_2\text{O}_2$  билан индигокарминни оксидланишининг каталитик таъсирдан фойдаланишга асосланган. Градуировка графиги 417нм,  $\text{Ni}$  0-60нг/мл диапозонда чизиқли, топиш чегараси  $5 \cdot 10^{-10}$  гр/л сувда  $\text{Ni}^{2+}$  ни аниқлаш тўғрилиги 98,3-102,5%.

$\text{Ni}^{2+}$  ажратиш ва дастлабки концентрлаш ААС методи билан аниқлашдан олдин графитли печда хиралашиш нуқтасигача олиб борилади. Лиганд ва сирт фаол модда (ПАВ) сифатида 8- оксихинолин ва Тритон Х-100 олинди.  $\text{Ni}^{2+}$  8-оксихинолин билан гидрофоб комплекс ҳосил қилиб, детекторлаш олдидан ПАВ билан бойитилган кичик ҳажмда экстракцияланади. Оптимал шароитда  $\text{Ni}^{2+}$  учун ПРО 12 нг/мл ни ташкил этади. Нисбий стандарт оғиш 2,9%, концентрлаш коэффиценти 25 ни ташкил этади. Сертификатланган намунани ва турли сувни объектларни таққосланганда кўрсаткичларини бир хил такрорланиши 93-103% ни ташкил этди[10].

Сувли эритмалар ва оқава сувлардан  $\text{Ni}^{2+}$  ни йўқотиш учун наносорбент золининг сорбцион характеристикаси ўрганилди.  $\text{Ni}^{2+}$  сорбцияси серияли анализ методи билан олиб борилди. Сорбциянинг оптимал шароитлари топилди: 10гр эритмада сорбент миқдори 32, контакт вақти 120 минут,  $\text{pH}=4,0$ . Оптимал шароитда  $\text{Ni}$  ни йўқотиш эффективлиги 94,2%. Шароит ўрганилганда термодинамик параметрлар  $\text{Ni}^{2+}$  адсорбцияси (золда) жараёни эндотермик жараён эканлигини кўрсатди. Золлар оқава сувларни қайта ишлашда фойдаланилди[11].

2М ли  $\text{HCl}$  муҳиtida 5-Cl-ПАДАБ реагент  $\text{Ni}^{2+}$  билан  $\text{Ni:P}=1:2$  мол нисбатда барқарор комплекс ҳосил бўлиши маълум бўлди. Комплексининг нур ютиш максимуми 565 нм, ютилиш моляр коэффициентлари  $6,42 \cdot 10^4$ .  $\text{Ni}$  таркиби 0-1.0 мг/л диапозонида Бер қонунига бўйсунити кузатилади. Электроплатинали оқава сувида никелни аниқлашда тўғрилиқ даражаси 98,5-101,8%, нисбий стандарт четланиш 0.040 дан кам[12].

Дастлаб катионли сирт фаол модда (ПАВ) сувда эритилади, кейин гексафторфосфат ион-жуфтли анион қўшилади. Бунда эритмалар, компонентлар таъсирлашуви туфайли хиралашади. Аралашма центрифугаланади, чўкма ёки мос органик эритувчида эритилади, ёки аналитик адсорбция учун қолдирилади. Методика сувли намуналарда  $\text{Co}$  ва  $\text{Ni}$  ни йўқотиш учун ишлатилади. Концентрлаш коэффициентлари мос равишда 51 ва 45, топилиш чегараси 0,9 ва 0,6 мкг/л. методика сертификатланган намуна анализи учун қабул қилинди ва аттестацияланди, натижалар атом-адсорбцион спектрометрия натижалари билан солиштирилди[13].

С.Е.Подлипская ва бошқалар  $\text{Ni}^{2+}$  ни азобўёқ пиридилазо-азатол-А билан аниқлашнинг фотометрик методларини қайта ишлаб чиқдилар. 1 минут давомида комплекс ҳосил бўлади. Комплекс ҳосил бўлиши  $\text{pH}=1.0$  да кузатилди. Нур ютиш максимуми  $\lambda_{\text{max}}=585$  нм да кузатилди, бунда у  $4.5 \cdot 10^4$ га тенг. Комплекс таркибининг мол нисбати изомоляр сериялар ( $\text{Me:P}$ ) методи билан аниқланади. Халал берувчи қатор ионларнинг тадқиқоти шуни

кўрсатадики, аскорбин, шовул (оксалат), вино кислотаси ионлари мочевино, ишқорий ва ишқорий ер металлари ва оз миқдордаги  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  ионлари никел(II) ни аниқлашга халақит бермайди.  $\text{Zn}^{2+}$  ва  $\text{Cu}^{2+}$  ионлари аксинча аниқлашни қийинлаштиради[14].

Кам миқдордаги  $\text{Ni}^{2+}$  ни аниқлашнинг фотометрик методи қайта ишлаб чиқилган.  $\text{Ni}^{2+}$  ни аниқлашнинг қатор омиллари ўрганилган. Улардан оптимал шароит  $\text{pH}=3.9-8.0$  ҳисобланади. МСК  $4.28 \cdot 10^4$  ни ташкил этади, комплекс таркиби  $\text{Me}:\text{P}=1:2$ . Ишқорий ва ишқорий ер металлариининг халал берувчи таъсири топилган. Олинган натижалар қайта ишланган методиканинг юқори сезгир эканлигини кўрсатади[15].

Муаллифлар никел(II) ни  $\alpha$ -фурилдоксим ёрдамида аниқлашнинг фотометрик методикасини ишлаб чиқишди. Оптимал шароит сифатида  $\text{pH}=5.7-7.8$  танланди.  $\lambda_{\text{max}}=486$  нм да МСК  $1.6 \cdot 10^4$  га тенг. Комплексининг моляр нисбати  $\text{Me}:\text{P}=1:2$ .  $\text{Ni}^{2+}$  ни аниқлаш учун  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$  ионлари халал беради.  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{C}_2\text{O}_3^{2-}$  ва  $\text{Cl}^-$  ионлари аниқлашга халал бермайди. Хулоса қилиб айтиш мумкинки,  $\text{Ni}^{2+}$  ни аниқлаш учун танланган оптимал шароитлар алоҳида аҳамиятга эга ва бунда анализни осонлик билан бажариш мумкин[16].

А.Г.Алихўжаев ва бошқалар [17] никел(II) ни ишқорий-ер элементлари таркибида аниқлашнинг фотометрик методикаси (услубияти)ни ишлаб чиқдилар. Реагент сифатида 4-(5-нитротиазолил-2-азо)-резорцин (ТАР-нитро) қўлланилган. Ишқорий, кислотали ва кучли кислотали муҳитда комплекс ҳосил қилиш жараёни кузатилган. Оптимал муҳит  $\text{pH}=3.8-6.0$  танланган,  $\lambda_{\text{max}}=490$  нм да МСК  $1.2 \cdot 10^4$  га тенг бўлган.

Муаллифлар [18] никелнинг диметилглиоксим (ДМГ) билан ҳосил қилган комплексини ўрганишган. Никелни аниқлашда никел-ДМГ комплекси ҳосил қилинган.  $\text{pH}$  муҳитнинг  $8.0-9.5$  диапозони комплекс ҳосил қилишнинг оптимал шароити деб топилган. Нур ютилиш максимуми  $\lambda_{\text{max}}=470$  нм да кузатилади, МСК  $1.22 \cdot 10^4$  га тенг.  $\text{Ni}^{2+}$  ни аниқлашга ишқорий ва ишқорий-ер металлари  $\text{J}$ ,  $\text{F}^-$  ионлари халал бермайди. Ҳозирги вақтда никел(II)ни ДМГ

ёрдамида аниқлаш методи саноат ва парфюмериянинг турли соҳаларида қўлланилмоқда.

Спектрофотометрик метод билан  $\text{Cu(II)}$  ва  $\text{Ni(II)}$  нинг 4-8- бензил-1-метил-5-фенил-2,4-изодитиобиурет (P) билан бензолдаги комплексларининг экстракцияси ўрганилган. Комплекслар сув ҳаммомида қиздирилганда ҳосил бўлади. Комплекслар рангли ва 10 соат  $\text{Ni}^{2+}$ , 20 соат  $\text{Cu}^{2+}$  давомида барқарор. Экстракция давомийлиги 10 минут. Ҳосил бўлувчи комплекслар таркиби  $\text{Me:P}=1:2$ . МСК  $1.45 \cdot 10^4$  ( $\text{Cu}$  учун 345 нм да) ва  $8.75 \cdot 10^4$  ( $\text{Ni}$  учун 395 нм да)га тенг. Сендел бўйича сезгирлик 0.0043( $\text{Cu}$ ) ва 0.0067( $\text{Ni}$ ) мкг/мл.  $\text{Cu}$  100 карра ортиши (P) учун  $\text{pH}=4.8-6.2$  ва  $\text{Ni}$  50 карра ортиши (P) учун  $\text{pH}=6.8-7.2$  диапазонда бўлганда миқдорий экстракция кузатилади. Даражаланган график 0.25-3.55 мкг/мл  $\text{Cu(II)}$  ва 0.60-5.43 мкг/мл  $\text{Ni(II)}$  интервал(оралиқ)ларда чизиқли бўлади. Халал берувчи қатор ионлар таъсири ўрганилган.  $\text{Cu}^{2+}$ ни аниқлашга  $\text{Ag}^+$ , ЭДТА халал бермайди.  $\text{Ni}^{2+}$  учун эса  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ , ЭДТА халал бермайди[19].

Сунъий аралашма ва қотишмалардаги  $\text{Cu}^{2+}$  ва  $\text{Ni}^{2+}$  ларни экстракцион спектрофотометрик аниқлаш методикаси таклиф қилинган. 2- ҳосилавий спектри бўйича 2:3 нисбатли сув-этанол эритмасидаги  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  ларни бир вақтнинг ўзида спектрофотометрик аниқлаш методикаси ишлаб чиқилган, бу уларнинг 1-(2-пиридилазо)-нафтол (P) билан комплекс ҳосил қилишга асосланган. Эритманинг аликуот қисмига (15-50 мкг  $\text{Ni}$ , 15-60 мкг  $\text{Zn}$ , 15-17 мкг  $\text{Cu}$ ) 5 мл 0.1%ли (P) этанолдаги эритма қўшилади, 10 мл этанол, 5 мл ацетатли буфер эритма  $\text{pH}=4.8$  қилиниб, эритма ҳажми дистилланган сув ҳажмигача суюлтирилади. Оптик нур ютилиш 545, 557 ва 595 нм да тегишли равишда  $\text{Ni}$ ,  $\text{Zn}$  ва  $\text{Cu}$  учун ўлчанади. Даражаланган график 0.3-2.0 мкг  $\text{Ni}$ , 0.5-2.5 мкг  $\text{Zn}$ , 0.5-3.0 мкг интервал(оралиқ)да чизиқли. 1.0 мкг  $\text{Ni}$ , 2.0 мкг  $\text{Zn}$ , 2.0 мкг  $\text{Cu}$  тутган стандарт эритмаларни ўрганишда нисбий стандарт чекланишлар тегишли равишда 0.037; 0.027; 0.03 га тенг. Халал берувчи таъсирлар:  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ , ЭДТА,  $\text{PO}_4^{2-}$ ,  $\text{CN}^-$  ва цитрат ионлари[20].

