

СОРБЦИОННО-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ ЖЕЛЕЗА (II) ИММОБИЛИЗОВАННЫМИ НИТРОЗОСОЕДИНЕНИЯМИ

Сманова Зулайхо Асаналиевна

*профессор кафедры аналитической химии
химического факультета Национального университета Узбекистана,
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: smanova.chem@mail.ru*

Мадусманова Назира Кучкарбаевна

*преподаватель кафедры химической технологии факультета энергетики и машиностроения
Алмалыкского филиала Ташкентского политехнического университета, соискатель НУУЗ,
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: nazira.imomova@mail.ru*

SORPTION-SPECTROSCOPIC DETERMINATION OF IRON IONS (II) BY IMMOBILIZE NITROSO COMPOUNDS

Smanova Zulaykho

*Doctor of Chemistry, Professor, Head of Analytical Chemistry Chair, Chemistry Department,
National University of Uzbekistan named after Mirzo Ulugbek,
Uzbekistan, Tashkent*

Madusmanova Nazira

*Lecturer, Tashkent State Polytechnic University, Degree-seeking student, Chemistry Department,
National University of Uzbekistan named after Mirzo Ulugbek,
Uzbekistan, Tashkent*

АННОТАЦИЯ

2-нитрозо-5-метоксифенол и 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталальдегид использованы в качестве аналитического реагента на ионы железа (II). Показана возможность их использования для иммобилизации на волокнистых носителях и применения в качестве специфического аналитического реагента для определения ионов металлов, в частности для определения ионов железа. Предложена простая, экспрессная методика определения железа (II) с помощью 2-нитрозо-5-метоксифенола. Реагенты взаимодействуют с железом в соотношении 1:1. Найдены оптимальные условия иммобилизации и комплексообразования. Найдены физико-химические свойства, результаты обработаны методом математической статистики и приведены данные по применению в анализе.

ABSTRACT

Their structure was studied by the methods of PMR and IR spectroscopy. It is shown that it can be used for immobilization on fibrous carriers and as a specific analytical reagent for the determination of metal ions, in particular for the determination of iron ions. A method for the determination of iron (II) in wastewater is proposed. The simple and express method of photometric determination iron(II) by using of 2-nitrozo-5-metoxifenol was proposed. It was show, that reagent interacts with iron(II) and forms the complex of composition 1:1. Optimal conditions of iron(II) determination were determines. Physico-chemicals parameters, obtained statistical results are presented. The developed method was used, to for analysis of iron(II) in industrial sam.

Ключевые слова: аналитический реагент, 2-нитрозо-5-метоксифенол, 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафталальдегид, иммобилизация, сорбционная спектроскопия, ионы железа (II).

Keywords: analytical reagent, 2-nitrozo-5-metoxuphenol, 2-hydroxy-3-nitrozo-1-naphtaldehyde, immobilization, iron (II).

Возможность избирательного извлечения ионов, высокий коэффициент распределения при сорбции, хорошие кинетические характеристики сорбентов дают возможность успешно применять комплексообразующие сорбенты для концентрирования ионов отдельных элементов из растворов сложного состава, в

том числе для извлечения из большого объема. Это позволяет снизить предел обнаружения, устраним влияние матрицы, упростить градуировку, сделать методики анализов более простыми и быстрыми [1;8;9]. В настоящее время чаще стали использовать

сорбенты с иммобилизованными на них различными органическими реагентами [3 - 4].

Целью данной работы является исследование новых органических реагентов на основе производных нитрозоафтолов, улучшение с их помощью метрологических характеристик оптических методик определения железа, иммобилизацией на волокнистых носителях и разработка на основе этих методик определения железа в различных природных объектах.

Методика проведения иммобилизации на полимерные волокнистые сорбенты, модифицированные гексаметилендиамином, обладающих хорошими кинетическими и ионообменными характеристиками описана в [5;6].

Обсуждение результатов

Синтезированы реагенты на основе нитрозофенолов: 2-гидрокси-3-нитрозо-1-нафтаальдегид (ГННА), 2-нитрозо-5-метоксифенол (ИМФ), которые избирательно взаимодействуют с ионами железа (II, III), меди и кобальта [7].

Подбором оптимальных условий иммобилизации нитрозоафтола на полиакрилонитрильной матрице сохранены специфические аналитические свойства реагента. По данным ИК- и электронной спектроскопии установлены функционально-аналитических групп (ФАГ), реагирующие с ионами железа на носителе. Исследование электронных спектров иммобилизованных реагентов и исходных органических реагентов показало, что функционально-активные группы, ответственные за комплексообразование в иммобилизованном и нативном реагенте аналогичны, что указывает на то, что структура

реагента сохраняется и в иммобилизованном состоянии.