$\text{Ni}^{2+}$  ва  $\text{Cu}^{2+}$  нинг 3-тиосемикарбазо-1,2-диоксим-5,5-диметил-1,2,3-циклогексантриол(P) билан комплекслари ўрганилган ва  $\text{Ni}^{2+}$  ва  $\text{Cu}^{2+}$  ионларини юқорида кўрсатилган реагент билан комплекслари кўринишида спектрофотометрик аниқлаш методикаси таклиф этилган. 92 мкг гача  $\text{Ni}^{2+}$  ёки 112 мкг гача  $\text{Cu}^{2+}$  тутган эритма намунасига  $\text{pH}=9.0$  ( $\text{Ni}$  учун) бўлган буфер эритма ёки  $\text{pH}=8.0$  ( $\text{Cu}$  учун) бўлган 0.5 мл 0.01 М ли эритма (P) кўшилади ва аралашма дистилланган сув билан 10 мл ҳажмгача суюлтирилади.  $\text{Ni}^{2+}$  ни оптик нур зичлигини аниқлаш 1 минут оралиғида 380 нм ёруғлик фильтри тўлқин узунлигида,  $\text{Cu}^{2+}$  ни аниқлашда 2.0 минут оралиғида 390 нм да ўлчанади. Даражаланган график  $\text{Ni}$  0-9.2 мкг/мл,  $\text{Cu}$  0-11.2 мкг/мл концентрациялар оралиғида чизиқли. МСК  $3.4 \cdot 10^3$  ва  $4.6 \cdot 10^3$  га тегишли равишда тенг. Бундай ҳолларда аниқлашга  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ti}^{3+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{CN}^-$  ионлари ҳалал беради[21].

1-(5-бром-2-пиридил)-5-тиокарбонил-3-фенилформазоннинг синтези ва  $\text{pH}=8.9-8.7$  буфер эритма муҳитида катионли сирт актив моддалар(CAM) (цетилдиметил пиридиний бромид) ва ионсиз ПАВ (тутон  $X=100$ ) иштирокидаги ҳаво рангли комплекс қилишига асосланган  $\text{Ni}$  ни спектрофотометрик аниқлаш шароити баён қилинган. Комплексининг оптик жичлик максимуми 610 нм да кузатилади, МСК= $3.0 \cdot 10^4$ . Даражаланган график  $\text{Ni}^{2+}$  концентрациянинг 0 дан 17.5 мкг гача интервалида чизиқли бўлади[22].

Бир вақтнинг ўзида  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$  ларни спектрофотометрик аниқлашнинг САМ сифатида полиэтиленгликолнинг актил-фенил эфири иштирокидаги пиридилазонафтол билан комплексига бу катионларни боғлаш ва комплекслар аралашмасининг турли тўлқин узунликларидаги оптик зичлигини ўлчашга асосланган методика ишлаб чиқилган.  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$  ва  $\text{Cu}^{2+}$  лар концентрацияси 568 нм ва 588 нм ва 555 нм ва 600 нм да турли хиллиги бўйича ҳисобланади[23].

Никелнинг 2-бензоил-4-(2-нитрофенил)-ацетгидразид (АГ) билан комплекс ҳосил қилиш реакцияси спектрофотометрик ўрганилган. Эритмадаги реагент миқдорининг таъсири ўрганилган. Кам миқдордаги никелли, асбест материаллар анализининг аниқ ва экспресс методикаси таклиф этилган. АГ нинг никел(II) билан комплекс ҳосил қилиши  $pH=7.4-9.5$  интервалда

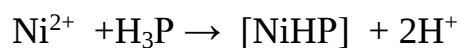


Схема бўйича кўк рангли комплекс ( $\lambda_{max} = 580$  нм, 20% ли ацетон) ҳосил қилиш билан боради. Реакциянинг юқори контрастлиги (ёрқинлиги) ( $\Delta\lambda = 145$  нм) никелни аниқлашда реагентнинг нур ютишини ҳисобга олмасликни талаб қилади. Маълум бўлдики, никелни аниқлашга 10000 каррали  $K^+$ ,  $Na^+$  ва  $NH_4^+$  ионлари миқдори, 5000  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $NO_3^-$ ; 1000-  $Zn^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ; 500-  $Fe^{3+}$  ва бошқа ионлар ҳалал бермайди. Темирнинг таъсири асбестнинг 2 хил: 0.23 ва 40.11% Ni тутган намунасида ўрганилган[24].

1,3,4-тиадиазол ҳосилаларининг электрон сутруктурасини ярим эмпирик метод МНДО билан квант-кимёвий ҳисоблаш натижалари, шунингдек, Ni(II), Cu(II) ва Zn(II) хлоридлари, нитратлари, ацетатлари комплекслари тадқиқотларининг спектроскопик тавсифлари (характеристикалари) ва синтези кабилар баён этилган. 1,3,4-тиадиазолнинг тузилиши ҳақида олинган маълумотлар элемент, рентгенофазали анализ ва ИҚ (инфрақизил) спектроскопия йўли билан тасдиқланган[25].

Никел, мис ва темирдан платинали металлларни ажратиб олиш учун комплекс ҳосил қилувчи сорбентлар ПОЛИОРГС ИВ-Н ва ХИ-Н ларни қўллаш имконияти ўрганилган. Динамик режимдаги сорбция билан платинали гуруҳларни ажратиб олишнинг оптимал шароити танланган. Никел, темир ва мислар аралашмасининг платинали концентратларда аниқлашнинг экспресс методикаси ишлаб чиқилган. Бу ишда Fe 0.1227, Ni 0.1732, Cu 0.0693 учун Sr қиймати нормадан ошмади[26].

Cu(II) ва Ni(II)нинг микромқдорини 2,4-диметил-6-гидроксиацетофеноксим (P) билан комплекслари кўринишида экстракцион спектрофотометрик аниқлаш методикаси тавсифланган. 10-65 мқг Cu(II) ёки Ni(II) тутган 1М HClO<sub>4</sub> даги эритма намунасига 5мл 1%ли спиртли эритма (P) ва 2мл NaClO<sub>4</sub> эритмаси қўшилади. Муаллифларнинг аниқлашича, рН=5.0-9.5 (Cu ни аниқлашда) ёки рН=8.5 (Ni ни аниқлашда) бўлади. Комплекслар 10 мл хлороформ билан экстракцияланади ва 364 нмда Ni билан, 336 нмда Cu билан комплекс экстрактининг оптик зичлиги ўлчанади. Электродларнинг бўялиши 168 соат давомида барқарор. МСК 30000 дан 40000 гача. Даражаланган график 0.5-7.5 мқг концентрациялар интервалида чизиқли. Ni(II) ни аниқлашга Cu(II), Fe(III) ва Al(III) лар халал беради. Улар тартарат ионини қўшиш билан ниқобланади[27].

Муаллифлар Ni ни (5-нитропиридилазо)-резорцин билан (О- ДАТИМ) ва 2-(5-нитро-2-пиридилазо)диэтиламинофенол (хромаген) реагентлари билан спектрофотометрик аниқлаш методикасини ишлаб чиқишган. Комплекс ҳосил бўлиш жараёни ўрганилган ва РН муҳит, нур ютилиш максимуми ва бошқалар каби оптимал шароитлари топилган[28].

Хлоридли, нитратли ва роданидли эритмалардан олинган хлороформдаги октадециламин (А<sub>Т</sub>) нинг мис(II) ва никел(II) пиридилазорезорцин эритмалари билан экстракцияси ўрганилган. Cu:ПАР:А<sub>Т</sub> нисбатлари 1:1:1 (рН=3.5), Ni:ПАР:А<sub>Т</sub> нисбатлари 1:2:1 (рН=4.5) га тенг. ПАР (пиридилазорезорцин). Мис ва никелнинг хилма-хил лигандли комплексларининг экстракция константалари аниқланган. рН=3.5-4.5 соҳаларда экстракцияланувчи бирикмалар таркибини тасдиқлаш учун ва экстракция константаларини аниқлаш учун “Мувозанат силжиши” методи қўлланилган. Тақсимланиш коэффициенти ва экстракциянинг концентрацион константаси ҳисобланган[29].

Ni ни хромазуrol Б(I), хинолон (II) ва цетилтриметиламмоний бромид (III) билан рН=10.0-11.5 да яшил комплекс ҳосил қилишига асосланган Ni нинг

микромқдорини спектрофотометрик аниқлаш методи ишлаб чиқилган. Комплексининг нур ютилиш максимуми 635нм да кузатилади, МСК  $1.35 \cdot 10^5$  га тенг. Даражаланган график чизиқлилиги 0.320-5.0 мкг/мл Ni(II) интервалида бажарилади. Компонентларнинг комплексдаги нисбати Ni:I:II:III=1:2:2:4. Халал берувчи бир қатор ионлар таъсири ва уларни бартараф этиш усуллари ўрганилган. Руда таркибидаги Ni(II) аниқлаш учун бу методика қўлланилади[30].

Ni<sup>2+</sup> га фотометрик реагент сифатида, муаллифлар [31] натрий изоамил ксантогенати (ИАК) ни қўллашган. Ишда рН=6.8-8.0 оптимал, МСК  $1.2 \cdot 10^4$ . комплекснинг максимал нур ютилиши  $\lambda=360$  нм да кузатилади. Ме:R=1:2 комплекс таркибининг нисбати. Эритмадан Ni<sup>2+</sup> ионларини топиш учун экстрагент сифатида нафталин қўлланган. Бер қонунига бўйсунуши металл концентрациянинг 2.0-37.0 мкг/мл интервалида кузатилади. Сендел бўйича сезгирлик 0.0047 мкг/см<sup>3</sup> га тенг. Ni<sup>2+</sup> аниқлашда CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>(1000), S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>(30), SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>(20), цитрат(30), Br<sup>-</sup>(70), SCN<sup>-</sup>(100), F<sup>-</sup>(95) ва Cl<sup>-</sup>(95) ионлари халал бермайди.

Муаллифлар [32] никел(II) ни  $\alpha$ -ацител арсеназо ёрдамида фотометрик аниқлаш методикасини ишлаб чиқишган, бунда рН=6.0 да, нур ютилиш максимуми  $\lambda_{\max}=360$  нм да комплекс ҳосил бўлади, МСК ҳисоб бўйича  $6.5 \cdot 10^4$  га тенг. Ni<sup>2+</sup> ни аниқлашда Sn<sup>2+</sup> ва Co<sup>2+</sup> ионлари халақит беради. Аниқлашга ишқорий ва ишқорий-ер металлари халақит бермайди.

Светофотометрик метод 0.05-1.0 мкг/мл никелни ва 0.15-5.0 мкг/мл рухни алоҳида аниқлаш учун ишлаб чиқилган. 4-(2-тиазолилазо)-резорцин билан модификацияланган С-120 маркали кремнеземдаги мис, кобальт, рух, никелни концентрлашнинг оптимал шароити топилган ва комплексларнинг цветометрик тавсифлари аниқланган. Никелни қуйи аниқланиш чегараси 0,05 мкг/мл ни ташкил этади. Бу методика тупроқ анализига қўлланилган[33].

Никел зарраларини сув намуналаридан концентрлаш учун уни куйидагича алангали атом-абсорбцион спектрометрия методи билан аниқлашда муаллифлар [34] томонидан натрий додецилсульфат билан модификацияланган, алюминий оксиддан қилинган насадкали микроколонка қўлланилган ва 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол билан никел (II) ни колонкада  $pH=4.0$  ва ҳажмий оқим 5 мл/мин да ажратиб олишган. Никелни 5 мл 0.5 М ли нитрат кислота билан элюирланганда унум 96.7% га ортган. 1500 мл эритмани микроколонка ёрдамида юборилганда концентрлаш коэффиценти 300 гача ортади. Никелни аниқлашда нисбий стандарт четланиш (10та параллел анализларда) 40 нг/мл концентрация босқичида 0.024 га тенг, тегишли равишда қуйи аниқланиш чегараси эса, 0.06 нг/мл га тенг. Светометриянинг бу методи оқава ва минерал сувлардаги рух, кобальтдаги никелни аниқлаш имконини беради.

Ванадий, хром, мис ва никелни 2 қатламли ташувчида оқувчан режимда бир вақтнинг ўзида сорбциялаб концентрлаш ва уларни диффуз қайтар спектроскопия методи билан аниқлаш йўллари ўрганилган. Ташувчи – полиакрилонитрил толасининг бир қавати (қатлами) анионалмашувчи АВ-17 (ПАНВ-АВ-17) билан тўлдирилган. Бошқа қатлами эса, катионалмашинувчи КУ-2 (ПАНВ-КУ-2) билан тўлдирилган. Метод икки диск оралиғидаги ячейка (катакча)да анализ қилинаётган эритмани чайқатиш йўли билан биринчи дискда ванадий, хром, никел ва мисни, иккинчи дискда бир вақтнинг ўзида концентрлашга асосланган. ПАНВ-АВ-17 дискда дастлаб ванадий 0.1 М ли HCl даги 8-гидроксихинолин-5-сульфокислота билан кейин хром 1,5-дифенилкарбазид билан аниқланади; ванадий комплекси 1.5 М ли  $H_2SO_4$  ва аскорбин кислотаси билан парчаланади. ПАНВ-КУ-2 дискда никел диметилглиоксим билан ва мис натрийнинг диэтилдитиокарбаминати билан аниқланади.; никел комплекси 1 М ли HClда парчаланади.селективлик омиллари аниқланган. Динамик режимда (мкг/мл) сорбцион-спектроскопик методикаси ишлаб чиқилган: биргаликдаги иштирокида 0.01-0.05 (V), 0.002-

0.015 (Cr), 0.02-0.10 (Ni), 0.02-0.15 (Cu). Элементларнинг турли нисбатида модел эритмалар анализининг натижалари келтирилган  $Sr=0.2$  [32].

Иридий ва рутенийнинг комплекс сульфатлари никел(II) иодат билан макроскопик комплексларини оксидлашни катализлаши кузатишган. Бу реакцияларнинг тезлиги температурага, реакция муҳитининг кислоталигига, компонентлар концентрацияга, катализаторни тайёрлаш усулига боғлиқлиги ўрганилган. Бунинг асосида эритмалардаги бирикмаларни аниқлаш методикаси ишлаб чиқилган. Иридий бирикмаларини аниқлаш учун реакциялар олиб бориш шароитлари кўрсатилган[32].

Атом-адсорбцион спектрометрда нисбатан кам самарали фон дейтерийли лампа билан коррекцияли тизимга эгаллигига қарамай, оксалат кислотаси иштирокида кальций хлориднинг эритмадаги концентрацияси 6% га етгунча ўрганилаётган эритмаларни ишончли аниқлаш мумкин. Шу билан бирга кадмий қайд этилган матрицанинг асосий қисмидан олдинроқ бўғланади, уни модификаторсиз аниқлаш мумкин[33].

[38] ишда термолинзали спектрометрия  $10^{-8}$ - $10^{-6}$  М даражадаги концентрацияда диметилглиоксим билан никел(II) нинг комплекси таркибини тадқиқ этиш учун қўлланилган. Комплекс эрувчанлигини аниқлаш ва унинг лаборатория идишининг шиша сиртидаги абсорбцияси тавсифларини аниқлаш имкониятлари кўрсатилган. Ўрганилаётган комплекснинг сув-этанол аралашмаси (9:1) даги барқарорлик константалари топишган. Олинган маълумотлар концентрациянинг наномоль соҳасидаги никелни аниқлашнинг фотометрик шароитларини умумлаштиришга имкон беради. Умумлашган методика юқори тоза сув намуналари ва гетерополибирикмалардаги никел(II) зарраларини термолинзали аниқлаш учун қўлланилган.

Оқувчан режимда 2 қатламли ташувчидаги 1та намунадан уччала элементни аниқлаш имкониятлари ўрганилган. Бир қатламли анионлашувчи АВ-17 билан тўлдирилган, толасимон материал дискига

эга, бошқа материал диски эса катионалмашинувчи KU-2 билан тўлдирилган. Метод 1,5-дифенилкарбазид ёрдамида икки тўлдиргич AU-17 орқали анализ қилинаётган намунани тўлдириш ва чайқатиш орқали бир вақтда элементларни концентрлашга асосланган. KU-2 билан тўлдирилган ташувчи 1М ли HCl даги натрийнинг мис-диэтилдитиокарбаминати ва никел диметилглиоксимини кетма-кет аниқлаш учун қўлланилади. Никелнинг диметилглиоксим билан комплекси 1М ли HCl таъсирида парчаланади ва унинг 10 марта кўп миқдори ҳам мисни аниқлашга ҳалал бермайди. Метод ичимлик суви учун қуйи ва юқори даражада никел, мис, хромни аниқлашга имкон беради. Бунда нисбат  $Cr:Ni:Cu = 1:20:20$  ( $S_r < 0.1$ ). бир намунадан уч элементни аниқлашнинг давомийлиги 25-30 мин. ни ташкил этади[33].

700<sup>0</sup>C да борадиган ва рух, никел, кобальт тузлари билан модификацияланган нормал фазали ЮССХ (юқори самарали суюқлик хроматографияси) силикагели учун қатор янги қўзғалмас фазалар синтезланган. Олинган сорбентларда асосий характердаги органик моддалар тўпланишининг ортиши, ажратиб олишнинг селективлигининг ортиши ва бошланғич силикагел билан таққосланганда 8 марта самарадорлик ортиши қайд этилган. Экспериментал натижалар бошланғич ва синтезланган силикагелга адсорбиланган пиридиннинг ИҚ спектрларини интерпретация(шарҳ)лаш асосида тушунтирилган. Никел ионлари билан модификацияланган силикагел сирти кислоталилиги юқорироқ эканлиги кўрсатиб ўтилган. Фуллеринларни ажратиб олиш мисолида синтезланган сорбентлар афзаллиги кўриб чиқилган, Ni(II), Zn(II) ва Cd(II) ни сувли эритмаларидан сорбцион концентрлаш учун полимер нитроцеллюлозали мембрананинг модификацияловчи реагентлари сифатида диэтиламино ва гидроксигуруҳларга эга (тио)фосфорилланган (тио)мочевина ва (тио)амидлар таклиф этилган[30].

Иммобилизацияловчи (ҳаракатсизлантирувчи) реагентлар билан металл ионларини боғлаш константалари эритмадаги мономер лигандларга нисбатан 1.5-2.5 марта кўп. Концентрлаш коэффициентлари 1950-3500 ни ташкил этади.

Тиоамид ва п-(тио)-фосфорилланган тиомочевина билан модификацияланган нитроцеллюлозали мембранани қўллаш билан комплекс бирикмалар кўринишидаги Cd(II), Zn(II), Ni(II) лар ни топиш ва концентрлаш усуллари ишлаб чиқилган. Никел қолдиғини 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол (ПАН) билан комплекс ҳосил қилдириб, уни микрокристаллик нафталинга адсорбциясидан кейин атом-адсорбцион аниқлаш методи ишлаб чиқилган[31].

3,3, 5,5-тераметил бензидин периодат билан оксидланиш реакцияларида Cd(II), Ni(II), Zn(II)ларни ингибирловчи таъсири аниқланган. Реакция олиб боришнинг оптимал шароити маълум ва эритмадаги 1-10 мкг/мл Cd(II), Ni(II), Zn(II)ни аниқлаш методикаси ишлаб чиқилган. Индикаторли реакция қатор ташувчиларда олиб борилади. Энг кўп ингибирловчи эффект кремнезем асосида ЮҚХ (юпқа қатламли хроматография) учун қилинган пластиналарда кузатилади. Никелни концентрлаш учун кадмий (бромбензтиазо)га ўрнатилган реагент билан кремнезем пластиналари қўлланилади. Жараён тезлигини визуал қайд этиш билан 1-3-мкг/мл никелни аниқлашнинг селектив тест-методикаси ишлаб чиқилган. Диметилглиоксимнинг индикатор реакциясига киришиши никелнинг манфийдан мусбатга каталитик таъсирнинг узатилишига имкон беради ва никелни топиш чегарасини камайтиради.  $3 \cdot 10^{-4}$ - $3 \cdot 10^{-4}$  мкг/мл никелни эримада ва  $7 \cdot 10^{-4}$  мкг ини “Сорбфилл” пластинаси юзасида аниқлаш методикаси ишлаб чиқилган. Арилдиаминларни периодат билан оксидлаш реакцияларидаги метал ионларининг ингибирловчи таъсирининг сабаблари борасида тахминлар қилинган.