Полученные экспериментальные данные показывают, что реакции комплексообразования отличаются достаточной контрастностью ($\Delta\lambda=100-190$ нм). Сравнены их аналитические характеристики в растворе и на носителе. Отмечено улучшение метрологических параметров и аналитических характеристик методик с использованием ИМОП по сравнению с аналогичными реакциями, проводимыми в обычном фотометрическом варианте. Найдено, что оптимальное pH среды на носителе смещается на 1-3 единицы в кислую область, что способствует увеличению избирательности определения металлов.

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.

Были проведены эксперименты по установлению возможности определения ионов металлов из различных объемов и природы растворов в динамических условиях.

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

Таблица 1.

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

$V, \text{см}^3$	ИМНМФ – Fe			ИМГННА- Fe		
	F(ΔR)	Найдено, мкг	Кэф. концн	F(ΔR)	Найдено, мкг	Кэф. концн
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

Из данных табл. видно, что при определении ионов металлов из различных объемов полученные аналитические сигналы достаточно приемлемы и надёжны. На основе полученных результатов, можно сделать вывод, что возможно концентрирование и при этом его коэффициент концентрирования составляет более 90 %.

При использовании 1M 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 1M раствора соляной

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 восьми циклов: иммобилизованный на полимерный носитель реагент – сорбция ионов железа в динамическом режиме – десорбция 1M раствором азотной кислоты – промывка сорбента дистиллированной водой. После десорбции реагента поверхность носителя может быть иммобилизована другими производными нитрозоафтолов.

Таблица 2.

Влияние цикла регенерации на ДОЕ ИМОР по иону железа

ДОЕ, мг/г	До регенерации	После регенерации 0,1Н водным раствором азотной кислоты						
		1	2	3	4	5	6	8
по железу	380	378	370	365	364	365	360	360

Как видно из данных в таблице 2 при проведении восьмикратного процесса сорбции-десорбции ДОЕ сорбента изменялась лишь на 5,3 %.

Таким образом, синтезированные реагенты селективны к иону железа (II), простота и скорость концентрирования в сочетании с инструментальными методами определения без десорбции металла прямо на поверхности твердого волокнистого сор-

бента обуславливают экспрессность анализов и возможность их использования в практике химического анализа при определении ионов железа (II) в различных объектах. Правильность результатов определения железа в реальных образцах вод подтверждена методом «введено-найдено», методом добавок, атомно-абсорбционным и атомно-эмиссионным методами.

Список литературы:

1. Брыкина Г.Д., Диденко Т.Е., Агапова Г.Ф. Определение микроколичеств меди и палладия методом производной твердофазной спектрофотометрии в присутствии ПАВ // Журн. аналит. химии. -1988. - Т. 43, № 12. - с.2195-2199.
2. Брыкина Г.Д., Марчак Т.В., Белявская Т.А. Сорбция ионов меди и никеля анионообменником АВ-17х8, модифицированным солью 1-(2-тиазолилазо)-2-нафтол-1,3-дисульфокислоты // Журн. аналит. химии. - 1982. - Т. 36, № 12. - с. 2361-2364.
3. Иванов В.М., Полянсков Р.А., Седова А.А. Сорбция меди(II) висмутолом 1, иммобилизованным на природном цеолите // Вест. Моск. ун-та. - Сер.2. - Химия. - 2005. - Т.46, №1. - С.61-65.
4. Моросанова Е.И., Великородный А.А., Никулин И.В., Пуганова Е.А., Золотов Ю.А. Ксерогели, модифицированные 1-(2-пиридилазо)-2-нафтолом и ксиленоловым оранжевым. Индикаторные трубки для определения меди(II) и железа(III) в растворах // Журн. аналит. химии. - 2000. - Т.55, №.5 - С.539-545.
5. Мусаев У.Н., Мухамедиев М.Г., Икрамова М.Э. // Научный вестник НамГУ. - 2001. - №2. - С.117.
6. Сманова З.А. Мадусманова Н.К., Таджимухамедов Х.С. // Универсиум. 2018. - №2. - с.48-53.
7. Сманова З.А. Сорбционно-фотометрическое определение меди на поверхности полимерного носителя // Вестник НУУз, Ташкент, 2010.- №3.- С. 97-102.
8. Тихомирова Т.И., Кузнецов М.В., Фадеева В.И., Иванов В.М. Сорбционно-спектроскопическое определение меди, ртути и аминов с использованием химически модифицированных кремнезёмов // Журн. аналит. химии. - 2000. - Т.55, №.8. - С. 816-820.
9. Швоева О.П., Щербинина Н.И., Мясоедова Г.М., Сорчан А.М., Сенявин М.М., Саввин С.Б. Концентрирование и разделение элементов на хелатных сорбентах. Выбор условий концентрирования меди и серебра из солевых растворов // Журн. аналит. химии. -1983.-Т. 38, № 2. - с. 221-226.