Маълумки [32-35], азобирикмалар юқори сезгир реакциялар учун кўпгина металл ионлари билан барқарор комплекс ҳосил қилиш имконига эга бўлгани учун аналитик кимёда муҳим рол ўйнайди. Пиридинли азобирикмалар органик лигандлар сифатида маълум ва шунинг учун уларнинг комплекс ҳосил қилиш хоссаси ва аналитик имконияти ҳар томонлама [33-34] тадқиқотларнинг предмети ҳисобланади. Олинган тадқиқот маълумотлари шуни кўрсатадики, ЎзМУ кимё факультети аналитик

кимё кафедрасида синтез қилинган азобирикма –5-метил(пиридил-2-азо)-1,8-аминонафтол-2,4-дисульфокислотанинг мононатрийли тузи (МПААНС,S-2,4) бир қанча метал ионлари, жумладан мис ва никел учун ажойиб комплекс ҳосил қилувчи ва танланган реагент ҳисобланади. Олинган бирикмаларнинг таркиби ва тузилиши ИҚ ва ПМР спектроскопияси ёрдамида ўрганилган. Олинган реагент сувда, спиртда яхши эрийди ва қизил-бинафша ранг куқимтир кўринишга эга. У маълум шароитда Cu ва Ni ионлари билан сувда эрувчан, яққол бўяладиган барқарор комплекслар ҳосил қилади. Ушбу реагентда метал-ион нафталин ядросининг окси гуруҳи, пиридин халқасининг азоти ва диазогуруҳлари билан ўзаро таъсирлашади ва натижада эса хромофор (-N=N-) бўлган қўшбоғлар занжирининг электрон зичлиги аралашади. Бунда реагентнинг ранги ўзгаради ва нур ютилиш спектрида батаҳром силжиш кузатилади. Никел ва миснинг 5МПААНС,S-2,4 билан комплекс ҳосил қилишида танланганлик унинг молекуласида электрофил хоссага эга ва шу билан реагентларнинг танланган таъсирининг муҳим омили саналувчи pH=5-10 бўлганда –ОН реакцияга киргани туфайли гидроксилнинг кислоталилик хоссасини орттирувчи –SO<sub>3</sub>H гуруҳи мавжудлиги билан тушунтирилади. Бундан ташқари хромофор системалардаги нур ютилишларини кучайтиришда (-CH<sub>3</sub>) алкил ўринбосарларининг қобилияти уларнинг пиридин халқасидаги алмашилишда О- ва П-ориентациялари билан мос келади. 5МПААНС,S-2,4 ва унинг мис ва никел билан комплекслари нур ютилишидан олинган спектрлар юқори сезгирлик ва контрастлик ( $\Delta\lambda=90$  нм) ни кўрсатади. Комплексининг оптик зичлиги 1440 минут давомида ўзгармайди. Мис ва никел комплексларнинг реагент билан стехиометрияси (миқдорий нисбати) мувозанат силжиши, Асмуснинг тўғри чизиги ва фотометрик титрлаш методлари билан ўрганилган. Никел ва мисни аниқлашда ишқорий металл ионлари ҳалал бермайди. Яна ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>, S<sup>2-</sup>, F<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, (1:1000); Mg<sup>2+</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup> (1:500); Al<sup>3+</sup>, Ba<sup>2+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Cl<sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> (1:100); Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>, SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup> (1:60); S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup> (1:50); Pb<sup>2+</sup>, Zn<sup>4+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Ti<sup>2+</sup>, J, тиомочевина –(1:7.5); Sn<sup>2+</sup> (1:4); C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup> (1:2); Ti<sup>4+</sup> (1:1); Zn<sup>2+</sup> (1:0.8) лар ҳам

ҳалал бермайди.  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  (1:1);  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{H}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$  (1:0.5) ҳалал беради.  $\text{Cu(II)}$ нинг 5МПААС,С-2,4 реагенти билан комплекс ҳосил қилишида ниқобловчи модда ва қатор ионларнинг таъсири ўрганилган ва уни фотометрик аниқлашнинг оптимал шароитлари топилган, методнинг сезгирлиги ва танланувчанлиги аниқланган ишлаб чиқилган фотометрик метод ёрдамида модели аралашмалар анализи ўтказилган ва олинган натижаларни метрологик баҳолаш амалга оширилган. Барча ҳолларда нисбой стандарт четланиш ( $S_r$ ) 0.02 дан ошмайди.

Адабиётлар шарҳи кўрсаташича, никел ва бошқа металлларни аниқлаш учун кўплаб органик реагентлар таклиф қилинган, бироқ уларнинг саноклисигина юқори сезгир ва селективдир. Асосан сезгир бўлганларининг селективлиги кам, селективларининг сезгирлиги оз. Шунинг учун никелни аниқлашнинг юқори сезгирликка ва танлаб таъсир этувчанликка эга бўлган янги аниқлаш методларини ишлаб чиқиш долзарб муаммо ҳисобланади ва илмий изланишимизнинг асосий мақсадидир.

Адабиёт материалларини кўриб чиқиш нитрозо нафтолларнинг ҳосилаларидан фойдаланиш истиқболли эканлигини кўрсатади. Шунинг эътиборга олган ҳолда ушбу ишда  $\text{Ni(II)}$  ни фотометрик аниқлаш мақсадида 4-сульфо- $\beta$ -нитрозо- $\alpha$ -нафтол реагентида фойдаланилди.

## **II боб. ТАЖРИБА ҚИСМИ**

### **2.1. Керакли асбоб ва эритмалар**

#### **2.1. Керакли асбоблар ва реактивлар**

- 1) Мўрили шкаф
- 2) Аналитик тарози ВЛР-200;
- 3) Электротехник тарози ВЛКТ-500;
- 4) Концентрацион фотоколориметр КФК-2;
- 5) Ҳар хил қалинликдаги кюветалар: 0,5см, 1,0см, 2,0см, 3,0см;
- 6) рН метр- рН / мV/ ТЕМП Метер Р 25
- 7) Куритиш шкафи
- 8) Электропеч;
- 9) Дистилланган сув: Дистиллятор ДЭ-10 (Акводиск)
- 9) Ўлчов колбалари ДС 1770-77 иккинчи даражали аниқликка эга:  
25 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup> ва 1000 см<sup>3</sup>;
- 10) Пипеткалар (ДС 20292) иккинчи даражали аниқликка эга:  
0,1 см<sup>3</sup>, 0,5 см<sup>3</sup>, 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> ва 50 см<sup>3</sup>;
- 11) Кимёвий стаканлар 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup>;
- 12) Ўлчов цилиндрлари: 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup>;
- 13) Фильтрлар ТШ 6-03-16761;
- 14) Нитрат кислота (а.у.т)-анализ учун тоза;
- 15) Хлорид кислотаси (к.т.);

- 17) Сирка кислота (а.у.т.);
- 18) Фосфат кислота(а.у.т.);
- 19) Сульфат кислота(а.у.т.);
- 20) Натрий гидроксид(к.т.);
- 21) Калий хлорид(а.у.т.);
- 22) Натрий хлорид(к.т.);
- 23) Кадмий хлорид(к.т.);
- 24) Никел хлорид(к.т.);
- 25) Борат кислота(к.т.);
- 26) Рух хлорид(к.т.);
- 27) Натрий нитрат(а.у.т.);
- 28) Натрий ацетат(а.у.т.) ДС 199-68;
- 29) Симоб(II)нитрат(а.у.т.);
- 30) Натрий ацетат(к.т.);
- 31) Аммоний роданид(а.у.т.);
- 32) Никель нитрат (к.т.);
- 33) Магний сульфат  $*7\text{H}_2\text{O}$ (к.т.);
- 34) Кобальт сульфат(к.т.);
- 35) Висмут(III)-нитрат(а.у.т.);
- 36) Лимон кислотасининг натрийли тузи(к.т.);
- 37) Калий роданид(а.у.т.);
- 38) Қалай (II)-хлорид(а.у.т.);
- 39) Симоб нитрат(а.у.т.) ;

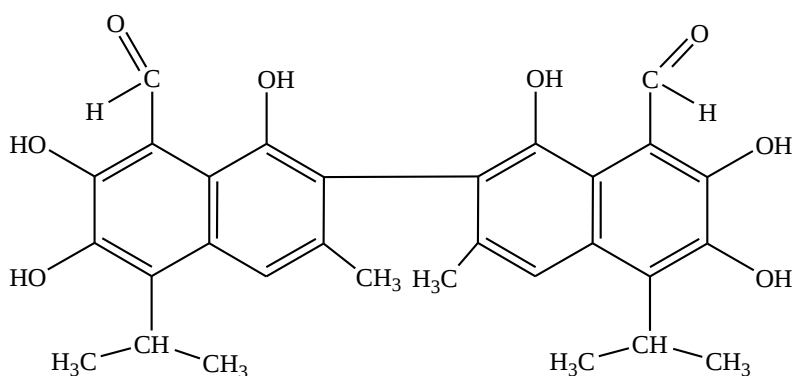
- 40) Мис сулфат (а.у.т.) ;
- 41) Темир(III) сулфат\* 6H<sub>2</sub>O (к.т.) .
- 42) Госсипол;
- 43) Янги ҳайдалган ацетон;
- 44) Этил спирти;
- 45) Толуол;
- 45) Бензол.

## 2.2. Ишлатиладиган эритмаларни тайёрлаш

а) Маълумки азобўёқлар таркибида электродонор гуруҳлар (-CH<sub>3</sub>; -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>;) бўлса бу каби реагентлар жуда сезгир ҳисобланади, агарда электроноакцептор гуруҳлар(-SO<sub>3</sub>; -NO<sub>2</sub>; -COOH; CN<sup>-</sup>; CHO<sup>-</sup> -NH<sub>2</sub> -OH<sup>-</sup>;) бўлса унда танлаб таъсир этувчанлик тавсифи яхшиланган бўлади. Бир вақтнинг ўзида реагент молекуласига ҳам электронодонор (ЭД) ҳам электроноакцептор (ЭА) гуруҳлар киргизилган бўлса реагентнинг ранги аниқ кўринади ва комплексининг аналитик ва метрологик тавсифлари яхшилангани кўрилади. Бундай реагентлар сезгирлиги ва танлаб таъсир этувчанлиги ошади. Госсипол физиологик фаол бирикма бўлиб, органик реагент сифатида қўлланилганда ҳар доим унинг янги тайёрланган эритмасидан фойдаланилади. Ушбу илмий тадқиқот ишида госсиполнинг янги 0,0001 М ли этил спиртидаги эритмасини тайёрлаш учун 0,00259 грамм госсипол тортиб олинди 50мл ли ўлчов колбасига солинди ва белгисига эритувчи солиниб, эритиб тайёрланди.

Ишда фойдаланилган госсиполнинг тузилиши:

2,2'-ди-1,6,7-триокси-3-метил-5-изопропил-8-нафталъдегид:



б) Дастлаб ишчи эритма сифатида никел(II)ни стандарт эритмасини тайёрлаб олинди. Бунинг учун  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (а.у.т.) маркали тузидан фойдаланилди. Тузнинг ҳисобланган миқдорини (0,9658 гр) аналитик тарозида тортиб 250 мл ли ўлчов колбасига солинди. Уни дистилланган сувда эритиб 1мг/мл ли эритмаси тайёрланди. Ишчи эритмалар эса ҳар бир иш олдидан 1мг/мл стандарт эритмасидан аликвот қисм олиб суюлтириб тайёрланди.

в) турли рН даги буфер эритмалар тайёрлаш учун аналитик кимё маълумотномаси [50] дан фойдаланилди.

### 2.3. Никел(II)ни госсипол билан комплекс бирикмаси оптимал шароитларини танлаш

Спектрофотометрик аниқлашлар эритмада аналитик шакл тўла ҳосил бўлишини ва Бугер-Ламберт-Бер қонунидан четланмасликни ёки минимал четланишни таъминлайдиган оптимал шароитларда бажарилади. Улардан энг муҳимлари: рН ининг оптимал қиймати, реагентнинг етарли даражада бўлиши, аналитик(фотометрик) реакциянинг танланувчанлиги ва нур ютилиши учун энг қулай шароитлар танланганлигидир.

рНнинг оптимал қийматини танлаш учун текширилувчи модда ва реагент концентрациялари ўзгармас бўлганида муайян тўлқин узунлигида рНнинг эритма рангининг интенсивлигига таъсири ўрганилиб чиқилди. Бунда реагент рангсиз бўлганида ютилиш энг катта бўладиган соҳага ҳисоб қилинади. Рангли эритмаларда энг қулай шароит аналитик шакл билан бошланғич реагентларда ютилишлар орасидаги фарқ энг катта бўладиган

ҳолда мос келади. Энг қулай шароитда ютиш максимал бўлганида рНнинг кичик ўзгаришлари эритманинг нур ютишига амалда таъсир этмайди. Фотометрик анализ қилинаётган эритманинг рН қиймати тегишли буфер эритмалардан ёки етарли миқдордаги кислота ёки ишқорлардан фойдаланиб бир хилда сақлаб туради.

Қўшиладиган аналитик реагентни миқдори маълум концентрация оралиғидаги аниқланувчи модданинг ҳаммасини аналитик шаклга ўтказиш учун етарли бўлиши керак. Реагентни яна қўшиш реакция маҳсулоти унумини оширмайди ва эритманинг ёруғлик ютишини кўпайтирмайди.

Спектрофотометрик анализда эритма текширилувчи концентрацияларининг барча оралиғида чин эритмалигича қолиши керак. Агар бу шарт бажарилмаса, пастроқ концентрациялар ишлатиш ёки қаттиқ фаза ҳосил бўлишига халақит берувчи ҳимояловчи моддалардан фойдаланиш лозим. Баъзан бутун спектрофотометрик аниқлаш схемасини ўзгартиришга тўғри келади.

### **2.3.1. Госсипол реагенти билан айрим металлларнинг сифат реакцияларини ўрганиш**

Металлларнинг госсипол реагенти билан сифат реакцияларини ўрганиш учун, дастлаб госсипол реагентининг 0,1% ли этил спиртидаги ва металлларнинг 50 мкг/мл ли сувдаги эритмалари тайёрлаб олинди. Госсиполнинг металл ионларига таъсири ва рангли бирикмалар ҳосил қилиш шароитларини ўрганиш учун, пробиркаларга тайёрланган госсипол реагенти эритмасидан 1мл дан ва ҳар бир металл (марганец, мис, симоб, қалай, никел, сурма, темир, хром ва молибден) нинг стандарт эримасидан 1мл дан комплекс ҳосил қилиш учун солинди. Барча металл ионлари эритмалари маълум рангдаги эритмаларни ҳосил қилиди. Олинган натижалар 1-жадвалда келтирилган.

## Айрим металл ионларининг госсипол билан сифат реакциялари

| Металлар       | Mn <sup>2+</sup> | Cu <sup>2+</sup> | Hg <sup>2+</sup> | Sn <sup>2+</sup>                                                         | Ni <sup>2+</sup> | Sb <sup>3+</sup>    | Fe <sup>3+</sup>      | Cr <sup>3+</sup>                 | Mo <sup>4+</sup>                |
|----------------|------------------|------------------|------------------|--------------------------------------------------------------------------|------------------|---------------------|-----------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| Ранг ёрқинлиги | Қизғиш.          | Қизғиш.          | Яшил ранг        | Баъзи орган эритувчилар турлича тусланадиган кип-қизил ранг ҳосил қилади | сарик,           | Қизғиш жигар ранг . | Тўқ яшил (деярли қора | Тўқ жигар ранг қизғиш тусланади. | Тўқ жигар ранг қизғиш тусланади |
|                |                  |                  |                  |                                                                          |                  |                     |                       |                                  |                                 |

### 2.3.2. Никел (II) ни госсипол реагенти билан комплекс бирикма учун оптимал нур фильтрини танлаш

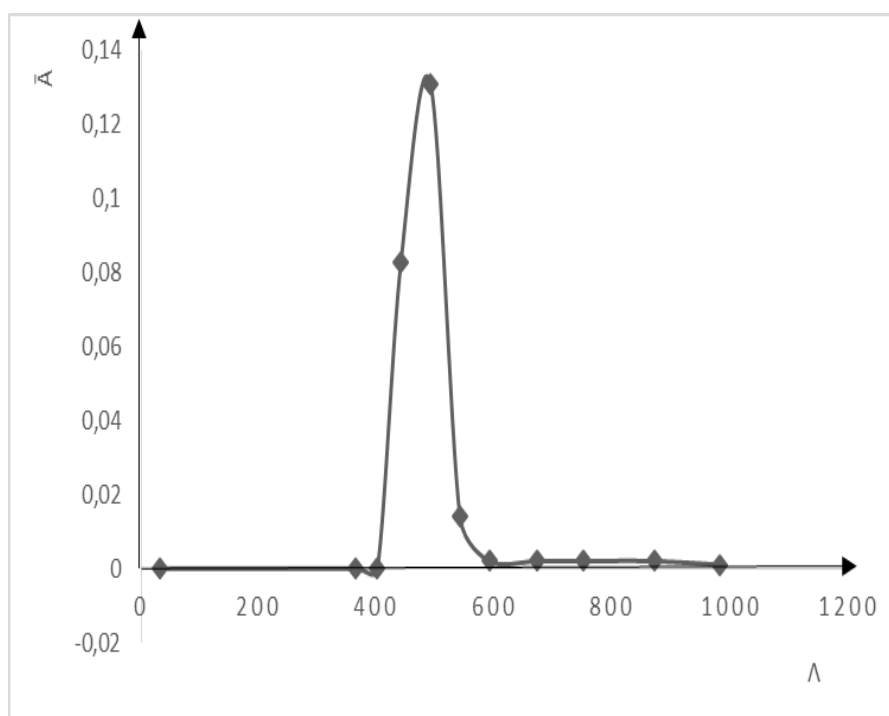
Маълумки ҳар бир модда, табиатига кўра маълум тўлқин узунлигидаги нурни ютади, шуни эътиборга олган ҳолда. Никел(II)ни госсипол билан комплексининг энг юқори нур ютиш соҳаси қуйидагича аниқланди:

**Аниқлаш услуби:** 25 мл ли ўлчов колбасига буфер эритмадан 5,0 мл , 20 мкг/мл ли Ni(II) эритмасидан 1,0 мл, 0,1%ли госсиполнинг спиртдаги эритмасидан 1,0 мл, солиб, колбанинг белгисигача дистилланган сув билан тўлдирилди. Ҳосил бўлган комплекс бирикманинг оптик зичлиги КФК-2 нур ютиш қалинлиги  $\ell = 2,0$  см да ҳар хил нур фильтрида ўлчанди. Солиштирма эритма сифатида эркин эритма (никел(II) дан бошқа ҳамма компонентлар мавжуд эритма) дан фойдаланилди.

Ўлчаш натижалари 2-жадвалда, 1-расмда келтирилди.

### Оптик зичликнинг нур фильтрига боғлиқлиги

| №Нур фильтри | Ранги        | $\lambda$ ,нм | $\bar{A}$ |
|--------------|--------------|---------------|-----------|
| 1            | Бинафша      | 315           | 0         |
| 2            | Кўк -        | 364           | 0         |
| 3            | Яшил-кўк     | 400           | 0         |
| 4            | Кўк яшил     | 440           | 0.083     |
| 5            | Яшил         | 490           | 0.131     |
| 6            | Сарғиш- яшил | 540           | 0.014     |
| 7            | Сариқ        | 590           | 0.002     |
| 8            | Қизил        | 670           | 0.002     |
| 9            | Тўқ қизил    | 750           | 0.002     |
| 10           | Инфрақизил   | 870           | 0.002     |
| 11           | Инфрақизил   | 980           | 0.001     |



**Расм 1.**Оптимал нур фильтрини танлаш.

Олинган натижалардан кўриниб турибдики, комплекс бирикма 5-нур фильтри  $\lambda_{\max}=490\text{нм}$  да юқоридаги оптик зичликни намоён қилади. Кейинги ишлар  $\lambda_{\max}=490\text{нм}$  да олиб борилди.

### 2.3.3. Никел(II)ни госсипол реагенти билан комплекс бирикмаси оптик зичлигининг эритма муҳити (рН) га боғлиқлиги

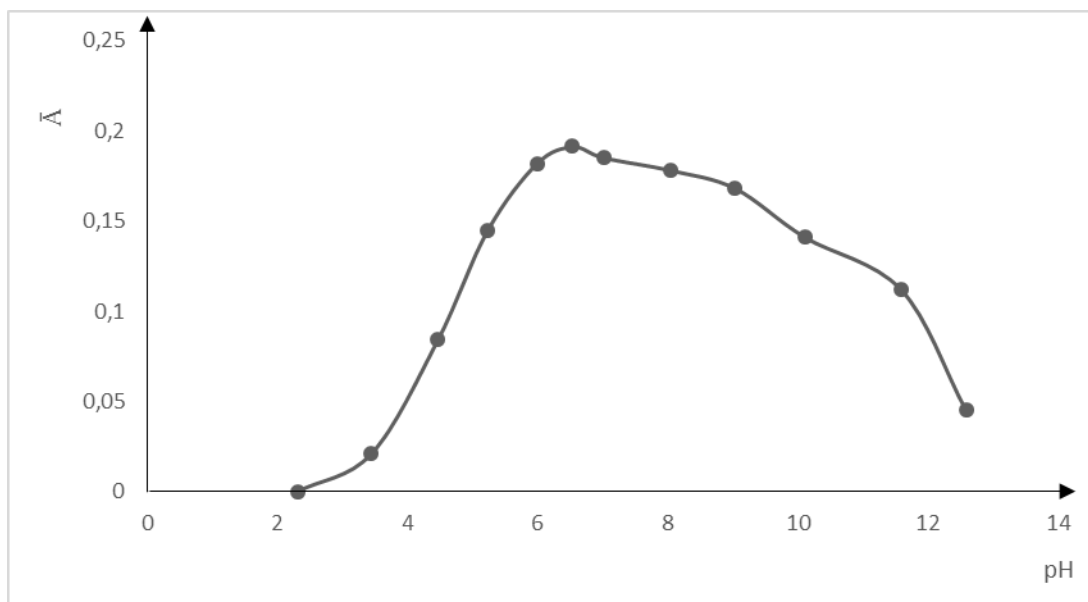
Реакцияни амалга оширишнинг муҳим шартларидан бири, унинг муҳити эканлигини ҳисобга олиб никел(II)нинг госсипол билан берган комплекс бирикмаси учун оптимал шароит танлашда рН кўрсаткичи ҳар хил бўлган универсал буфер эритмалар тайёрланди.

**Аниқлаш услуби:** Бунинг учун 25 мл ли ўлчов колбасига 5,0 мл рН кўрсаткичи 2,90 дан-11,92 гача бўлган универсал буфер эритмасидан 0,1% ли реагент эритмасидан 1,0 мл, 20 мкг/мл ли Ni (II) эритмасидан 1,0 мл солиб колба белгисигача дистилланган сув билан келтирилди. Комплекс бирикма эритмаларининг оптик зичликлари КФК-2 да  $\lambda_{\max}=490\text{ нм}$  да ва нур ютиш қалинлиги  $\ell =1,0\text{ смли}$  кюветада ўлчанди. Олинган натижалар 3-жадвал, 2-расмда келтирилган.

#### 3-жадвал

#### Комплекс бирикма оптик зичликнинг эритма муҳити (рН) га боғлиқлиги ( $T_{\text{Ni}^{2+}}=20\text{ мкг/мл}$ , $n=3$ )

| рН        | 2,31  | 3,45  | 4,47  | 5,24  | 6,00  | 6,55  | 7,02  | 8,05  | 9,04  | 10,11 | 11,59 |
|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $\bar{A}$ | 0,000 | 0,021 | 0,084 | 0,145 | 0,182 | 0,191 | 0,185 | 0,178 | 0,168 | 0,141 | 0,112 |



Расм 2. Оптик зичликнинг эритма муҳитига боғлиқлиги графиги

3-жадвал ва 2-расмдан кўриниб турибдики, комплекс бирикма энг юқори оптик зичлиги рН 6.00 – 7.02 гача бўлган ораликда кузатилди ва оптимал муҳит сифатида рН 6,55 танланди, чунки шу рН да оптик зичлик максимал аналитик сигналга эга. Кейинги тадқиқот ишларида рН кўрсаткичи 6,55 бўлган буфер эритма ишлатилди.

#### 2.3.4. Оптик зичликнинг буфер эритма таркибига боғлиқлиги

Асосий реакция ( $\text{Ni}^{2+}$  +госсипол) компонентларига буфер эритмалар таъсирини ўрганиш учун рНи 6,55 бўлган турли таркибли буфер эритмалар тайёрланди.

**Аниқлаш услуби:** фотометрик эритмалар тайёрлаш учун олдинги ишда кўрсатилганидек, 25 мл ли ўлчов колбаларига рН=6,55 бўлган ҳар хил буфер эритмалардан 5,0 мл дан, 0,1% ли госсиполнинг сувли эритмасидан 1,0 мл, 20 мкг/мл ли Ni (II) эритмасидан 1,0 мл солиб, колбанинг белгисигача дистилланган сув билан суюлтирилди. Оптик зичликлар солиштирма эритмага нисбатан ўлчанди. Олинган натижалар 4-жадвалда келтирилган.

## Оптимал буфер эритма танлаш

| Буфер эритма номи | Буфер эритманинг таркиби                                                                 | pH   | $\bar{A}_{\text{ўрт}}$ |
|-------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|------|------------------------|
| Универсал         | $(\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{CH}_3\text{COOH} + \text{H}_3\text{BO}_3 + \text{NaOH})$ | 6.55 | 0.189                  |
| Натрий фосфатли   | $(\text{NaH}_2\text{PO}_4 - \text{Na}_2\text{HPO}_4)$                                    | 6.55 | 0.107                  |
| Натрий ситратли   | $(\text{NaH}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2)$                                           | 6.55 | 0.029                  |

4-жадвалдаги қийматлардан кўриниб турибдики, универсал буфер эритма ишлатилганда комплекс бирикма эритмаси максимал оптик зичликка эга бўлди. Кейинги тадқиқот ишларида  $\text{pH}=6,55$  бўлган универсал буфер эритмасидан фойдаланилди

### 2.3.5. Ni (II) нинг госсипол реагенти билан берган комплексининг вақтга нисбатан барқарорлигини ўрганиш

Комплекснинг барқарорлигини аниқлаш учун, эритманинг оптик зичлигини вақтга нисбатан барқарорлиги ўрганилди.

**Аниқлаш услуби:** 25 мл ли ўлчов колбасига 20 мкг/мл ли никел (II) эритмасидан 1,0 мл, 0,1% ли госсипол реагентида 1,0 мл ва 5,0 мл ( $\text{pH}=6,55$ ) универсал буфер эритмадан солиниб, колбани белгисигача дистилланган сув билан тўлдирилди. Ҳосил бўлган комплекс бирикма оптик зичлиги маълум вақт оралиғида солиштирма эритмага нисбатан ўлчанди. Олинган натижалар 5-жадвалда келтирилди.

## Комплекс бирикма оптик зичлигининг вақтга нисбатан барқарорлиги

$$(\lambda_{\max}=490 \text{ нм}, \ell=2,0 \text{ см}, n=3)$$

|            |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $T_{\min}$ | 5     | 10    | 15    | 20    | 30    | 40    | 50    | 70    | 90    |
| $\bar{A}$  | 0,189 | 0,190 | 0,192 | 0,193 | 0,193 | 0,193 | 0,193 | 0,193 | 0,193 |
| $T_{\min}$ | 100   | 120   | 150   | 170   | 180   | 190   | 200   |       |       |
| $\bar{A}$  | 0,193 | 0,192 | 0,192 | 0,192 | 0,192 | 0,192 | 0,192 |       |       |

Тажриба натижалари шуни кўрсатадики, комплекс бирикманинг оптик зичлик қиймати 3,5 соатгача барқарордир. Бу вақт оралиғида анализни бажариш учун этарли эканлигини хулоса қилиш мумкин.

### 2.3.6. Комплекс бирикма таркибий компонентларининг қуйилиш тартибини ўрганиш

Реакциянинг унуми компонентлар қуйилиш тартибига ҳам боғлиқлигини эътиборга олган ҳолда эритмаларни юқорида кўрсатилган усул билан тайёрланди ва компонентларнинг қуйилиш тартибини ўзгартириб, бир нечта тажрибалар ўтказилди. Ўлчаш натижалари 6–жадвалда келтирилди.

## Компонентларнинг қуйилиш тартибини ўрганиш натижалари (n=3)

| №  | Қуйилиш тартиби                   | Ўрта  |
|----|-----------------------------------|-------|
| 1  | буфер-реагент-никел-дист.сув      | 0,181 |
| 2  | реагент- буфер - никел - дист.сув | 0,184 |
| 3  | никел -буфер-реагент- дист.сув    | 0,185 |
| 4  | буфер - никел –реагент-дист.сув   | 0,198 |
| 5  | Реагент- никел -буфер- дист.сув   | 0,194 |
| 6  | никел-реагент- буфер- дист.сув    | 0,176 |
| 7  | никел -дист.сув- буфер – реагент  | 0,178 |
| 8  | Дист.сув-реагент-никел-буфер      | 0,169 |
| 9  | Дист.сув-никел-буфер-реагент      | 0.195 |
| 10 | Дист.сув-буфер-никел-реагент      | 0.187 |

Олинган натижалардан хулоса қилиш мумкинки, компонентларнинг қуйилиш тартиби етарлича аҳамиятга эга экан. Кейинги тадқиқот ишларида 4-қуйилиш тартибини танланди. Ушбу тартибда реакция олиб борилиши комплекснинг максимал оптик зичлигини намоён қилишини таъминлайди

### 2.3.7. Комплекс бирикма оптик зичлигининг қўшилаётган реагент миқдorigа боғлиқлигини аниқлаш.

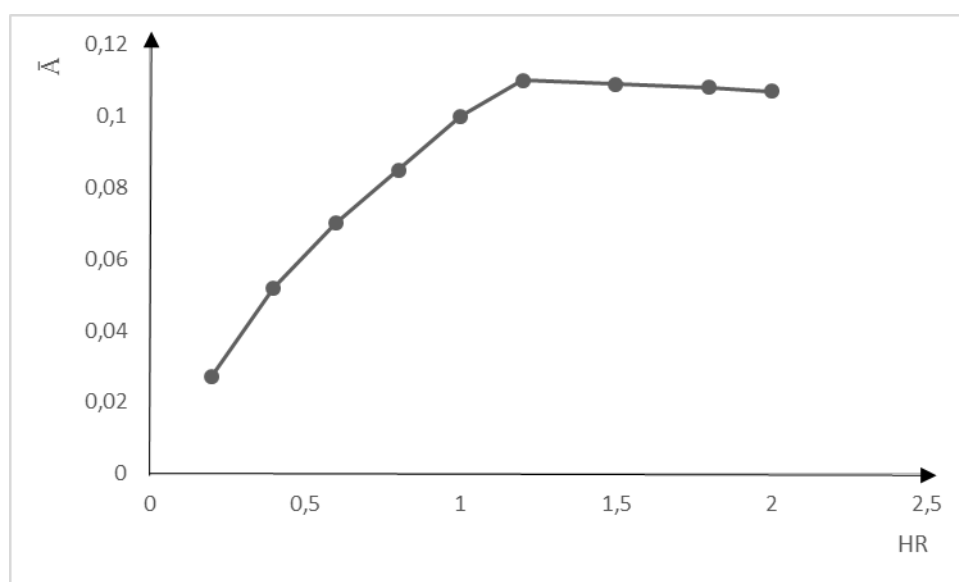
Амалий тадқиқотларда металлни комплексга тўла боғланиши учун реагентнинг ортиқча миқдори олинади. Шу мақсадда комплекс бирикма оптик зичлигининг қўшилган реагент миқдorigа боғлиқлигини ўрганиш учун 25 мл ли ўлчов колбаларида фотометрик эритмалар тайёрланди.

**Аниқлаш услуби:** 25 мл ли ўлчов колбаларига 5,0 мл ( $pH=6,55$ ) бўлган универсал буфер эритма, 10 мкг/мл ли  $Ni(II)$  эритмасидан 1,0 мл ва ўзгарувчан миқдордаги 0,25-2,00 мл гача 0,1% ли госсиполнинг сувли эритмаси, ва колбанинг белгисигача дистилланган сув солиб аралаштирилди. Комплекс бирикма оптик зичлиги КФК-2 да, №5 нур фильтрида,  $\ell = 1,0$  см ўлчовли кюветада солиштирма эритмага нисбатан ўлчанди. Олинган натижалар 7–жадвал ва 3–расмда келтирилган.

**7-жадвал**

Никел (II) нинг госсипол реагенти билан рангли комплекси оптик зичлигининг қўшилган реагент миқдорига боғлиқлиги ( $n=3$ )

|            |       |       |       |       |       |       |       |
|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $V_P$ , мл | 0,2   | 0,4   | 0,6   | 0,8   | 1,0   | 1,2   | 1,5   |
| $\bar{A}$  | 0,027 | 0,052 | 0,070 | 0,085 | 0,100 | 0,110 | 0,109 |
| $V_P$ , мл | 1,8   | 2,0   |       |       |       |       |       |
| $\bar{A}$  | 0,108 | 0,107 |       |       |       |       |       |



**Расм 3. Комплекс бирикма оптик зичлигининг қўшилган реагент миқдорига боғлиқлиги графиги**

Олинган натижалардан кўриниб турибдики, 10 мкг/мл Ni(II) ни комплекс билан тўла боғлаш учун 1.2 мл 0,1 % ли реагентни оптимал ҳажми яъни 1.2 мл госсиполнинг этил спиртидаги эритмаси етарли экан.

**2.3.8. никел (II) нинг госсипол билан комплексининг элемент миқдорига боғлиқлиги**

(Бугер-Ламберт-Бер қонунига бўйсунити)

Никел(II)нинг госсипол билан берган комплекси эритмасининг Бер қонунига бўйсунити танланган оптимал шароитларда ўрганилди.

**Аниқлаш услуби:** 25 мл ли ўлчов колбаларига 5,0 мл pH=6,55 бўлган универсал буфер эритма, ўзгарувчан миқдорда 10 мкг/мл ли Ni(II)нинг стандарт эритмасидан, 1.2 мл гача 0,1% ли госсипол сувли эритмаси, колбанинг белгисигача дистилланган сув солиб суялтирилади. Эритмаларни аралаштириб оптик зичликлари ( $\lambda_{\text{мах}}=490$  нм,  $l=2,0$ см №5 нф) солиштирма эритмага нисбатан ўлчанди. Олинган натижалар 8-жадвал ва 5-расмда келтирилди.

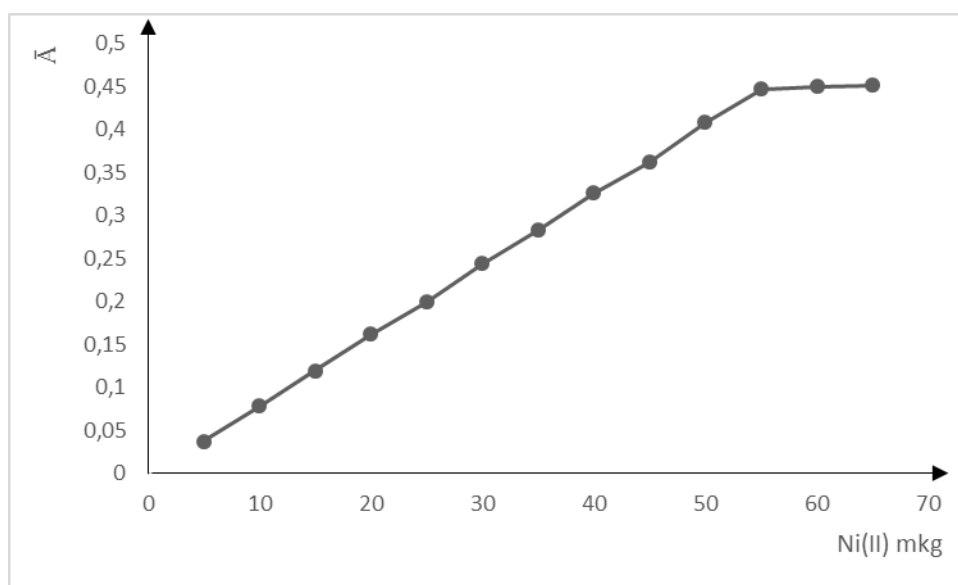
**8-жадвал**

Комплекс бирикма оптик зичлигининг қўшилган никел (II) миқдорига боғлиқлиги

(Бугер-Ламберт-Бер қонунига бўйсунити) ( $l=2,0$  см,  $n=3$ )

| Т/р | Аликвот қисм, мл | Аликвотдаги Ni(II) нинг миқдори, мкг | $\bar{A}$ |
|-----|------------------|--------------------------------------|-----------|
| 1   | 0.5              | 5,0                                  | 0,037     |
| 2   | 1,0              | 10,0                                 | 0,078     |
| 3   | 1,5              | 15,0                                 | 0,119     |
| 4   | 2,0              | 20,0                                 | 0,162     |
| 5   | 2,5              | 25,0                                 | 0,199     |
| 6   | 3,0              | 30,0                                 | 0,244     |

|    |     |      |       |
|----|-----|------|-------|
| 7  | 3,5 | 35,0 | 0,283 |
| 8  | 4,0 | 40,0 | 0,326 |
| 9  | 4,5 | 45,0 | 0,362 |
| 10 | 5,0 | 50,0 | 0,408 |
| 11 | 5,5 | 55,0 | 0,447 |
| 12 | 6,0 | 60,0 | 0,450 |
| 13 | 6,5 | 65,0 | 0,452 |



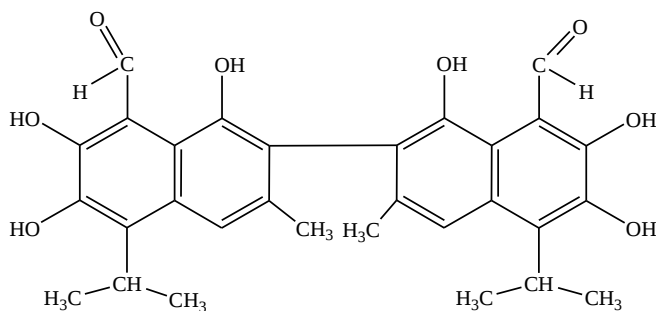
**Расм 4.** Оптик зичликнинг кўшилаётган никел(II) миқдорига боғлиқлиги графиги

Олинган натижалардан кўриниб турибдики, Бугер-Ламберт-Бер конунига бўйсунуш соҳаси 25 мл эритмада 5,0-55мкг/25мл гача бўлган ораликда кузатилди. Ундан юқори концентрацияларда эса тўғри чизиqli боғланишдан четланиш рўй берди.

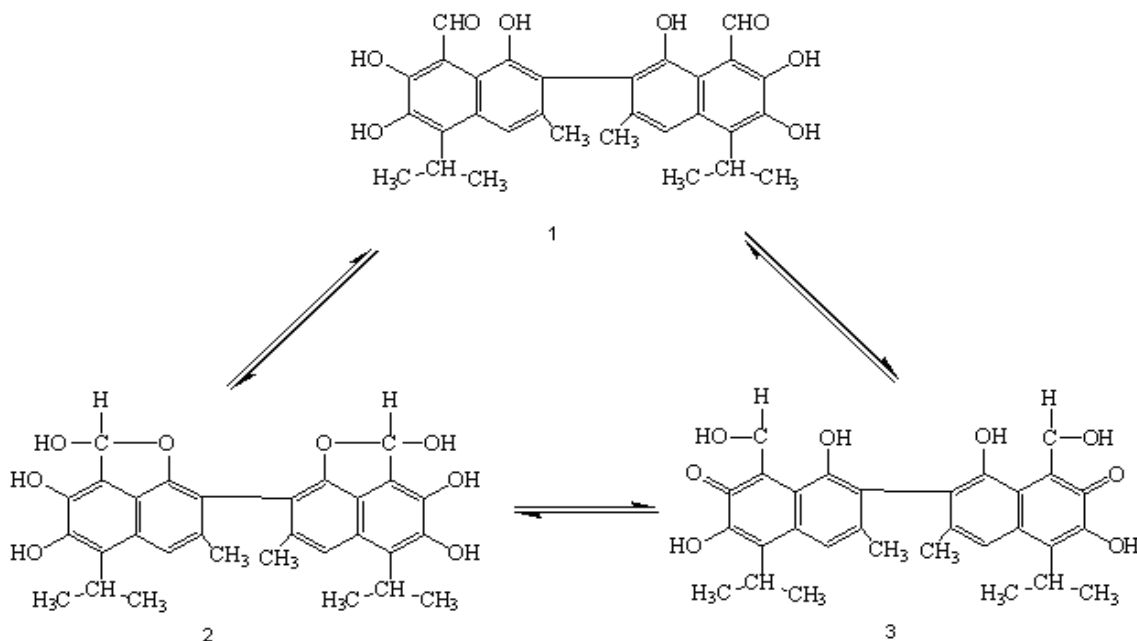
### III бoб. ОЛИНГАН НАТИЖАЛАР ВА УЛАРНИНГ ТАҲЛИЛИ

#### 3.1. Никел (II) нинг госсипол реагенти билан берган комплексининг спектрал тавсифи

Госсипол, 2,2'-ди-1,6,7-триокси-3-метил-5-изопропил-8-нафталъдегид молекуласи таркибида альдегид гуруҳининг иккита кислород атоми билан иккинчи орто- ҳолатда турган гидроксил гуруҳининг водород атоми билан доимий равишда ички водород боғ ҳосил қилиб, тикилган ҳолатда бўлади [1].



Эритмада эса госсипол уч хил тоутומר шаклга эга бўлиб, 1- нафталин алдегид шакли, 2-нафталин лактол шакли, 3- нафталин карбинол шакллари ҳисобланади:

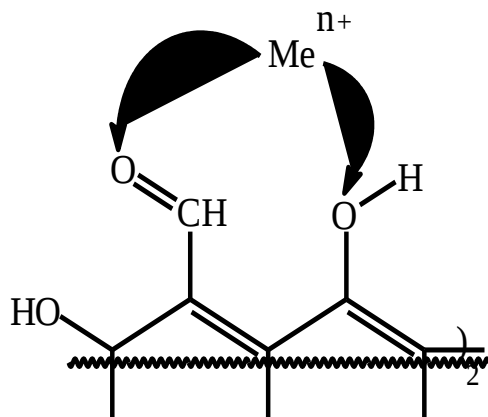


Мавжуд иккита ароматик нафталинли фрагментлар, олтига гидроксил гуруҳидан иккитаси карбоксил гуруҳига нисбатан *орто*-жойлашиши ва осон таутומר ҳолатга ўтиш қобилияти - госсиполнинг кимёвий хусусияти ва биологик фаоллигининг ўзига хослигини таъминлайди. Госсипол

молекуласининг полифункционаллик тузилишига эгаллиги унинг модификациясининг кенг имкониятларини жумладан, рангли ва оғир металл ионлари билан маълум шароитларда рангли комплекс бирикмалар ҳосил қилиш имконини беради [2-3]. Лекин госсипол аналитик реагент сифатида баъзи рангли ва нодир металл ионлари анализидида қўлланилмаган. Шунинг учун госсипол ва унинг ҳосилаларининг оралиқ металллар орасида ҳалқ хўжалигида аҳамияти энг юқори бўлган кобальт метали ионининг сифат ва миқдорий анализи учун реагентлик хусусияти ўрганилди.

Аниқланган оптимал шароит бўйича никел ионининг госсипол билан комплекс (Me-R) ҳосил қилиш реакцияси химизмини моллар нисбатини таққослаш усули билан ўрганилганда Me-R комплекс бирикмаси таркибий қисмлари 1:3 нисбатда бирикиши аниқланди. Моллар нисбатини таққослаш усулининг тўғрилигини тасдиқлаш ва текшириш учун тўйинтириш усули қўлланилди. Тадқиқот натижалари кўрсатишича Me-R комплекс бирикмаси ҳосил бўлиши реакциясида таъсирлашаётган таркибий қисмлар худди моллар нисбатини таққослаш усулидагидек 1:3 нисбатга тенглиги аниқланди.

Госсипол ва унинг ҳосилалари турли оғир металл ионлари билан рангли бирикмалар ҳосил қилиши ва ҳосил қилган рангли бирикмаларининг эрувчанлигини ўрганиш асосида улардан аналитик кимёда металл ионларини аниқлашдаги энг муҳим сифат реакцияларини бажариш учун реагент сифатида қўллашга тавсиялар ишлаб чиқилди.



## Хулоса

1. Ni (II) аниқлашнинг оптимал шароитлари (нур фильтри, эритма муҳити, буфер таркиби) ўрганиб чиқилди.
2. Никел (II) нинг госсипол реагенти билан комплексининг элемент миқдorigа боғлиқлиги (Бугер-Ламберт-Бер қонунига бўйсунishi) ўрганиб чиқилди. (0,323-0,55 мкг)
3. Комплекс бирикманинг ҳақиқий моляр сўндириш коэффициентини (10256) ва мувозанат константаси ( $3,5 \cdot 10^{-5}$ ) аниқланди.
4. Олинган натижалар асосида, Ni(II) ни госсипол билан фотометрик аниқлаш методикаси ишлаб чиқилди.

### Адабиётлар рўйхати:

1. Селиванова С.И.// Журн. Врачебн. дело, 1955, №2, С. 143.
2. Мирзакасымов Т.М., Рахматуллаев К.З., Талипов Ш.Т. 4-(2-пиридилазо)-тимол и 4-(2-хинолилазо)-тимол новые селективные реагенты для экстракционно-фотометрического определения никеля. Узб. хим.журн. 1968, №5, С.29-33.
3. Иванов В.М., Сабри Массуд/ фотометрическое определение никеля. / Вестн. Моск. Университета. Серия 2. Химия, 1994, 35, №4,1280.
4. Запорожец О.А., Петрунук Н.И., Калиниченко Е.В., Сухан В.В. «Визуально-колориметрическое определение Ni(II)»//Химия и технология воды, 1999г.21, №1, с.14,
5. Н.Б. Перевощикова, СВ.Котельникова “определение ионов триадыжелеза с 8-оксихинолином при совместном присутствии в водных растворах”. Вестн. Моск. Университета.2000.
6. Смирнов А. К. Влияние концентрации фонового электролита на равновесия в водных растворах. Молодежная конференция "Международный год химии" Казань, 28 июня, 2011: Сборник материалов. Казань. 2011, с. 123-124.
7. Бутенко А. М., Юрченко Г. О.Процесс осаждения катионов двухвалентного никеля из аммиачного комплекса. Кинетические параметры. Процес осаждения каткэшв школу (II) з амошзчного комплексу. Кшетичш параметри. Хим. промчгть УкрХим.Журн. 2012,5825, с. 3-6. Укр.; рез. рус.
8. Спектрофотометрическое определение двухвалентного никеля в сточной воде электроплакирования с помощью 4-(5-хлор-2-пиридилазо)-1,3-диаминобензола (5-C1- ПАДАБ). Spectrophotometric determination of nickel(II) in *electroplating* wastewater with 4-(5-chloro-2-pyridyl)-azo-1,3-diaminobenzene. Luo Dao-cheng, Liu Jun-feng. Cailiao baohu = Mater. Prot. 2012. 45, № 2, с. 77-78. Англ.

9. Подлипская С.Е., Синицина И. Экстракционно-фотометрическое определение никеля. Сб.науч.тр. Ташкент, 1979, №595, С.40-42.
- 10.Мансурходжаев У.М., Талипов Ш.Т., Каракулова М.А. Фотометрическое определение никеля. –В кн. Актуальные вопросы химии комплексных соединений. Сб. науч. тр. Ташкент, 1982, № 680, С.56-59.
- 11.Глинская И.В., Мерисов Ю.И. Фотометрическое определение никеля  $\alpha$ -фурилдоксимом в оксидах редкоземельных элементов повышенной чистоты. Журн.аналит.химии. 1982, Т.37, Вып.4, С.650-653.
- 12.Алиходжаев А.Х., Пачаджанова Д.Н., Юсупов М.Ю. Тар-нитро новый фотометрический реагент на никель. Журн.аналит.химии. 1985, Т.40, Вып.11, С.2021-2024.
- 13.Винчуг В.К., Мальцева Г.С., Грищук В.Г. Фотометрическое определение никеля диметилглиоксимом с применением дипероксикислот в качестве окислителей. Журн.аналит.химии. 1985, Т.40, Вып.10, С.2012-2015.
- 14.Marathe W.S., Kharathe W.S. Изучение экстракции двухвалентной меди и никеля с использованием хелатообразующего реагента 4-S-бензил-1-метил-5-фенил-2,4-изодитиобиурет. Chem. anal. 1987, Т.32, №5, С.779-785. Цит..по РЖХим. 1988 16Г132.
- 15.Дударева Г.Н., Кудрявцев Б.В., Гузиева Г.И. Фотометрическое определение никеля в асбестосодержащих материалах с ацетгидразином. // Журн.аналит.химии.1989. Т.44. №5. С.883-885;
- 16.Нуралиева Г.А., Кадырова Ш.А., Парпиев Н.А. и др. Изучение комплексов Ni(II), Cu(II) и Zn(II) с производным 2-амино-1,3,4-тиадиазола. // Узб.хим.журн. Т.1 Фан. 2005, С. 12-15;
- 17.Потапова Е.П., Булатов М.И., Бардин В.В. Спектрофотометрическое определение никеля. Журн.аналит.химии. 1992, Т.47, Вып. 10-11, С. 1822-1825;
- 18.Малик К.А., Рао Д.Л. Спектрофотометрическое определение Co(II), Ni(II), Cu(II), Cd(II), Pd(II), Ru(II), Mo(VI) после экстракции их

- изоамилксантагенатом расплавленным в нафталине .Журн. аналит. химии.2000, Т.55. №8, С.830-833;
- 19.Shu-hin., Xin-Quan Xia, Hany Xia Xi. Фотометрические определение никеля (II) с помощью  $\alpha$ -ацетиларсеназо. Таланта-1994, Т.41, №8, Цит. по РЖХим. 2Г.224;
- 20.Иванов В.М., Кузнецова О.В. Раздельное определение 4-(2-тиазолилазо)-резорцинатов никеля, цинка и кобальта в фазе сорбента методом цветометрии. Журн.аналит.химии. 2000, Т.55, №9, С.998-1003;
- 21.Швоева О.П. Дедкова В.П. Саввин С.Б. сорбционно-спектроскопический метод многоэлементного анализа. Определение Cr(VI), V(V), Ni(II) и Cu(II) из одной пробы на двухслойном носителе // Журн.аналит.химии, 2010, Т.65, №7, С.716-720;
- 22.Сенчуров М.В. Росоха С.В. Тихонова Л.П. Кинетическое определение рутения на основе реакции окисления иодатом комплекса никеля (II) с макроциклом Журн.аналит.химии, 2000,Т.55, №8,С.850-855;
- 23.Игнатова С.Н. Волынский А.Б. Определение никель, кобальта, марганца, меди, никеля и хрома в концентрированных растворах хлорида кальция методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии// Журн.аналит.химии, 2001,Т.56, №11 ,С. 1158-1162;
- 24.Недосекин Д.А, Черныш В.В, Проскурнин М.А. Применение термолинзовой спектроскопии для изучения взаимодействия следовых количеств никеля(II) диметилглиоксимом//Журн.аналит.химии, 2003,Т.58, №2,С.166-170;
- 25.Пирогов А.В, Куравлев А.П, Шпигун О.А. Новые неподвижные фазы для нормально-фазовой ВЭЖХ на основе силикагеля, модифицированного солями кобальта, никеля, цинка // Журн.аналит.химии, 2005, Т.60, №4,С.412-416;
- 26.Тахер М. А, Балани С,В. Пури В. К. Атомно-абсорбционное определение следов никеля после предварительного концентрирования на нафталине с иммобилизованным 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом или его комплекса на

микрористаллическом                      нафталине

//Журн.аналит.химии, 2000,Т.55,№10,С.1080-1085;

- 27.Беклемишев М.К, Кирющенков, Е.Н, Стоян Т.А, Долманова И.Ф.  
Каталитический метод определения металлов- ингибиторов -никел(II), и  
цинка(II)// Журн.аналит.химии,2005,Т.60,№6,С.662-669
- 28.Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по  
фотометрическим методом анализа Л.: Химия 1986, 432 С.
- 29.Бусев А.И. Синтез новых органических реагентов для неорганического  
анализа. М.: МГУ, 1972, 245 с.
- 30.Лурье Ю.Ю.Справочник по аналитической химии М.:Химия,1979, 480 с.
- 31.У.К.Абдурахманова “Физик кимёвий анализ методлари” (фотометрик ва  
экстракцион фотометрик анализдан) Гулистон 2013. 26 б.
- 32.Машковский М.Д. Лекарственные средства. Москва: Медицина, 1985. -  
Т.2. - 567 с.
- 33.Абдурахманова У.К. Экстракция золота и серебра О,О-  
диамилтиофосфатом калия Материалы международной науч.-технич. конф  
«Наука, образование, производство в решении экологических проблем».  
Россия. г. Уфа, 2007. – С. 158-162.
34. Абдурахманова У.К., Еттибаева Л.А., Хайдарова Э.Э. Экстракционно-  
фотометрическое определение таллия (III) 1-(2-пиридилазо)-4 гексилфенолом  
//Материалы международной науч.-технич. конф «Наука, образование,  
производство в решении экологических проблем». Россия. г. Уфа, 2011. – С.  
219-222